

穿琥宁中有机溶剂残留量的 GC 测定

苏彦斌¹, 张凤荣^{2*}, 苏彦文¹, 付东升³ (1. 吉林化工学院, 吉林 132022; 2. 吉林省药品检验所, 吉林 长春 130062; 3. 辽宁中医学院, 沈阳 110032)

摘要:目的 建立穿琥宁中乙醇、吡啶的 GC 含量测定法。方法 采用 DB-FFAP 毛细管柱为固定相。结果 乙醇、吡啶在 20~200 $\mu\text{g/mL}$ 范围内线性良好, 平均回收率分别为 99.6% 和 100.3%, RSD 分别为 3.9%、3.3%。结论 本法简便、灵敏。

关键词:穿琥宁; 有机溶剂残留量; 乙醇; 吡啶; 毛细管气相色谱

中图分类号: R917.799.5 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2006)07-0648-02

Determination of Residual Organic Solvents in Potassium Dehydroandrographolide Succinate by gas Chro-

SU Yan-bin¹,ZHANG Feng-rong^{2*},SU Yan-wen¹,FU Dong-sheng³(1. Jilin College of Chemical Engineering, Jilin 132022; 2. Jilin Provincial Institute for Drug Control, Changchun 130062, China;3. The Collage of the Traditional Medicine in Liaoning, Shenyang 110032, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE A GC method for the determination of residual organic solvent ——ethanol, pyridine in Potassium Dehydroandrographolide Succinate was established. **METHODS** A DB-FFAP capillary column was used with FID detector. **RESULTS** The calibration curve were linear in the range of 20 ~200 $\mu\text{g/mL}$ with r of 0.9945 and 0.9997, respectively. The average recovery were 99.6% and 100.3% with RSD of 3.9% and 3.3%, respectively. **CONCLUSION** The method is simple,sensitive. **KEY WORDS:** Potassium Dehydroandrographolide Succinate;residual organic solvents;ethanol;pyridine;gas chromatography

穿琥宁(potassium Dehydroandrographolide succinate)是由穿心莲提取物穿心莲内酯经酯化、脱水、成盐而制成的,化学名称为 14-脱氢-11,12-二脱氢穿心莲内酯-3,19-二琥珀酸半酯单钾盐,主要用于治疗病毒性肺炎,病毒性上呼吸道感染等。其生产工艺中使用了有机溶剂乙醇、吡啶,本文采用气相色谱外标法测定穿琥宁中乙醇、吡啶的残留量,操作简便,重现性好。

1 仪器与试药

AUTO-9000 型气相色谱仪(美国 PE 公司),1022 色谱工作站;穿琥宁供试品(长春迈灵生物工程有限公司,批号:20030501、20030502、20030503);水为无有机物的蒸馏水,所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

以 DB-FFAP 毛细管柱(30m × 0.25mm × 0.25 μm)为固定相,柱温:120℃,进样口温度:180℃,检测器:FID,温度:250℃,载气:氮气,流量:1mL/min,空气 450mL/min,氢气 45mL/min;灵敏度:1;分流比:80:1;进样量 1 μL 。在该色谱条件下,乙醇、吡啶的保留时间分别约为 2.05 和 2.56min,理论塔板数分别为:46450、26985。乙醇和吡啶的分离度为 1.9。

2.2 线性关系与检测限

精密量取乙醇、吡啶 63 μL 、51 μL (分别约相当于乙醇、吡啶各 50 mg),置 50mL 量瓶中,加水适量,振摇使充分溶解、

定容,摇匀。精密量取 0.5、1、2、4、5mL 置各 25mL 量瓶中,加水定容,摇匀。取 1 μL 注入气相色谱仪。以浓度 C 为横坐标,峰面积 A 为纵坐标,回归,得乙醇的回归方程: $A = 13459.5 + 1844.79 C, r = 0.9945$,线性范围为:20 ~200 $\mu\text{g/mL}$;吡啶的回归方程 $A = 4159.8 + 3245.97 C, r = 0.9997$,线性范围为:20 ~200 $\mu\text{g/mL}$ 。取对照品液不断稀释后进样,按 $S/N = 3:1$ 测得乙醇、吡啶的检测限分别为 2、3ng/mL。

2.3 精密度实验

取对照品溶液(含乙醇、吡啶分别为 100、20 $\mu\text{g/mL}$)连续测定 6 次,测得乙醇 A 的 RSD 为 4.2%,吡啶 A 的 RSD 为 3.5%。结果表明精密度较好。

2.4 回收率试验

精密称取穿琥宁(批号:20030506)0.5g 置具塞试管中,精密加入对照溶液(含乙醇、吡啶 80 $\mu\text{g/mL}$)10mL,振摇使溶解,摇匀。取 1 μL 注入气相色谱仪,测定两种溶剂的 A 值,计算回收率。结果乙醇、吡啶的平均回收率分别为 99.6%、100.3%,RSD 分别为 3.9%、3.3%($n = 5$)。

2.5 样品测定

精密称取穿琥宁 0.5g,置具塞试管中,精密加水 10mL,振摇 5min,摇匀,取上清液作为供试品溶液。另配制含无水乙醇 50 $\mu\text{g/mL}$ 、含吡啶 10 $\mu\text{g/mL}$ 的溶液作为对照品溶液,按该色谱条件测定样品三批,结果供试品溶液未检出被测的有机溶剂。