

对杜仲叶中黄酮类化合物进行了研究得到以下结果:①杜仲叶中黄酮类化合物的含量为干叶重的0.7%,占杜仲叶提取物的6.64%;②检测出槲皮素

和茨菲醇两种黄酮苷元;③杜仲叶中未知的槲皮素糖苷不是芦丁,其化学结构有待进一步研究。

(1997-09-01 收稿)

GC 法测定乳宁霜中丁香酚的含量

山东省中医药研究所(济南 250014)

郭长强*

山东中医药大学附属医院

宋爱莉 刘和善 孔祥山 杨毅

乳宁霜系由丁香挥发油、冰片、红花等药物组成。其功能为活血散结,消肿止痛。丁香酚为该处方中的主要组成成分。笔者以 GC 法测定其中的丁香酚含量,为保证该制剂的质量提供了方法和依据。

1 仪器与药品

PHILIPS PU 4400 气相色谱仪及其配套数据处理系统。丁香酚对照品,由中国药品生物制品检定所提供。乳宁霜由山东省中医药大学附属医院提供。

2 色谱条件

3 mm×2.1 m 玻璃柱,以甲基硅橡胶(SE-30)为固定液,涂布浓度为10%,柱温为145℃,气化室温度为200℃,检测器TID,氮气流速为60 mL/min,氢气45 mL/min,空气450 mL/min。

3 方法与结果

3.1 内标溶液配制:称取麝香草酚50 mg,置100 mL 量瓶中,加石油醚溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

3.2 供试品溶液的制备:精密称定乳宁霜0.5 g,加入含内标物的石油醚(60℃~90℃)溶液15 mL,于具塞三角瓶中充分振摇2 min,弃去初滤液,中途取1 mL 滤液作为供试品溶液,备用。

3.3 对照品溶液的制备:精密称取丁香酚对照品103 mg,置100 mL 容量瓶中,加石油醚(60℃~90℃)稀释至刻度摇匀即得。

3.4 标准曲线绘制:精密量取对照品溶液1.0、2.0、4.0、6.0、8.0 mL 分别置10 mL 容量瓶中,各精密加浓度为0.5 mg/mL 的麝香草酚、内标溶液2 mL,用石油醚稀释至刻度,摇匀。分别精密吸取1 μL,注入气相色谱仪,以上述色谱条件测定,测得丁

香酚与内标物峰面积比值分别为0.1399、0.2861、0.6126、0.9438、1.2611,丁香酚浓度与比值进行回归分析,得回归方程为 $Y=1.566X-0.0289$, $r=0.9998$ 。线性结果表明丁香酚浓度在0.103 μg~0.824 μg 范围内呈现良好的线性关系。

4 样品测定

精密吸取供试品溶液1 μL,注入气相色谱仪,按上述条件测定,以内标法计算含量,结果见表1。

表1 乳宁霜丁香酚含测结果(n=4)

批号	丁香酚含量(%)	RSD(%)
960708	1.58	1.30
960715	1.26	1.45
960720	1.71	1.07

5 回收率实验

精密称取已知含量的乳宁霜供试品0.5 g,共5份,置具塞三角瓶中,各精密加入用内标溶液配制的已知丁香酚浓度(0.205 mg/mL)的标准溶液15 mL,按上述测定方法,测定回收率,结果平均回收率为99.73%, $RSD=1.09\%$ (n=5)。

6 精密度实验

取同一供试品溶液,按上述测定方法连续进样5次,测定结果, $RSD=1.42\%$ (n=5)。

7 小结

乳宁霜为外用治疗乳腺增生病的有效制剂,以上述方法进行质量控制,快速、灵敏、可靠,能有效地保证该制剂的质量。

致谢:山东省药检所徐本明副研究员协助资料分析。

(1998-02-16 收稿)

* 郭长强 助理研究员。自1975年起从事中药、中药化学、炮制化学、制剂、质量标准等方面研究。承担、参与国家“七·五”、省“八·五”中医药科技攻关等项研究课题。已获部、省、厅级科技进步奖5项。在省级以上专业杂志发表论文31篇,省科协及学会获奖论文12篇。1995年获首届山东省优秀青年中医(药)荣誉。