

气相色谱法测定感冒解表口服液中百秋李醇含量的研究

何云珍 孙继军(杭州 310004 浙江省药品检验所)

摘要 目的:建立气相色谱法测定感冒解表口服液中百秋李醇含量的方法。方法:样品经提取挥发油后用气相色谱法测定。色谱条件:以 10%PEG-20M 作固定液,程序升温。以正十八烷为内标,FID 检测。结果:线性范围 0.2~1.7mg、缺味空白无干扰,加样回收率为 97.7%, RSD 为 2.87($n=5$)。结论:用程序升温气相色谱法测定本法简

便,灵敏度高,重现性好,可用于质量控制。

关键词 百秋李醇;气相色谱法;含量测定

Determination of patchouli alcohol in Ganmaojiebiao Oral liquid by the gas - chromatography

He Yunzheng(He YZ),Sun Jijun(Sun JJ)(Zhejiang Provincial Institute for Drug Control, Hangzhou 310004)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To establish a gas chromatography method for the determination of patchouli alcohol in Ganmaojiebiao oral liquid. **METHODS:** The essential oil from the samples was determined by GC method, the chromatographic conditions was as follows: liquid phase 10% PEG - 20M, glass column; making column temperature - programmed run; FID detector. An internal standard method was adopted with n - octadecane as internal standard. **RESULTS:** The method was linear within the range from 0.2 to 1.7mg, the recovery was 97.7%. **CONCLUSION:** This method is simple and highly sensitive, it provide a suitable analysis method for controlling quality of the sample.

KEY WORDS patchouli alcohol, GC, assay

感冒解表口服液由广藿香、紫苏叶、荆芥、防风等组成,含有多挥发油,其中以具有芳香化浊,发表解暑功能的广藿香为主药。广藿香挥发油的成分据报道^[1]主要含有百秋李醇(patchouli alcohol)。本文以正十八烷为内标对感冒解表口服液中所含百秋李醇进行气相色谱定量分析。

1 仪器与试剂

GC - 14B, FID 气相色谱仪(日本岛津)。试剂为石油醚(AR 60 ~ 90℃),对照品为百秋李醇(Patchouli alcohol, 中国药品生物制品检定所,其含量经气相色谱峰面积归一化法测定为 98.2%),内标物为正十八烷(色谱纯)。

2 供试品的制备

取感冒解表口服液 50ml,置 500ml 圆底烧瓶中加入水 50ml,连接挥发油测定器,自测定器上端加适量水使充满刻度部,并溢入烧瓶为止,再加 2ml 石油醚,用电热套缓缓加热提取供试品的挥发油 3h,冷却至室温。将测定器中的石油醚层小心吸出,置 10ml 量瓶中,用石油醚少量多次洗涤测定器,洗液并入 10ml 量瓶中,并加石油醚至刻度,摇匀,精密量取 1ml,加内标液 0.1ml,置 2ml 量瓶中,加石油醚至刻度,摇匀即得。

3 色谱条件

系统适用性试验:10% PEG - 20M 柱,2.1m × 3mm 柱温为 65℃,按 2℃/min 升至 135℃,再按 20℃/min 升至 200℃。以正十八烷作内标,内标与百秋李醇的分离度(R)为 2.4,理论板数按百秋李醇计为 35600。

4 方法学试验

4.1 线性关系的考察

4.1.1 对照品溶液:精密称取百秋李醇对照品适量,

用石油醚溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 4mg。

4.1.2 内标溶液:称取正十八烷适量,用石油醚稀释至 1mg/ml。

4.1.3 线性范围:分别吸取百秋李醇对照液 0.1, 0.2, 0.4, 0.6 和 0.8ml,分别置 2ml 量瓶中,各加内标液 1ml,用石油醚稀释至刻度,注入 1μl 进入气相色谱仪,记录色谱图,测量对照品和内标物的峰面积。以对照品百秋李醇的进样量(mg)为纵坐标,以百秋李醇与内标峰面积之比值为横坐标作图,结果表明百秋李醇在 0.2 ~ 1.7mg 范围内线性回归方程为: $Y = 1.2737X + 0.0082$ (Y 为峰面积比, X 为百秋李醇浓度),相关系数 $r = 0.9995$ 。

4.2 精密度的试验

对同一供试液进样 8 次,对照品与内标峰比值的变异系数为 1.3%。

4.3 空白试验

取不含广藿香的缺味感冒解表口服液,按拟定含量测定法测定,记录色谱图。内标正十八烷与对照品百秋李醇的出峰位置无明显其他峰出现。

4.4 重复性试验

按拟定的含量测定法对同一批样品进行 6 次测定,其平均含量为 49.97mg/100ml, RSD 为 0.7%。

4.5 加样回收试验

取供试品溶液适量,精密加入百秋李醇对照适量,按拟定的含量测定法进行 5 次回收试验,结果见表 1。

5 供试品的测定

取供试品 3 批,按拟定含量测定法测得每批含广藿香以百秋李醇计,分别为 48.71, 49.68 和 50.81mg/100ml。

表1 加样回收率试验结果

供试品中含 百秋李醇 的量(mg)	加入百秋李 醇的量 (mg)	测得百秋李 醇的量 (mg)	回收量 (mg)	回收率(%)
12.4925	12.726	24.6211	12.1286	95.3
12.4925	12.726	24.4923	11.9960	94.3
9.994	9.880	19.9880	9.9106	100.3
9.994	9.880	19.6468	9.6528	97.7
9.994	9.880	19.9142	9.9202	100.4
平均回收率(%)				97.7
RSD				2.87

6 讨论

6.1 为了考察供试品中广藿香挥发油的提取是否完全,取同样量的供试品,用挥发油测定器分别加热提取2,2.5,3,3.5,4和4.5h,依法测定其百秋李醇的量,结果表明提取3h已将供试品中的百秋李醇提取完全。

6.2 文献^[2]中的内标物为十五烷醇,保留时间为

39min,考虑到此时柱温较高,基线漂移影响测定,而正十八烷的保留时间为30min,与百秋李醇峰比较接近,且能完全分开。经缺味空白试验证明,此处无明显其他峰出现并能缩缺分析周期,故选用正十八烷作内标。

6.3 文献^[2]中程序升温为65℃→200℃,每分钟升2℃。本文改为65℃→135℃,每分钟升2℃,然后135→200℃每分钟升20℃,,系考虑到正十八烷与百秋李醇保留时间分别为27和29min,故增大升温速率,可将分析过程从75min缩缺到40min。

参考文献

- 1 广东省测试分析研究所一室,等.科学通报,1977,22(7):318.
- 2 Humphrey AM, Cummings EM, Farley D, et al. Application of Gas-liquid chromatography to the analysis of essential oils. Analyst, 1987, 112(9):1315.

收稿日期:1997-11-20