

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 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 仪器与试剂

TECHCOMP7890 气相色谱仪,UPPER 色谱数据工作站。丁香酚对照品(上海试剂四厂,含量不少于 98.5%),桂皮醛对照品(中国药品生物制品检定所),

其余试剂为分析纯。

1.2 色谱条件

色谱柱:以 Chromosorb W(80~100 目)为担体,10% PEG-20M 为固定液,不锈钢色谱柱($\phi 3\text{ mm} \times 2\text{ m}$);柱温 130℃;汽化室温度 220℃;FID 检测器温度 200℃;载气(N_2)流速为 60 ml/min;定量方法:内标法。

在上述条件下,丁香酚与内标物桂皮醛色谱峰的分离度大于 1.5,符合要求。

1.3 线性范围和校正因子的测定

1.3.1 丁香酚对照品溶液的配制 取丁香酚对照品 128 mg 置 50 ml 量瓶中,加正己烷溶解并稀释至刻度。

1.3.2 线性范围 精密吸取丁香酚对照品溶液 1, 2, 3, 4, 和 5 ml, 分别置于 25 ml 量瓶中,各精密加入内标溶液 1 ml,用正己烷稀释至刻度,摇匀。取溶液 1 μ l 色谱进样,测定峰面积,以丁香酚浓度为横坐标,丁香酚与内标物的色谱峰面积比值为纵坐标,绘制标准曲线,计算回归方程: $Y = 9.772 X - 0.2881$, $r = 0.9999$ 。表明丁香酚在 0.062 ~ 0.31 μ g 范围内具有良好的线性关系。

1.3.3 校正因子测定 取桂皮醛适量,精密称定,置 50 ml 量瓶中,加正己烷溶解并稀释至刻度,配成浓度为 7.5 mg/ml 的溶液,作为内标溶液。精密吸取丁香酚对照品溶液 2 ml 于 25 ml 量瓶中,精密加入内标溶液 1 ml,用正己烷稀释至刻度,摇匀。取此溶液 1 μ l 注入气相色谱仪测定,计算校正因子。

1.4 精密度试验

取对照品溶液,重复进样 5 次,对照品与内标峰面积比值的 RSD 为 1.2%。

1.5 重复性试验

按拟定的含量测定方法,对批号 980626 样品进行 5 次测定,计算 5 次含量的 RSD 为 3.0% (< 5.0%)。

1.6 回收率试验

采用加样回收方法,取已知含量(约 62.9 mg/g)的样品加入丁香酚对照品 59.697 mg,进行回收率测定,5

次测定平均值为 99.5%, RSD 为 3.3%。

1.7 样品测定

取样品 2 份约 1 g,精密称定,加硅藻土适量在乳钵中研细后移至具塞锥形瓶中,精密加入 0.2 mol/L 氢氧化钠溶液 20 ml,充分振摇后,超声振荡 20 min,滤过,精密吸取续滤液 2 ml 于 10 ml 离心管中,加入 1.5 mol/L 盐酸 4 ~ 6 滴,调 pH 值到 3 ~ 4,然后加入正己烷 8 ml,振摇,离心,吸取上清液于 25 ml 量瓶中,再加入正己烷 6 ml,如此提取 2 次,合并 3 次提取液于 25 ml 量瓶中,精密加入内标溶液 1 ml,用正己烷稀释至刻度。取溶液 1 μ l,色谱进样,计算含量。批号为 980626, 980627 和 980628 的含量分别为 62.89, 62.93 和 63.30 mg/g。

2 结果与讨论

2.1 丁香酚在许多有机溶剂中极易溶解,在选用乙醇、氯仿和正己烷提取效果上看,正己烷方便效果好,再加之用氢氧化钠溶液预先提取,酸化后再用有机溶剂反提的方法,这样可以减少杂质干扰,而且色谱图中只有 1 个丁香酚色谱峰,同时阴性对照无干扰。

2.2 对于丁香酚的提取,采用离心管中振摇,离心,取上清液的方法可减少乳化现象。

致谢:本文得到中国医学科学院药植所孙载明教授的指导。

收稿日期:1998 - 12 - 16