

的分离。

2.2 标准曲线的制备:精密称取干燥至恒重的蔓荆子黄素对照品 15 mg,置 100 mL 量瓶中,甲醇溶解定容,作为对照品溶液。分别精密吸取上述溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 置 10 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,照上述条件测定,以蔓荆子黄素的峰面积积分为纵坐标,蔓荆子黄素对照品的量为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程: $C=2.225 \times 10^{-7}A-4.72 \times 10^{-4}$, $r=0.9999$ 。峰面积值与进样量的线性范围为 0.15~0.75 μg 。

2.3 样品的测定:取蔓荆子(中粉,过 4 号筛)2 g,置索氏提取器中,加石油醚(60℃~90℃)适量,回流提取 3 h,弃去石油醚液,挥干,加甲醇适量置水浴上回流提取 4 h,甲醇提取液浓缩至约 25 mL,定量转移至 50 mL 容量瓶中,甲醇稀释至刻度,摇匀用 0.45 μm 滤膜过滤,分别吸取此液和对照品溶液(30 mg/mL)进样测定。计算含量为 0.075%($n=5$), $RSD=1.63\%$,结果见表 1。

表 1 样品测定结果

序号	样品中蔓荆子黄素的含量(%)	$\bar{x}$ (%)	RSD (%)
1	0.074	0.075	1.63
2	0.075		
3	0.076		
4	0.073		
5	0.075		

2.4 回收率试验:精密称取已知含量的蔓荆子粉末约 1 g(含 0.075%蔓荆子黄素),加入蔓荆子黄素对照品 0.75 mg,按照样品测定项下进行处理,测定,计算回收率,结果平均回收率:98.18%, $RSD=1.46\%$ 。

2.5 精密度试验:在上述色谱条件下,对同一浓度的对照品溶液连续 6 次进样,得峰面积 $\bar{x}$ 为 1 392 487.5, RSD 为 0.945%。

2.6 重现性试验:按照样品测定方法,对同一批号样品进行 5 次平行试验,蔓荆子黄素的含量 RSD 为 1.72%。

2.6 稳定性试验:在室温条件下,将样品溶液在 1、2、3、4、12、24 h 进样测定,含量不变,说明样品溶液在 24 h 内稳定。

3 讨论

3.1 蔓荆子含有较多的油脂,蔓荆子黄素又不溶于石油醚,因此,用石油醚脱脂后有利于提取测定,石油醚提取液进样无蔓荆子黄素。

3.2 我们曾对超声、冷浸、加热回流等提取方法进行比较,结果,以索氏提取器加热回流提取测得的蔓荆子黄素含量最高。

参 考 文 献

1 中华人民共和国药典(一部). 1995:322
2 Goma C S, *et al.* Planta Med,1978,33(3):277
(1998-03-03 收稿)

麝珠明目滴眼液质量控制方法

福建省药品检验所(福州 350001)
卢镜明眼药厂

潘 馨* 季莲芳
曾 敏

摘 要 用气相色谱法测定麝珠明目滴眼液中冰片的含量,用薄层色谱法测定盐酸小檗碱的含量,结果满意。

关键词 气相色谱法 薄层扫描法 冰片 盐酸小檗碱

麝珠明目滴眼液由麝香、珍珠、冰片、黄连等中药组成,其中麝香、珍珠为君药,冰片、

黄连为臣药。由于本品含麝香量少,为控制本品的内在质量,我们采用气相色谱法对冰片,

薄层色谱法对盐酸小檗碱的含量进行测定,取得满意的结果。

1 仪器与材料

Pekin-Elmer 8700 型气相色谱仪,岛津 CS-930 型薄层扫描仪,岛津 DR-2 型处理机,定量毛细管(日本),冰片、盐酸小檗碱(中国药品生物制品检定所),硅胶 G(青岛海洋化工厂生产),麝珠明目滴眼液(卢镜明眼药厂出品)。

2 方法与结果

2.1 气相色谱条件:以涂布浓度为 9%OV-17 为固定液、柱温 150℃,检测器 FID,冰片峰与内标物峰分离度大于 2。

2.2 薄层色谱条件:吸附剂:硅胶 G-CMC-Na;展开剂:正丁醇-冰醋酸-水(7:1:2),反射法锯齿扫描, $\lambda=440\text{ nm}$,光速狭缝 $1.2\text{ mm}\times 1.2\text{ mm}$,线性化参数 $S_x=3$ 。

3 实验结果

3.1 冰片含量的测定

3.1.1 内标物溶液的制备:取正十四烷烃适量,加醋酸乙酯溶解并制成每 1 mL 含 10 mg 的溶液,摇匀。

3.1.2 标准品溶液的制备:精密称取冰片标准品 8.50 mg 至 5 mL 容量瓶中,加入 1 mL 内标物溶液,用醋酸乙酯稀释至刻度,摇匀。

3.1.3 供试品溶液的制备:取麝珠明目滴眼液 0.3 g 精密称定,加乙醚 5 mL,冷浸过夜,离心,取上清液,残渣再加乙醚 5 mL,冷浸 2 h,离心,合并上清液,迅速挥去乙醚,残渣加乙酸乙酯溶液移至 5 mL 容量瓶中,加入 1 mL 内标物溶液,定容,即得。

3.1.4 标准曲线的制备:精密取标准品溶液 1.0、2.0、3.0、4.3、5.0 μL 分别注入气相色谱仪,按 1.2.1 项下测定,以冰片与内标物峰面积的比值为纵坐标,冰片的量为横坐标,绘制标准曲线, $Y=1.139X+0.0005$, $r=0.9999$,冰片在 1.7~8.5 μg 内呈良好线性关系。

3.1.5 精密度试验:取上述标准品溶液重复进样 5 次测定冰片标准品峰面积, $RSD=$

1.7%。

3.1.6 重现性试验:精密称取同一批样品 5 份,按样品测定法测定, $RSD=2.2\%$ 。

3.1.7 回收率试验:精密称取已知含量的样品,加入定量的冰片对照品,按样品测定法测定,平均回收率为 96.7%, $RSD=2.2\%$ 。

3.1.8 样品的测定:吸取供试品溶液 1 μL ,注入气相色谱仪,按 2.1 项下实验条件测定,结果见表 1。

表 1 滴眼液中冰片的含量测定结果

批号	含量(%) $(n=3)$	$RSD(\%)$
951215	2.3	2.8
951228	2.2	2.9
960205	2.5	2.4
960206	2.2	2.8
960406	2.7	2.0

3.2 盐酸小檗碱的测定

3.2.1 标准品溶液的制备:精密称取盐酸小檗碱对照品 7.45 mg,至 50 mL 量瓶中,用甲醇溶解并定容,摇匀。

3.2.2 供试品溶液的制备:取本品 4 g,用 1%盐酸乙醇 50 mL 回流提取 2 h,滤过,将滤纸连同残渣再加入 1%盐酸乙醇 50 mL 回流提取 2 h,滤过,合并滤液,蒸干,用乙醇溶液定容至 2 mL 量瓶中作为供试品溶液。

3.2.3 标准曲线的制备:精密吸取上述标准品溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 μL ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,依 2.2 项下测定,以盐酸小檗碱的量为横坐标,峰面积的积分为纵坐标,绘制标准曲线,回归方程为 $Y=-631+26016.8X$, $r=0.9990$,盐酸小檗碱在 0.149~0.745 μg 范围内呈良好的线性关系。

3.2.4 精密度试验:取供试品溶液点于不同的薄层板上,依法测定, $RSD=2.72\%$ 。

3.2.5 稳定性试验:对同一斑点每隔 30 min 扫描 1 次,共 6 次, $RSD=1.5\%$ 。

3.2.6 回收率试验:称取已知含量的样品,加入定量的盐酸小檗碱对照品,依样品测定法测定,平均回收率为 95.8%, $RSD=$

2.33%。

3.2.7 样品测定结果:精密吸取供试品溶液 10 μL 、标准品溶液 2、4 μL 交叉点于同一硅胶 G 薄层板上,按上述薄层色谱条件测定,结果见表 2。

表 2 盐酸小檗碱的含量测定结果

批号	含量(%) ($n=3$)	RSD(%)
951215	2.1	1.8
951228	2.1	1.9
960205	2.0	2.4
960206	2.0	1.8
960406	2.2	1.9

(1997-12-31 收稿)

牛黄清心丸质量标准的研究

秦皇岛市药品检验所(066004) 温 敏* 李以杰 李英华 潘 赢

摘 要 根据组织特征,将牛黄清心丸中的 12 味药进行了显微鉴别,对冰片和牛黄进行了薄层层析。组方中共 15 味药,除郁金外,对其中 14 味药均进行了鉴别。

关键词 牛黄清心丸 显微鉴别 质量标准 薄层层析鉴别

牛黄清心丸(一方)是常用中成药^[1],是由牛黄、朱砂、羚羊角等 15 味药组成。组方较复杂,目前尚无鉴别方法。根据中成药组方复杂,理化反应不明显的特点,我们采用了显微鉴别和薄层层析鉴别方法,鉴定了 14 味药,有效地控制了产品质量。

1 仪器与试药

三用紫外线分析仪,对照品:购自中国药品生物制品检定所及本所中药标本室,硅胶 G:青岛海洋化工厂生产。所用试剂均为分析纯,样品:牛黄清心丸,自制。

2 方法与结果

2.1 显微鉴别^[2]:①纤维淡黄色,梭形,壁厚,孔沟细(黄芩);②果皮表皮细胞无色或微黄色,断面观呈类方形(连翘);③纤维束鲜黄色,壁稍厚,纹孔明显(黄连);④种皮石细胞黄色或淡棕色,多破碎,完整者长多角形、长方形或形状不规则,壁厚,呈瘤状伸入胞腔,孔沟末端常膨大呈圆囊状,胞腔及孔沟含棕色物(栀子);⑤草酸钙簇晶极大,易破碎,直径 21~135 μm (大黄);⑥不规则碎片灰白色或淡灰黄色,稍具光泽,表面有灰棕色色素颗

粒,并有不规则纵长裂缝(羚羊角);⑦石细胞鲜黄色,分枝状,壁厚,层纹明显(黄柏);⑧不规则片状结晶无色,有平直纹理(石膏);⑨不规则块片无色,有层层剥落痕迹(滑石);⑩联结乳管直径 14~25 μm ,含淡黄色油滴及颗粒状物(桔梗);⑪纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶,形成晶纤维(甘草);⑫不规则细小颗粒暗棕红色,有光泽,边缘暗黑色(朱砂)。

2.2 薄层层析鉴别:取本品 9 g,切碎,加硅藻土 6 g,研匀,加氯仿 30 mL,超声处理 30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加醋酸乙酯 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取冰片对照品,加醋酸乙酯制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液。照薄层色谱法(中国药典 1995 版附录 VIB)试验,吸取上述两种溶液各 4 μL ,分别点于同一羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上,以环己烷-醋酸乙酯(17:3)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 5%香草醛硫酸溶液。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上显相同颜色的斑点,见图 1-A。

取本品 3 g,切碎,加硅藻土 3 g,研匀,加氯仿 20 mL,超声处理 30 min,滤过,滤液蒸

* Address: Wen Min, Qinhuangdao Municipal Institute for Drug Control, Qinhuangdao

温 敏 1995 年毕业于沈阳药学院制药系,现任主管药师。从事中药检验工作,主研显微鉴别和薄层层析等。在《中成药》、《时珍国药研究》杂志上发表文章 3 篇。