

芎样品溶液 5 份, 分别进样 1 μL 测定。 $\alpha\text{-BHC}$ 的平均含量为 6.258 $\mu\text{g/g}$, RSD 为 3.46% ($n=5$)。

2.8 稳定性试验: 精密吸取川芎供试品溶液, 按上述色谱条件间隔 1 h 进样, 测定 $\alpha\text{-BHC}$ 的峰面积, 计算含量, 得平均含量为 6.25 $\mu\text{g/g}$, RSD 为 1.47% ($n=6$)。

2.9 回收率试验: 称取川芎细粉样品约 2 g, 精密称定 6 份, 分别加入浓度为 130, 260 $\mu\text{g/mL}$ $\alpha\text{-BHC}$ 对照品溶液 1 mL, 各 3 份, 按供试品制备项下操作测定峰面积值, 计算其回收率, 平均加样回收率为 98.25%, RSD 为 0.48% ($n=6$)。

2.10 样品测定: 按供试品制备项下的操作, 制得样品溶液, 每份样品进样两次, 每次 1 μL 用 20.8 ng/mL 标准品溶液做随行标准, 用外标法测定, 结果见表 3。

表 3 川芎等 7 味药材中 BHC 的含量 ($\mu\text{g/g}$)

药材	$\alpha\text{-BHC}$	$\beta\text{-BHC}$	$\gamma\text{-BHC}$	$\delta\text{-BHC}$	总 BHC
川芎	6.75	4.27	3.86	2.89	17.77
丹参	28.46	12.90	21.36	8.27	70.99
人参	3.77	5.87	0.03	4.22	13.89
黄芪	0.12	3.44	2.35	6.00	11.91
菟丝子	5.70	2.24	3.95	7.62	19.51
白芍	85.86	265.28	111.04	31.27	493.45
甘草	99.64	49.50	65.73	21.57	236.44

3 讨论

《中华人民共和国药典》(2000 年版一部) 规定甘草、黄芪六六六含量不得高于 200 $\mu\text{g/g}$ 。实验结果表明, 丹参、白芍、茜草中总六六六含量较高, 而川芎、人参、黄芪、菟丝子中总六六六含量较低, 可能与样品的取样有关。同时, 丹参、白芍、茜草采用的是原料药, 而川芎、人参、菟丝子、黄芪用的是炮制品, 提示, 中药材经炮制能有效地降低六六六残留量。

实验采用的提取方法, 主要参考 Steimwandter 提出的在线提取法^[1]。其主要原理是采用电解质的作用, 根据盐析的原理, 使农药从水相进入有机相。本实验以丙酮作为提取剂, 在丙酮萃取液中加入固体氯化钠, 在分离农药的同时, 加入二氯甲烷进行液液分配, 提取和分离在同一个三角瓶中进行。该方法的优点在于不需要对样品进行多次的提取和过滤, 液液分配也不需转移到分配漏斗中进行。样品提取液中的水经无水硫酸钠干燥后, 不会影响测定结果, 同时减少农药的损失。

有机氯农药的净化多采用磺化法^[2-5]。本实验采用的磺化法去掉了分液漏斗的操作, 直接将浓硫酸加入提取浓缩液中, 减少了实验操作步骤, 提高了实验的安全性和准确性。样品提取液只加浓硫酸 1 次, 即可达到净化目的。

我国已经禁止生产和使用六六六, 而所测 7 种中药材中均有一定的残留, 其原因可能是: 药材植物体在生长期对土壤或水中吸收了六六六, 并且在植物体内细胞中得到富集。

参考文献:

- [1] Steimwandter H. Fresenius's universal 5-min on-line method for extracting and isolating pesticide residues and industrial chemicals[J]. J Anal Chem, 1985, 332: 754.
- [2] 王会丽, 陈建明, 张曙明. 有机氯农药的气相色谱检测方法研究[J]. 中草药, 1998, 29(6): 381-383.
- [3] 吴德康, 陈建伟, 任仁安. 红花等 5 种药材中农药(666, DDT) 残留量的分析研究[J]. 南京中医药大学学报, 1997, 13(12): 87-88.
- [4] 周长征, 王嘉琳, 高瑞勇. 气相色谱法测定细辛地道药材中有机氯类农药残留量[J]. 中国中药杂志, 1998, 23(10): 588-590.
- [5] 陈建明, 张曙明, 王会丽, 等. 中药中有机氯农药残留量检测方法及其限量标准研究[J]. 中国药学杂志, 2000, 35(2): 79-82.

苍耳丸中桉油精的含量测定

姚立娟, 王雨萍, 戴洁*

(天津市儿童医院 药剂科, 天津 300074)

苍耳丸是我院根据名老中医之验方制成的医院制剂, 由苍耳、辛夷等 7 味中药组成的复方制剂。具有清热解毒、通鼻开窍的功效。经多年的临床应用该药在治疗儿童鼻窦炎方面, 疗效很好。为控制该产品

的质量, 本实验采用 GC 法测定君药辛夷中主要有效成分之一桉油精的含量。研究表明, 本法稳定可靠, 简便快捷, 重现性好。

1 仪器与试剂

日本岛津 GC-9A 气相色谱仪, C-R3A 数据处理仪; 内标物: 异丙醇(分析纯), 桉油精(纯度为 99% 以上, 中国药品生物制品检定所), 试剂均为分析纯。

2 实验方法

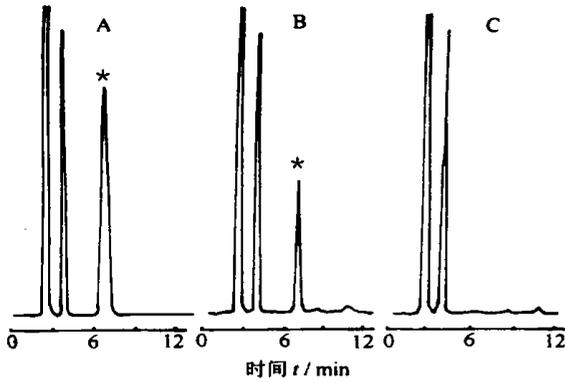
2.1 内标液、对照品溶液、供试品溶液及阴性对照溶液的制备: 精密吸取异丙醇 10 mL, 置 100 mL 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得内标液。

精密称取桉油精对照品 20 mg, 置于 100 mL 容量瓶中, 加内标液 5 mL, 以甲醇至刻度, 摇匀后, 得 0.2 mg/mL 的桉油精对照品溶液。

取苍耳丸 3 g, 剪碎后, 精密称定, 置于 50 mL 容量瓶中, 加内标液 5 mL, 加甲醇至刻度, 超声提取 20 min 后, 补充甲醇至刻度, 得供试品溶液。

取处方量不含辛夷的苍耳丸 3.0 g, 按供试品溶液制备方法, 定容于 50 mL 容量瓶中, 即得阴性对照溶液。

2.2 色谱条件^[1,2]: 色谱柱: 10% SE-30 chromosorb WAW-DMCS(80-100 目) 玻璃柱(3 mm × 2 m), 柱温: 100 ~ 135 程序升温, 气化室和检测室温度: 175, 流速: N₂ 450 mL/min, H₂ 50 mL/min, 空气 500 mL/min, 纸速: 4 mm/min, 进样量: 1.0 μL。见图 1。



A-桉油精对照品 B-供试品 C-阴性对照 * -桉油精

图 1 GC 图谱

2.3 线性关系的考察: 精密吸取桉油精对照液

3.0, 3.8, 4.6, 5.4, 6.2 mL 分别置于 100 mL 容量瓶中, 各加内标液 5 mL, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。在上述条件下各进样 1 μL, 以内标峰与桉油精峰面积的比值为纵坐标, 以桉油精浓度(mg/mL)为横坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程为: $Y = 1.5138X - 0.0133$, $r = 0.9998$, 线性范围: 0.06 ~ 0.124 mg/mL。

2.4 精密度试验: 取样品按供试品液制备, 进样 5 次, 结果桉油精平均含量为 0.110 mg/丸, RSD 为 3.8% (n=5)。

2.5 加样回收率试验: 分别精密称取已知含量的样品, 精密加入桉油精对照品标准液 1 mL, 按含量测定法测定, 得待测液中桉油精的浓度, 计算其含量, 平均回收率为 98.46%, RSD 为 1.21% (n=5)。

2.6 样品测定: 分别精密称定 8 批样品各 3 g, 剪碎后依供试品制备法制得相应供试液, 在上述条件下进样 1 μL, 结果见表 1。

表 1 苍耳中桉油精的含量(n=3)

批次	1	2	3	4	5	6	7	8
含量 (mg/丸)	0.103	0.091	0.126	0.085	0.115	0.758	0.132	0.107

3 讨论

3.1 桉油精作为苍耳丸中的主要有效成分, 其含量的高低直接影响到产品的质量, 经过对数批样品的检测, 发现各批之间存在一定的差异, 这可能由于所用的原料的产地及采收季节不同所致, 提示应在原料的使用上予以控制。

3.2 本文在药典的检测方法上加以改进, 选用 10% SE-30(甲基硅氧烷)为固定液, 以 Chromosorb WAW-DMCS 为载体, 结果表明, 桉油精的分离效果好, 比药典法缩短一半时间, 具有操作简单, 快捷的特点。

参考文献:

[1] 侯美琴, 陈佩藩. 气相色谱法测定清凉油中三组分的含量[J]. 药物分析杂志. 1990; 10(3) 160-161.
 [2] 蒋受军. GC 法测定复方含片中薄荷脑及桉油精含量[J]. 中药材. 1997; 20(1).

《新编中药志》现已出版

本书由肖培根院士主编, 共收各类中药 458 种, 其中根与根茎类常用中药 157 种; 种子、果实、花类常用中药 150 种; 全草、叶、皮、藤木、树脂、藻菌及其他常用中药 151 种, 可作为《中华人民共和国药典》(2000 年版)的注释, 是中药研究、教学、生产、经营、检验和管理等方面必备参考书。邮购价 645 元。另有《现代中药学大辞典》(上下册, 宋立人主编, 共收词目 3000 多条, 尤其在成分、药理、临床研究等方面吸收了近 20 年的最新研究成果), 邮购价 345 元。邮购地址: 北京 55 信箱清平书店 金莉收; 邮编: 100053。电话: 010-83154081。户名: 北京清平书店有限公司 帐号: 0981106810001; 开户行: 招商银行展览路支行。