

表 2 L₈(4×2⁴) 正交试验设计

Table 2 Design of L ₈ (4×2 ⁴) orthogonal tests					
序号	A	B	C	D	γ-亚麻酸/ %
1	1	1	1	1	85.66
2	1	2	2	2	82.98
3	2	1	1	2	93.27
4	2	2	2	1	87.67
5	3	1	2	2	92.68
6	3	2	1	1	90.13
7	4	1	2	1	94.88
8	4	2	1	2	92.44
$\overline{K}_1$	84.32	91.62	90.38	89.61	89.59
$\overline{K}_2$	90.47	88.31	89.55	90.32	90.34
$\overline{K}_3$	91.41				
$\overline{K}_4$	93.06				
R	9.34	3.31	0.83	0.71	0.75

表 3 正交试验方差分析

Table 3 Variance analysis of orthogonal test				
方差来源	自由度	均方	平方和	F 值
A	3	95.70	31.9	29.81
B	1	22.01	22.01	20.57
C	1	1.35	1.35	
D	1	0.99	0.99	
误差 e	1	1.15	1.15	
误差 (D+ e)	2	2.14	1.07	
总变异	7	121.20		

$F_{0.05}(3, 1) = 19.16$ $F_{0.01}(3, 1) = 99.17$

在 D₁ 水平, 所以最佳组合为 A₄B₁C₂D₁。

2.4 验证试验: 对最佳组合 A₄B₁C₂D₁ 进行了 5 次

重复试验, 结果 γ-亚麻酸质量分数分别为 95.33%、94.49%、91.44%、93.21%、93.44%, RSD 为 1.56%。

3 讨论

3.1 采用柱色谱可以把 γ-亚麻酸的质量分数提高到 90% 以上, 作为二高 γ-亚麻酸的前提物质, 经正交试验说明最佳的硅胶粒度为 100~200 目, 在实验中 200~300 目的硅胶自然色谱分离非常慢, 经加压后才把 γ-亚麻酸分离出, 因此加多大压收集哪一段是今后的研究方向。流动相最佳是 100 0, 即甲醇的比例越大则分离得越快。

3.2 在进行正交试验设计时, 已经进行了不同含量的 γ-亚麻酸柱色谱分离两因素试验, 说明了柱色谱可以使质量分数高于 65% 的 γ-亚麻酸提到 90% 以上, 由于色谱次数效果一样, 因此低于 65% 的 γ-亚麻酸在色谱前最好再经尿素包合提高其质量分数。

References:

[1] Wen Z, Yu D S, Lü Q. Research on the enrichment of poly-unsaturated fatty acids by urea inclusion [J]. *Chem Res Appl* (化学研究与应用), 2001, 13(4): 414-416.
[2] Zhao R J, Zheng Y X. Study of γ-linolenic acid in evening primrose acid [J]. *Chin Cereals Oils Association* (中国粮油学报), 1995, 10(2): 44-47.
[3] Guo Y, Wei Y C, Wang Y J. Study of the isolation of high concentration γ-linolenic acid from evening primrose [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1999, 21(9): 9-10.

气相色谱法测定薄荷油中薄荷脑的含量

王成港, 王春龙, 刘 衡, 阎 卉, 李桂龙*
(天津药物研究院, 天津 300193)

薄荷油为《中华人民共和国药典》2000 年版一部收载品种, 主要成分为薄荷脑(薄荷醇), 用于血管舒张、减轻鼻黏膜充血、镇咳、解痉、治疗头痛、利胆、抗菌等。药典中薄荷油测定了总醇量, 不能反映薄荷脑的实际含量。为了控制薄荷油质量, 提高检测标准, 本实验采用毛细管气相色谱法测定薄荷油中薄荷脑的含量。

1 仪器与试剂

HP6890 气相色谱仪(安捷伦公司), HP3395 积分仪(安捷伦公司)。薄荷脑对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 0728-200005, 供含量测定用), 薄荷

油(上海万香日化有限公司、中南药业有限公司), 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: HP-FFAP (25 m × 0.32 μm); 检测器: FID 检测器; 气化室温度: 220 ; 检测器温度: 220 ; 程序升温: 65~115 , 1 /min; 载气: N₂; 体积流量: 1.0 mL/min; 进样量: 1 μL。在上述色谱条件下, 薄荷脑与其他成分完全分离, 薄荷脑保留时间约 32 min(图 1)。

2.2 对照品溶液制备: 取薄荷脑对照品适量, 精密称定, 加正己烷溶解制 1.50 mg/mL 的溶液, 即得。

* 收稿日期: 2004-04-08
基金项目: 天津市科委 2003 年基金资助项目(033187411)

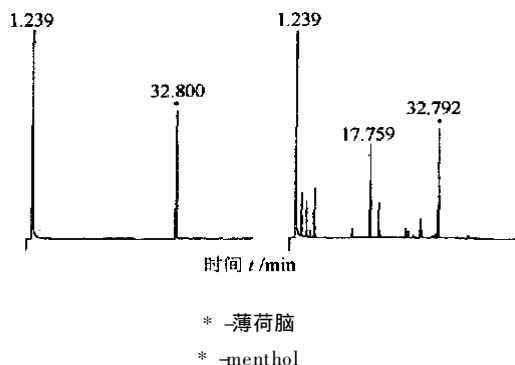


图 1 薄荷脑对照品(A)和薄荷油(B)的 GC 图谱

Fig. 1 GC chromatograms of menthol (A) and *Oleum Menthae Dementholatum* (B)

2.3 供试品溶液的制备: 取薄荷油约 50 mg, 精密称定, 置 10 mL 量瓶中, 加适量正己烷溶解, 并稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.4 线性关系考察: 取薄荷脑对照品适量, 精密称定, 加正己烷溶解制成 15.00 mg/mL 的溶液, 作为储备液。分别精密称取储备液 0.2、0.6、1.0、1.4、2.0 mL 于 10 mL 量瓶中, 用正己烷稀释至刻度, 摇匀, 分别进样 1 μ L。以薄荷脑峰面积和对应质量浓度绘制标准曲线, 得回归方程: $Y = 120\,779 X + 1\,112.2$, $r = 0.999\,8$ 。结果表明: 薄荷脑在 0.25 ~ 2.50 mg/mL 与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验: 取薄荷脑对照品溶液, 进样 1 μ L, 重复进样 5 次, 测定峰面积, 计算得其 RSD 为

0.93%。

2.6 重现性试验: 取同批薄荷油 6 份, 制备供试品溶液, 进样, 测定, 计算薄荷脑的质量分数, 结果其 RSD 为 0.90%。

2.7 稳定性试验: 取供试品溶液于制备后 0、2、6、8、12 h 依法测定峰面积, 结果薄荷脑峰面积的 RSD 为 0.97%。

2.8 回收率试验: 精密称取含薄荷脑 300.36 mg/g 的薄荷油样品 25.00 mg, 共 6 份, 各加入薄荷脑对照品 7.50 mg, 制备成供试品溶液, 每次进样 1 μ L, 依法测定并计算加样回收率。结果平均回收率为 99.72%, RSD 为 1.10%。

2.9 样品测定: 取供试品溶液和对照品溶液, 分别进样 1 μ L, 测定峰面积, 按外标法计算薄荷脑的含量, 见表 1。

表 1 薄荷油中薄荷脑的测定结果 ($n = 3$)

Table 1 Menthol in *Oleum Menthae Dementholatum* ($n = 3$)

厂 家	批 号	薄荷脑/(mg · g ⁻¹)	RSD/%
上海万香日化有限公司	20209132	328.20	1.02
中南药业有限公司	031106	301.27	0.98
	031108	310.04	1.34
	031205	296.38	1.13

3 讨论

采用本法测定薄荷油中薄荷脑的含量, 方法灵敏、结果准确, 各成分能达到基线分离, 可以作为控制薄荷油质量的检测手段。

梔子中京尼平苷的分离及其含量测定

张丽茹¹, 于治国^{1*}, 范 岩², 涂继辉^{1*}

(1. 沈阳药科大学药学院, 辽宁 沈阳 110016; 2. 沈阳药大集琦药业有限责任公司, 辽宁 沈阳 110016)

梔子为茜草科植物梔子 *Gardenia jasminoides* Ellis 的干燥成熟果实, 味苦、性寒, 主治热病心烦、黄疸尿赤, 具有泻火除烦、清热利尿等作用。梔子化学成分复杂, 主要成分为环烯醚萜苷类, 京尼平苷 (geniposide, 梔子苷) 为主要有效成分之一。京尼平苷的提取分离方法主要有铅盐沉淀法、活性炭吸附法、中性氧化铝除杂质法等^[1]。本实验根据京尼平苷的理化特性, 通过硅胶柱色谱分离、醋酸乙酯-丙酮重结晶纯化, 制备京尼平苷单体, 并采用 HPLC 法

对各产地梔子药材中京尼平苷的含量进行测定, 为梔子的深入研究及质量控制提供可行方法。

1 仪器与试剂

岛津高效液相色谱仪 (配有 LC—10ATvp 输液泵, SPD—10Avp 可变波长紫外检测器, TA—130 柱温箱, ANASTAR 色谱数据处理系统)。

甲醇 (色谱纯), 重蒸水 (自制), 其他试剂均为分析纯。梔子药材购自各地药材公司及药店。

2 方法与结果

* 收稿日期: 2003-12-12

作者简介: 张丽茹 (1977—), 女, 山东菏泽人, 沈阳药科大学药物分析学硕士研究生。

* 通讯作者 Tel: (024) 23843711-3366 E-mail: yzg-cnn@163.com