

坐标,得回归方程: $A = 63\ 632\ C - 2\ 582.6$, $r = 0.999\ 9$,线性范围:2.506~12.506 mg/mL。

2.5 精密度试验:精密量取樟脑对照品溶液 10 μ L 注入液相色谱仪,重复进样 5 次,以樟脑的峰面积计算,RSD 为 0.37%。

2.6 重现性试验:取同一批号样品,依法制备供试品溶液 5 份,进行测定,以樟脑峰面积计算,结果 RSD 为 0.30%。

2.7 稳定性试验:精密量取同一供试品溶液,每隔 5 h 进样 1 次,共测 6 次,以樟脑峰面积计算,结果表明,供试品溶液在 25 h 内稳定,樟脑峰面积 RSD 为 0.25%。

2.8 空白试验:按制剂处方,去樟脑,照工艺制备缺樟脑样品作为阴性对照,按相同色谱条件进样,色谱图见图 1,阴性样品在樟脑相应保留时间无干扰峰。

2.9 回收率试验:精密量取含樟脑 7.50 mg/mL 样品溶液 5 mL,置 10 mL 量瓶内,共 6 份,分别精密加入樟脑对照品约 3.8 mg,加甲醇至刻度,依法测定,计算,结果平均回收率为 99.97%,RSD 为 0.77%。

2.10 样品测定:精密吸取供试品溶液 10 μ L,平行进样 3 次测定,采用外标法计算,结果见表 1。

3 讨论

曾选用桂皮醛作为定量指标,但由于其量甚微,定量效果不理想;此外,还对薄荷脑、冰片进行了相关试验,结果均不理想,故选用樟脑作为定量指标,

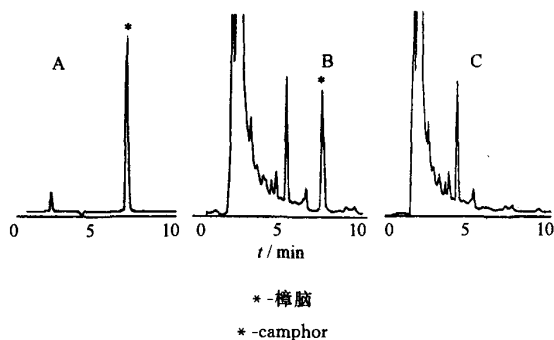


图 1 樟脑对照品(A)、伤筋正骨酊(B)和缺樟脑的阴性对照(C)的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC chromatograms of camphor reference substance (A), Shangjin Zhenggu Tinctura (B), and negative sample (C)

表 1 伤筋正骨酊中樟脑的测定结果 (n=3)

批号	樟脑/(mg · mL ⁻¹)	RSD/%
20020801	7.650	1.26
20020802	7.533	1.11
20020803	7.263	1.38

获得较好的定量效果。

在色谱条件试验中,曾采用 C₁₆ 作为分离柱,但分离效果不好,改用 C₁₈ 柱,获得满意分离效果。

测定结果表明,选用樟脑作为定量检测指标以及建立的 HPLC 色谱条件,方法简便可靠,分离度高,重现性好,可用于伤筋正骨酊剂的质量控制。

GC 法测定凉开胶囊中麝香酮

焦连庆,于敏

(吉林省中医中药研究院,吉林 长春 130021)

凉开胶囊为根据牛黄安宫丸处方加减制成用于治疗热病,高热烦躁、热盛惊厥、神昏谵语,对于感染性疾病具有上述症候者。处方主要有牛黄、人工麝香、人工牛黄、黄芩、黄连、穿心莲等 11 味药。方中人工麝香为君药,麝香酮为其有效成分,本实验采用气相色谱法对麝香酮进行了测定。

1 仪器与试剂

岛津 QP-5000 气相色谱仪;麝香酮对照品(中国药品生物制品检定所,供含量测定用,批号:0719-

0304),试剂均为分析纯,凉开胶囊由吉林省大峻药业有限提供(每粒 0.4 g)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱:DB-17 毛细管柱(30 m × 0.25 mm);载气:He;体积流量:40 mL/min;进样口温度:270 $^{\circ}$ C;柱温:250 $^{\circ}$ C。以麝香酮分子离子峰(m/z) 238 的丰度为定量指标。色谱图见图 1。

2.2 供试品溶液的制备:取本品 2 粒内容物(约 0.8 g),精密称定,置索氏提取器中,加入乙醚适量

收稿日期:2004-09-18

作者简介:焦连庆(1965—),男,吉林省长春市人,副主任药师,硕士,从事天然药物研究与开发。

Tel: (0431) 6816837 E-mail: jllq51@tom.com

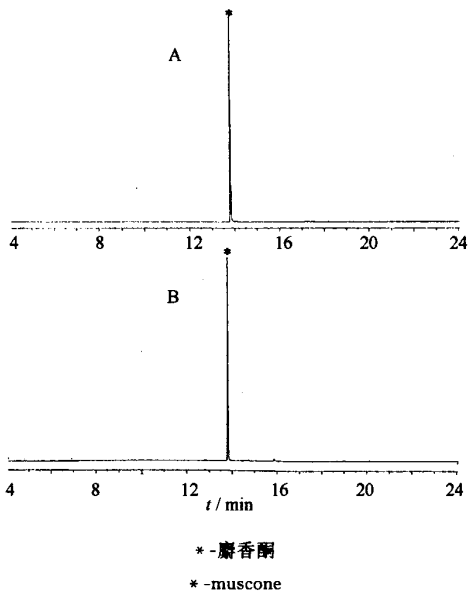


图 1 麝香酮对照品(A)和凉开胶囊(B)的 GC 图
Fig. 1 GC chromatograms of muscone reference substance (A) and Liangkai Capsule (B)

提取至无色,提取液挥干,残渣以无水乙醇适量溶解,定量转移至 10 mL 量瓶中,加无水乙醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

2.3 对照品溶液的制备:精密称取麝香酮对照品适量,加无水乙醇制成 2.8 mg/mL 的溶液。以无水乙醇稀释 100 倍,摇匀,作为对照品溶液。

2.4 线性关系考察:精密吸取麝香酮对照品溶液 (1.41 mg/mL) 适量,分别稀释 100、50、25、12.5、10 倍,吸取 1 μL,分别注入气相色谱仪,测定。以进样量为横坐标,相应的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,其回归方程为 $Y = 63\ 601 + 9\ 848\ 307 X$, $r = 0.996\ 7$,结果表明麝香酮在 0.014 1~0.141 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验:精密吸取同一供试品溶液,重复进样 5 次,每次 1 μL,测定麝香酮峰面积,结果其 RSD 为 0.93%。

2.6 稳定性试验:精密吸取同一供试品溶液,每隔 2 h 测定 1 次,共测定 10 h,RSD 为 1.28%,表明供试品溶液在 10 h 内稳定。

2.7 重现性试验:精密称取同一批样品 5 份,制备供试品溶液,进样 1 μL,测定峰面积,计算质量分数。结果麝香酮的质量分数为 0.565 mg/g,RSD 为 2.24%。

2.8 加样回收率试验:取本品 2 粒内容物(含麝香酮 0.562 5 mg/g) 约 0.8 g 5 份,精密称定,分别精密加入麝香酮对照品溶液(0.311 mg/mL) 2 mL,按供试品溶液制备方法操作,制备供试品溶液,按上述色谱条件进行测定。结果平均回收率为 96.08%,RSD 为 0.38%。

2.9 样品测定:分别精密吸取对照品溶液及供试品溶液各 1 μL,进样,测定,采用外标法计算,结果见表 1。

表 1 凉开胶囊中麝香酮的测定结果 (n=2)

Table 1 Muscone in Liangkai Capsule (n=2)

批号	麝香酮/(mg·粒 ⁻¹)
1	0.225
2	0.155
3	0.165

3 讨论

以麝香酮质谱质核比 m/z 238、223、209 为检测指标,以麝香酮特征离子峰 m/z 238 的丰度为定量指标测定,专属性强,结果准确。而以氢火焰为检测器测定样品,检出峰较多,相同色谱条件,麝香酮峰有干扰。

超声波提取龙胆多糖的研究

江蔚新,朱正兰

(哈尔滨商业大学药学院,黑龙江 哈尔滨 150076)

龙胆为龙胆科植物条叶龙胆 *Gentiana manshurica* Kitag.、龙胆 *G. scabra* Bunge、三花龙胆 *G. triflora* Pall. 或坚龙胆 *G. rigescens* Franch.

的干燥根及根茎,具有清热燥湿、泻肝胆火的功效,主治湿热黄疸、阴肿阴痒、带下、强中、湿疹搔痒、目赤等症^[1]。龙胆除含有裂环环烯醚萜类和环烯醚萜类