

气相色谱法测定穴贴定喘膏中麝香酮的含量

吴永霞,狄留庆*,吴皓,徐向彩(南京中医药大学新药及海洋药物研究开发中心,南京 210029)

摘要:目的 用气相色谱法测定穴贴定喘膏中麝香酮的含量。方法 样品用乙醚提取,氯仿溶解定容;HP-50+柱,采用程序升温 150℃~200℃,升温速率 10℃/min;氢火焰离子化检测器(FID),260℃;进样口温度 260℃;载气为 N₂,柱前压 5psi。结果 麝香酮在 5.12~81.84μg/mL 线性良好($r=0.999\ 9$),平均回收率 100.34%,RSD=1.64%。结论 本法简便、快速、准确、重现性好,可作为本制剂的质量控制方法。

关键词:气相色谱;穴贴定喘膏;麝香酮

中图分类号:R917.730.1 文献标识码:B 文章编号:1007-7693(2006)04-0315-02

Determination of muscone in Xuetie Dingchuan plaster by GC

WU Yong-xia, DI Liu-qing*, WU Hao, XU Xiang-cai(Research and Development Center of New Drugs and Marine Medication, Nanjing 210029, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To determine the content of muscone in Xuetie Dingchuan plaster by GC. **METHODS** The sample was extracted with aether and dissolved with chloroform. The contents were assayed by a HP-50+ column with temperature programming which initial temperature was 150℃ and final temperature was 200℃ by rate of 10℃ per minute and detected by hydrogen flame ionization detector(FID) which temperature was 260℃, using nitrogen as the carrier gas. The head pressure was 5 psi. The injector temperature was 260℃. **RESULTS** The standard curve of muscone was linear over the range of 5.12~81.84μg/mL($r=0.999\ 9$). The average recovery was 100.34%, and RSD was 1.64%. **CONCLUSION** The method is proved to be simple, rapid, accurate and reproducible. It can be reliable for the quality control of Xuetie Dingchuan Plaster.

KEY WORDS: GC; Xuetie Dingchuan plaster; muscone

穴贴定喘膏是由人工麝香、元胡、白芥子等组成的复方制剂,具有平喘作用。笔者采用气相色谱法,通过选择最佳分离条件建立了穴贴定喘膏中麝香酮的含量测定方法,为控制本品质量提供参考。该方法具有操作简便、分析快速、准确等优点。

1 仪器与试剂

惠普 HP4890 D型气相色谱仪;麝香酮对照品:中国药品生物制品检定所提供,批号:0719-200006;穴贴定喘膏:由本实验室提供,批号:040718,040720,040722;乙醚、正己烷、氯仿均为国产分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱:HP-50+(Crosslinked 50% PH ME Siloxane), 0.53mm×30m,柱温采用程序升温,初始温度 150℃,维持 4min,以 10℃/min 的速率升至 200℃,恒温 6min;载气为高纯氮气,柱前压 5psi;检测器:FID,260℃;进样口温度:260℃。

2.2 对照品溶液的制备

取麝香酮对照品适量,精密称定,加氯仿制成每毫升含 0.10mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备

取样品约 0.5g,精密称定,用乙醚超声提取两次,20mL·20min/次,乙醚提取液于蒸发皿中挥干,残留物用氯仿溶解转移至 5mL 量瓶中定容,取部分离心,上清液另存备用。

2.4 空白试验

阴性对照溶液的制备:取本品阴性(缺人工麝香)制剂,同供试品溶液的制法制成阴性对照溶液。

吸取麝香酮对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液各 0.5μL,注入气相色谱仪,按确定的条件测定。结果供试品在与对照品色谱峰保留时间相同处有相应的色谱峰,而阴性对照则没有,说明阴性无干扰。

2.5 线性关系考察

精密称取麝香酮对照品,加氯仿溶解,制成每毫升含 0.10

基金项目:江苏省教育厅高新技术产业化课题,课题编号:JH02-103。

作者简介:吴永霞,女,(1979-),山东临沂人,南京中医药大学 2003 级中药学硕士研究生。

*通讯作者:狄留庆,男,(1964-),江苏海安人,主要研究方向:中药制剂新剂型新技术新工艺的研究, Tel: 025-86798226, Email: diluqing928@163.com。

mg的溶液,分别吸取该麝香酮对照品溶液 0.5,1.0,2.0,4.0,8.0mL加氯仿稀释至 10mL,精密吸取上述系列溶液 0.5μL注入气相色谱仪,按确定的条件测定,记录峰面积。以麝香酮浓度 (mg/mL)为横坐标,峰面积积分值为纵坐标,绘制标准曲线。回归方程为 $Y=8.5005 \times 10^6 X - 4990.4$, $r=0.9999$ 。麝香酮在 5.12~81.84μg/mL范围内具有良好的线性关系。

2.6 重复性试验

精密吸取麝香酮对照品溶液 (0.20mg/mL) 0.5μL,按实验条件重复进样 6次,麝香酮峰面积值的 RSD为 1.24% (小于 2%),符合要求。

2.7 稳定性试验

精密吸取同一样品溶液在 0,2,4,6,8h时进样,结果麝香酮峰面积平均值为 203624.3, RSD为 1.71%。

2.8 重现性试验

精密称取小试样品 6份,按样品测定法测定,结果平均值为 255.8μg/g, RSD为 1.47%。

2.9 回收率试验

取已测定含量的样品约 0.5g,精密称定,加入一定量麝香酮对照品 (0.10mg/mL),按样品测定法测定,计算加样回收率,结果见表 1。

表 1 加样回收率测定结果 (n=9)

样品含量	加入量	测得量	回收率	平均回收率	RSD
(μg)	(μg)	(μg)	(%)	(%)	(%)
63.7	51.2	115.2	100.70		
63.6	51.2	113.8	98.21		
63.7	51.2	114.8	99.96		
63.6	63.4	126.9	99.73		
63.7	63.4	127.7	100.87	100.34	1.64
65.0	65.5	132.2	102.68		
63.7	76.7	138.8	97.86		
63.8	76.7	141.0	100.59		
64.2	76.7	142.8	102.44		

2.10 样品测定

按上述方法测定 3批样品及人工麝香中的麝香酮含量,人工麝香中麝香酮含量为 3.55% (RSD为 0.81%),三批样品的含量测定结果见表 2。

表 2 样品中麝香酮含量测定结果 (n=3)

批号	麝香酮含量 (mg/g)	RSD(%)	人工麝香转移率 (%)
040718	0.275	0.79	89.14
040720	0.270	2.24	87.52
040722	0.274	0.76	88.82

3 讨论

3.1 麝香酮易溶于乙醇、乙醚等有机溶剂,文献报道^[1-4]的提取定容溶剂有无水乙醇、乙醚、正己烷、苯等。考虑到无水乙醇提取溶解出的不挥发性物质较多,易污染色谱柱,而苯毒性较大,本实验室在进行提取溶剂考察时比较了乙醚和正己烷的提取效率,结果以乙醚提取较充分;在比较溶解定容溶剂时,考虑到乙醚挥发较快,会影响含量测定,比较了正己烷和氯仿作为溶解定容的溶剂,结果以氯仿为好。最终选择乙醚提取,提取液挥干,残留物用氯仿溶解定容。

3.2 试验比较了索氏提取和超声提取的提取率,结果两者差异不大,考虑到操作的方便性,故选用超声提取,并对超声提取进行了提取次数考察,结果提取两次即可 (20mL·20min/次)。最终样品处理方法定为乙醚超声提取两次 (20mL·20min/次),提取液挥干,残留物用氯仿溶解定容。

3.3 本制剂除麝香酮外,还有许多其他的挥发性成分,故采用了程序升温,使之与其他成分达到较好的分离,方法简便、快速、准确、重现性好,可作为本制剂的质量控制方法。

参考文献

[1] 李玲玲.大圣宝丹中麝香酮的气相色谱法分析[J].中成药, 2003, 25(9): 768-769.

[2] 蒋道英,蒋婉娟.贝羚胶囊中麝香酮气相色谱定量测定[J].中成药, 1998, 20(4): 14-15.

[3] 闫宏远,周建科,杨更亮,等.安宫牛黄胶囊中麝香酮含量测定[J].河北大学学报(自然科学版), 2004, 24(1): 55-57.

[4] 吴银生.六神丸质量标准的研究[J].南京中医药大学学报(自然科学版), 2002, 18(4): 232-233.