

$\lg K = 16.2262 - 6809.7781/T$, $r = -0.9918$, 将 25°C 时的 $1/T = 0.003356$ 代入回归方程, 则计算出 $K_{25} = 2.3582 \times 10^{-7}$, $t_{0.9} = 0.1035/K_{25} = 50$ 年。

依上法由表 2 得回归方程 $\lg K = 13.7702 - 5789.5881/T$, $r = -0.9895$, $K_{25} = 2.1893 \times 10^{-6}$, $t_{0.9} = 0.1035/K_{25} = 5.4$ 年。

依上法由表 3 得回归方程 $\lg K = 8.9586 - 4191.07961/T$, $r = -0.9852$, $K_{25} = 7.8223 \times 10^{-6}$, $t_{0.9} = 0.1035/K_{25} = 1.5$ 年。

表 4 温度对芍药苷对照品的影响

Table 4 Influence of temperature on paeoniflorin reference substance

温度 / $^{\circ}\text{C}$	时间 /h	实验前 /mg	实验后 /mg	外观
65	336	1.04	1.06	白色结晶
75	228	0.78	0.75	白色结晶
85	240	1.39	1.44	白色结晶
95	192	1.17	1.16	白色结晶

由表 4 可见芍药苷对照品在结晶状态下受温度影响较小

3 讨论

3.1 通过预试验我们找到芍药苷的破坏性温度和时间, 并将正式实验温度梯度定为 65°C , 75°C , 85°C , 95°C , 保温时间间隔分别为 3.5, 3, 2.5, 2 d。实验中观察到: 随着温度升高, 时间延长, 样品的颜色加深, 尤以 95°C 的现象最明显。白芍提取物和乾坤清颗粒 95°C 时的保温样品在溶解过程中均出现不

溶的黑渣, 且颜色越深, 含量越低。实验结果表明: 在密闭条件下, 理论有效期白芍药材为 50 年, 白芍提取物为 5.4 年, 乾坤清颗粒为 1.5 年; 以上结果说明芍药苷在白芍药材中存在于细胞中, 受温度影响较小, 所以有效期最长。而白芍提取物中芍药苷已从细胞中提取出来, 其有效期相对于白芍药材较短。在乾坤清颗粒中, 由于为复方制剂, 成分比较复杂, 受其他成分的干扰, 其有效期最短。

3.2 从芍药苷结晶状态下受热含量变化分析, 芍药苷在固体状态下受温度、时间的影响较小。曾将芍药苷水溶液密封于安瓶中 95°C 保温 3.5 d, 结果安瓶中的水溶液颜色加深且有沉淀产生, 含量较保温前下降了 60%, 说明芍药苷对热的稳定性与含水率有关。在制剂生产过程中, 芍药苷始终处于含水的状态下, 而芍药苷本身结构中含有苯甲酸酯键, 在有水的条件下受热易分解或受其他成分的干扰, 故含量降低。

References

[1] Huang X M, Peng Z F, Deng Z L, et al. The change of the contents of paeoniflorin in the production of Chinese medicine containing *Radix Paeoniae* [J]. *Tradit Chin Drug Res Clin Pharmacol* (中药新药与临床药理), 1998, 9(4): 236-237.
[2] Li S Z, Guo Y J, Xu Y C, et al. The influence of different boiling way on the contents of paeoniflorin [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1999, 21(3): 115-116.
[3] Xi N Z. *Pharmacy* (药剂学) [M]. 2nd ed. Beijing: People's Medical Publishing House, 1990.

毛细管气相色谱法测定单萜烃油及其胶丸中的对-伞花烃含量

张凤荣¹, 刘莉颖², 张耀梅³, 姜茁松^{1*}

(1. 吉林省药品检验所, 吉林 长春 130062; 2. 长春市晨光制药厂, 吉林 长春 130052; 3. 长春市结核病医院, 吉林 长春 130062)

单萜烃油为杜鹃花科植物宽叶杜香 *Ledum palustre* L. var. *dilatatum* Wahl. 的新鲜叶及带叶的枝条经水蒸气蒸馏所得挥发油再经分离而得到的成分, 临床上用于镇咳祛痰, 治疗气管炎。原标准 [吉卫药便字 (98) 127 号文附药品标准] 为气相色谱法热导检测器检测, 方法不灵敏且误差较大。本实验采用毛细管气相色谱法测定其中的对-伞花烃含量, 方法简便、快捷, 为控制该产品质量提供依据。

1 仪器与试剂

AutoSystem XL 气相色谱仪 (美国 PE 公司); 对-伞花烃对照品由吉林省华港制药股份有限公司提供, 经气相色谱归一化法测定, 其纯度为 99.0%; 样品由吉林省长白鹿业股份有限公司制药厂提供; 正己烷为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验: 色谱柱: SE-54

* 收稿日期: 2002-05-16
作者简介: 张凤荣 (1962-), 女, 吉林长春人, 副主任药师, 学士学位, 从事药品检验工作, 研究方向: 药品质量标准研究及制订。
Tel (0431) 7913213

(16 m× 0.22 mm, 0.25 μm); 柱温: 70℃; 进样口温度: 200℃; 检测器: FID; 温度: 200℃; 载气: 氮气; 压力: 5.0 psi; 分流进样; 分流比: 50:1; 进样量: 1 μL 见图 1

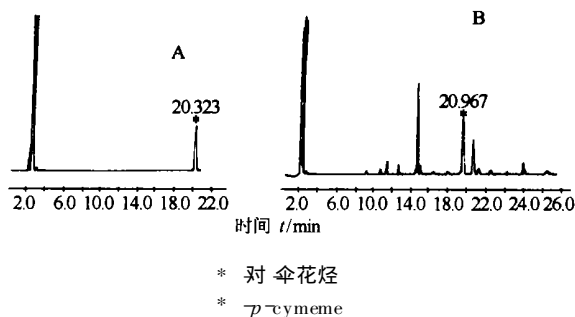


图 1 对照品 (A) 和样品 (B) 色谱图

Fig. 1 GC chromatograms of reference substance (A) and sample (B)

2.2 供试品溶液的制备: 精密称取单萜烃油 0.35 g (分析单萜烃胶丸时, 取胶丸 10 粒, 切开, 将内容物混匀取样), 置 50 mL 量瓶中, 加正己烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

2.3 对照品溶液的制备: 取对伞花烃对照品适量, 精密称定, 加正己烷溶解并制成 0.5 mg/mL 的对照品溶液。

2.4 线性关系考察: 精密称取对伞花烃对照品 0.2512 g, 置 50 mL 量瓶中, 加正己烷稀释至刻度, 摇匀, 作为贮备液。精密量取贮备液 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL, 分别置 25 mL 量瓶中, 加正己烷稀释至刻度, 摇匀, 各进样 1 μL, 每点进样 3 次, 取其峰面积平均值 (RSD 均小于 1.8%), 对浓度回归, 得线性回归方程 $Y = 1669.867C + 21.015$, $r = 0.99985$ 结果表明, 峰面积与进样量线性关系良好, 线性范围为 0.1~1.0 mg/mL。

2.5 精密度试验: 取对照品溶液, 连续进样 6 次, 峰

面积 $RSD = 1.9\%$

2.6 稳定性试验: 取样品溶液分别在 0, 2, 24, 48 h 进样, 峰面积 $RSD = 2.4\%$ 。结果表明, 样品溶液在 48 h 内稳定。

2.7 重现性试验: 同一批单萜烃油样品, 独立测定 5 次, 含量平均值为 8.2%, $RSD = 2.5\%$, 结果表明方法重现性良好。

2.8 回收率试验: 取已知含量的单萜烃油, 精密称取 5 份, 各精密加入一定量对伞花烃贮备液, 测定, 计算回收率。结果平均回收率为 100.05%, $RSD = 1.9\%$ 。

取已知含量的单萜烃油胶丸, 精密称取 5 份, 各精密加入一定量对伞花烃储备液, 测定, 计算回收率。结果平均回收率为 100.23%, $RSD = 2.6\%$ 。

2.9 样品测定: 按 2.2 项下方法制备样品, 测定, 结果见表 1。

表 1 样品测定结果 ($n = 3$)

Table 1 Data of sample determination ($n = 3$)

品 种	批 号	对伞花烃	$RSD\ \%$
单萜烃油	1	8.0%	0.8
	2	8.1%	0.9
单萜烃胶丸	980105	9.8 mg/丸	1.2
	980210	9.3 mg/丸	1.5
	010216	10.4 mg/丸	0.9
	010901	10.5 mg/丸	1.7

3 讨论

原标准用 PEG 12 000~2 000 为固定相, TCD 检测, 经用 6% PEG 6 000 柱试验, 达不到分离效果。后改用 FID 检测, 分别用了 6% PEG 6 000 柱、5% PEG-20M 柱、2.5% SE-30 柱和 2% OV-17 柱, 均达不到理想的分离效果, 所以改用毛细管色谱柱, 经试验, 在 SE-54 毛细管柱上可达到较好的分离, 分离度为 1.5。

吸附树脂对葛根中葛根素的分离研究

欧来良, 史作清, 施荣富, 王春红*

(南开大学高分子化学研究所 吸附分离功能高分子国家重点实验室, 天津 300071)

葛根为常用中药, 具有调节血压、增加冠脉血流量^[1]、改善脑循环^[2]、抑制血小板聚集^[3]、抗氧化自由基等作用。临床应用于冠心病、脑血栓^[4,5]均取得

了明显的疗效。由于粉葛根中葛根素的含量远远低于野葛根, 从而大大限制了粉葛根的药用。目前虽然也有利用野葛根分离得高含量葛根素的报道, 但大

* 收稿日期: 2002-08-08

基金项目: 国家自然科学基金 (20174017)