

GC-ECD Determination of Residual Organochlorine Pesticides in

American Ginseng (*Panax quinquefolium*)

Wang Huili, Chen Jianmin, Zhang Shuming (Chinese Academy of Medical Science, Peking Union Medical University, Institute of Medicinal Plant Development, Beijing 100094)

Abstract A GC-ECD method for determination of the residual organochlorine pesticides in *Panax quinquefolium* was described using SE-54 column. The residues were extracted from sample with acetone by saturating the extraction solvent with NaCl and simultaneously liquid-liquid partitioning by dichloromethane. The extracts were cleaned up by concentrated H_2SO_4 . The detection limits were 3.2×10^{-2} ng/g ~ 1.4 ng/g. Recoveries of organochlorine pesticides were 80% ~ 133.18%.

Key words GC organochlorine pesticides residues *Panax quinquefolium*

牛黄清脑片中大黄酸、大黄素含量测定

大连中药厂(116023) 姜波* 赵荣国 李明霞 真国辉

摘要 采用薄层扫描法测定牛黄清脑片中大黄酸、大黄素含量。其结果为:大黄酸含量 1.03 mg ~ 2.12 mg/10 片, 大黄素为 0.67 mg ~ 1.14 mg/10 片

关键词 牛黄清脑片 大黄素 大黄酸 含量测定 薄层扫描法

牛黄清脑片为我厂主要产品之一, 具有清脑安神、清热解毒功能。对于高血压症、神经官能症、神经性头痛等有清脑镇静作用, 临床应用效果良好。我们对其中主要成分大黄酸、大黄素作含量测定, 以期为质控标准提供依据(罗文毓, 等. 药物分析杂志, 1989; 9: 259)。

1 实验仪器、试剂及药品

仪器: 日本岛津 CS-930 型双波长薄层扫描仪。

标准品: 大黄酸、大黄素购自中国药品生物制品检定所。

试剂及药品: 所用试剂均为分析纯, 牛黄清脑片(大连中药厂)。

2 方法与结果

2.1 薄层及扫描条件

2.1.1 薄层制备: 硅胶 G 与 0.5% CMC-Na (1: 3) 混合均匀, 铺在 20 mm × 20 mm 玻璃

板上(厚约 0.5 mm), 室温干燥后, 105 °C 活化 1 h, 放干燥器中备用。

2.1.2 展开条件: 甲苯-二氯甲烷-冰醋酸(6: 3: 1)

2.1.3 扫描条件: 锯齿型反射扫描, 测定波长为 440 nm, 参比波长为 550 nm, $S_x = 3$, 狭缝 1.2 mm × 1.2 mm, 灵敏度中。

2.2 标准曲线绘制

2.2.1 标准液配制: 精密吸取大黄酸 5 mg, 置 250 mL 量瓶中, 加 $CHCl_3$ 溶解并至刻度, 使其浓度为 0.02 mg/mL。另精密吸取大黄素对照品 4.5 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇溶解至刻度, 其浓度为 0.18 mg/mL。

2.2.2 标准曲线绘制: 大黄酸: 精密吸取大黄酸标准液(0.02 mg/mL) 5、10、15、20、25 μ L, 点于同一块薄层板上, 用以上展开系统展开, 展距 15 cm, 取出, 挥干溶剂。按扫描条件在 CS-930 薄层扫描仪上扫描, 根据标准

* Address: Jiang Bo, Dalian Herbal Medicine Factory, Dalian

姜波女, 1992 年毕业于长春中医学院中药系, 硕士学位, 同年分配在大连中药厂工作, 1994 年晋升为工程师, 现负责中药厂化验室工作。自 1992 年以来, 先后在《现代应用药学》、《中国中药杂志》、《中成药》等杂志上发表论文 20 余篇, 并参与编写《中国动物药志》(吉林科学技术出版社)。

品浓度及吸收峰面积进行线性回归,回归方程 $Y = 49\ 198.30X + 2\ 291.21$, $r = 0.9834$ ($0.1\ \mu\text{g} \sim 0.5\ \mu\text{g}$)。

大黄素:用微量进样器精密吸取大黄素标准品 0.5 、 1.0 、 1.5 、 2.0 、 2.5 、 $3.0\ \mu\text{L}$ 点样,展开,与大黄酸一样处理,计算回归方程 $Y = 211\ 120.39X - 4\ 516.04$, $r = 0.9989$ ($0.18\ \mu\text{g} \sim 0.50\ \mu\text{g}$)。

2.2.3 精密度:大黄酸:精密吸取大黄酸标准液 $10\ \mu\text{L}$,在同一薄层板上点 5 点,展开、扫描,得积分值为 $12\ 120.87$ 、 $12\ 291.31$ 、 $12\ 232.19$ 、 $12\ 563.20$ 、 $12\ 913.82$, $\bar{x} = 12\ 424.28$, RSD 为 2.56% 。

大黄素:精密吸取大黄素标准液 $2.0\ \mu\text{L}$,在同一块薄层板上点 5 点,展开、扫描、得吸收峰面积 $71\ 462.50$ 、 $73\ 286.24$ 、 $74\ 096.91$ 、 $70\ 281.50$ 、 $75\ 329.86$, $\bar{x} = 72\ 891.40$, RSD 为 2.13% 。

2.2.4 稳定性:精密吸取大黄酸标准液 $10\ \mu\text{L}$,大黄素标准液 $2.0\ \mu\text{L}$,点于同一块薄层板上,展开,取出后挥干溶剂,扫描,结果表明:展开后 $30\ \text{min}$ 峰面积趋于稳定,并在 $4\ \text{h}$ 内基本不变。

2.2.5 加样回收率测定结果:取本品 10 片,剥去糖衣,捣碎,精密称定,置 $500\ \text{mL}$ 量瓶中,加入一定量大黄酸、大黄素样品,加 $\text{CHCl}_3\ 100\ \text{mL}$, $15\%\ \text{H}_2\text{SO}_4\ 50\ \text{mL}$,加热回流,按与样品同样方法处理。点样 $5\ \mu\text{L}$,展开、扫描,计算回收率,结果大黄酸加样回收率为 97.44% , RSD = 0.7% ($n = 5$)。大黄素加样回收率为 96.46% , RSD = 1.13% ($n =$

5)。

2.2.6 样品含量测定:样品制备:取本品 10 片,除去糖衣,研成细粉,精密称定,置 $500\ \text{mL}$ 烧瓶中,加 $15\%\ \text{H}_2\text{SO}_4\ 50\ \text{mL}$, $\text{CHCl}_3\ 100\ \text{mL}$ 加热回流提取 $4\ \text{h}$,分出 CHCl_3 层,酸层再加 $\text{CHCl}_3\ 50\ \text{mL}$ 回流 $1\ \text{h}$,分出 CHCl_3 层,与第一次 CHCl_3 合并。用 CHCl_3 洗酸层 3 次,每次 $15\ \text{mL}$,合并 CHCl_3 液。用水洗 CHCl_3 至水层无色。浓缩 CHCl_3 ,转移至 $50\ \text{mL}$ 量瓶中,加 CHCl_3 至刻度,备用。

含量测定:精密吸取样品液 5 、 $10\ \mu\text{L}$ 、大黄酸标准液 $15\ \mu\text{L}$,大黄素标准液 $2.0\ \mu\text{L}$,点于同一块薄层板上,展开、扫描,测定斑点积分值,计算含量。结果见表 1。

表 1 样品含量测定结果

批号	样品量 (g)	大黄酸含量 (mg/10 片,)		大黄素含量 (mg/10 片,)	
960510	3.3837	1.03	0.031	0.67	0.020
960203	3.4028	1.45	0.043	1.04	0.031
960204	3.4136	1.37	0.041	1.09	0.032
960407	3.4225	1.23	0.036	0.73	0.025
951059	3.3929	2.12	0.062	1.14	0.034
950814	3.4651	1.69	0.050	1.13	0.033

3 讨论

本法测定牛黄清脑片中大黄酸、大黄素含量,操作简便、快速,精密度良好,回收率稳定,测定结果准确,可靠,可作质控依据。其中大黄酸含量为 $1.03\ \text{mg}/10\ \text{片} \sim 2.12\ \text{mg}/10\ \text{片}$,大黄素为 $0.67\ \text{mg}/10\ \text{片} \sim 1.14\ \text{mg}/10\ \text{片}$,成分含量相差较大,如何控制其含量,使其在较小范围内波动,需要控制原料及严格加工工艺。

(1997-01-13 收稿)

通 告

经研究决定,增补李朝兴、李一奎、杨世林、阎希军、冯帆生、周淑军、李沈明等同志为《中草药》杂志第五届编辑委员会副主任委员。