

气相色谱法测定顺气健胃帖中丁香酚的含量测定

陈树声 俞 聚¹(新昌 312500 浙江新昌药品检验所;¹ 浙江新昌制药厂)

顺气健胃帖主要由丁香、白术、砂仁等药材组成。本文采用气相色谱法测定了顺气健胃帖中丁香酚的含量,方法可靠,重现性好,回收率及线性关系好,为控制产品质量提供了依据。

1 实验部分

1.1 仪器:TECHCOMP7890 气相色谱仪;FID 检测器;气谱柱:10%PEG-20M;UPPER 色谱数据工作站。

1.2 药品与试剂:丁香酚对照品(上海试剂四厂,含量不少于 98.5%),其余试剂为分析纯。

1.3 色谱条件:以 10%PEG-20M 为固定液,载气为氮气,流速:60ml/min;FID 检测器,柱温:125-175℃;汽化室温度:220℃;检测器温度:200℃。

表 1 顺气健胃帖中丁香酚含量(%)

批号	样品重量	丁香酚含量(%)
980626	2.6322	6.81
980627	2.6018	6.66
980628	2.6110	6.76

2 实验结果

2.1 线性范围:精密称取丁香酚标准品 120、364、486、607mg,分别置于 10ml 量瓶中,加乙醚稀释至刻度,分别取 2 μ l 进样,重复 2 次,测定结果取平均值绘制浓度-峰面积线性图。结果表明:在 120-607mg 范围内线性良好,回归方程 $Y = P_{21.30}X - 5967.40$,相关系数 $r = 0.9995$ 。

2.2 标准偏差:重复测定,结果按标准偏差公式计算,标准偏差为 $\delta = 0.059\%$ 。

2.3 含量测定:取样品两份,精密称定,加入 95%乙醇混合超声振荡 20min,用 20ml 左右的乙醇将样品液定量移至 100ml 量瓶中,用三氯甲烷定容至刻度,摇匀,过滤,取续滤液作为供试品。精密称取丁香酚对照品 0.1668g,于 10ml 量瓶中,加三氯甲烷稀释至刻度,摇匀,作对照品溶液,分别取 2 μ l 进样测定,并重复 2 次,取平均值计算含量。

2.4 样品回收率:取 980628 批号样品 5 份,按上述方法测定,结果平均回收率 99.65%;RSD1.02%; $n = 5$ 。