

97.91%,RSD=1.60%(n=5)。

桂林西瓜霜散剂 5 份样品中,薄荷脑平均回收率为 100.79%,RSD=1.26%;冰片平均回收率为 98.24%,RSD=2.04%。

表 1 桂林西瓜霜含片的样品测定结果

批号	薄荷脑含量 (mg/片)	RSD(%) (n=3)	冰片含量 (mg/片)	RSD(%) (n=3)
941201	0.7718	0.15	2.4793	0.04
941202	1.0699	1.12	3.1878	0.14
941203	1.2932	0.13	3.5524	0.07
960101	1.1264	0.43	3.4388	0.65
950102	1.0240	0.16	3.7160	0.23
950103	0.9408	0.36	3.1808	0.21
950401	0.9861	0.20	3.2262	0.04
950601	0.8179	0.40	2.9863	0.49
950602	0.7334	0.44	2.8318	0.62
950603	0.8414	0.33	2.8470	0.40

2.8 样品测定:取含片样品 10 片,研碎,精

密称定 2 片量;或取散剂样品 0.1 g,精密称定,置 10 mL 离心管中,精密加入内标溶液 1 mL 与无水乙醇 4 mL,密塞,超声提取 10 min,离心,取上清液 5 μL 注入气相色谱仪,含片样品测定结果见表 1。

3 小结

选用 FFAP 柱,出峰时间短,分离度好,能将薄荷脑、冰片中的异龙脑和龙脑及内标物质萘很好的分离。

采用气相色谱法测定桂林西瓜霜中冰片、薄荷脑的含量。此法准确度好,灵敏度高,操作简便,能起到控制桂林西瓜霜质量的作用。
(1996-10-04 收稿)

痛经宝冲剂中原儿茶醛含量的 R-HPLC 测定

河南省药品检验所(郑州 450003) 朱宝珠 李向阳

痛经宝冲剂系由丹参、红花、元胡等 9 味中药组成的复方制剂,为一妇科名医验方,临床用于治疗妇女痛经,月经不调。丹参功能祛瘀止痛、活血通经,原儿茶醛为其主要水溶性活性成分,故采用 R-HPLC 法测定其原儿茶醛含量,为该药的内在质量控制提供了可靠的方法。

1 仪器与药品

岛津 LC-5A 高效液相色谱仪,SPD-2Am 紫外检测器,CR-3A 色谱数据处理机。痛经宝冲剂(河南宛西制药厂),原儿茶醛(中国药品生物制品检定所),所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件及行为:色谱柱 ODS-C₁₈(200 mm×4.6 mm),流动相:甲醇-水-冰醋酸(20:70:0.4),检测波长 280 nm,流速 0.6 mL/min,柱温为常温。测得原儿茶醛保留时间为 12.4 min。

2.2 标准曲线的绘制:精密称取原儿茶醛标准品,加甲醇制成 1 mL 含 0.32 mg 的溶液,从中吸取一定量置 50 mL 容量瓶中,加甲醇稀释成每毫升含 6.4、12.8、19.2、25.6、32.0 μg 的溶液,分别进样 5 μL,以浓度为横坐标,对应的峰面积为纵座标,求得回归方程:Y=191089.8X+433.25,r=0.9998。

2.3 样品的含量测定:取样品约 1 g,精密称定,加盐酸溶液(0.1 mol/L)20 mL 使溶解,离心,分取上清液,沉淀用盐酸溶液(0.1 mol/L)10 mL 分次洗

涤,离心,合并上清液,移至分液漏斗中,用乙醚萃取 4 次,每次 20 mL,合并乙醚液,水浴挥干,残渣加甲醇适量使溶解、转移、定容至 25 mL 量瓶中,每次进样 10 μL 测定计算,结果见表 1。

表 1 样品中原儿茶醛含量测定结果(n=3)

批号	平均含量(%)	RSD(%)
950105	0.0225	2.20
950114	0.0204	1.17
950402	0.0195	0.46
950405	0.0201	1.64

2.4 回收率试验:精密称取已知含量的样品一定量,作为基质,分别加入原儿茶醛对照品溶液(95.2 μg/mL)0.75、1.00、1.25 mL,按含量测定方法测定,结果平均回收率为 99.23%,RSD=2.04%(n=6)。

2.5 重现性试验:选痛经宝冲剂样品(批号 950405),平行取样 6 份,按上述方法进行分析,测得平均含量为 0.0201%,RSD=3.38%,表明本法重现性较好。

3 讨论

3.1 采用稀酸提取样品,是因为原儿茶醛在稀酸溶液中有良好的溶解性,不易氧化,而且对该样品还有酸沉除杂的作用。

3.2 按此方法测定了不同商品来源的丹参药材,其原儿茶醛含量分别为 0.012%,0.010%,0.020%,重现性亦较好。
(1996-05-27 收稿)