

GC 测定七味广枣胶囊中丁香酚的含量

冯国庆*, 白音夫, 党晓菊, 周长凤, 顾 铠
(内蒙古中蒙医研究所, 内蒙古 呼和浩特 010020)

[摘要] 目的: 建立七味广枣胶囊的含量测定方法。方法: 用气相色谱法对方中丁香的指标成分丁香酚进行定量分析。采用 10% PEG-20M Chromosorb WAW-DMCS(60~ 80) ϕ 3 mm \times 2 m 不锈钢柱; 柱温: 180 $^{\circ}$ C; 汽化室温度: 230 $^{\circ}$ C; 气体流速: 氮气 50 mL \cdot min $^{-1}$; 氢气 50 mL \cdot min $^{-1}$; 空气 500 mL \cdot min $^{-1}$; 检测器: FID。结果: 丁香酚进样量在 0.77~ 10.88 μ g 范围内呈线性关系($r=0.999\ 1$)。平均加样回收率为 99.2% (RSD= 2.68%)。

[关键词] 蒙成药; 七味广枣胶囊; 气相色谱; 丁香酚; 含量测定

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2009)12-0030-02

蒙成药七味广枣是由广枣、肉豆蔻、丁香等 7 味药材组成的复方制剂, 具有养心益气、安神的功效, 主要用于胸闷疼痛、心悸气短、心神不安、失眠健忘的治疗^[1]。七味广枣胶囊是采用物理化学方法提取精制的一个新型复方制剂, 为了确保其疗效和药品质量, 我们采用气相色谱法测定处方中丁香酚的含量, 以控制七味广枣胶囊的质量。

1 仪器与试剂

日本岛津 GC-9A 气相色谱仪, FID 检测器, C-R3A 数据处理仪, 丁香酚对照品由中国生物制品检定所提供(批号 0725-9910), 七味广枣胶囊由内蒙古中蒙医研究所药物实验室提供。甲苯、乙酸乙酯均为分析纯, 水为自制新鲜重蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件^[2] 10% PEG-20M Chromosorb WAW-DMCS(60~ 80) ϕ (3 mm \times 2 m) 不锈钢柱; 柱温: 180 $^{\circ}$ C; 汽化室温度: 230 $^{\circ}$ C; 气体流速: 氮气 50 mL \cdot min $^{-1}$; 氢气 50 mL \cdot min $^{-1}$; 空气 500 mL \cdot min $^{-1}$; 检测器: FID。丁香酚对照品在此条件下的保留时间: 5.89 min; 对照品及样品中丁香酚的理论塔板数 > 2 000。

2.2 含量测定

2.2.1 丁香酚对照品溶液制备 精密称取丁香酚对照品 0.194 3 g, 置 25 mL 量瓶中, 加醋酸乙酯溶解并稀释至刻度, 精密吸取 2 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加醋

酸乙酯稀释至刻度, 即得 1.55 mg \cdot mL $^{-1}$ 的标准溶液。

2.2.2 供试液的制备 称取七味广枣胶囊内容物约 1 g, 精密称定, 置 50 mL 锥形瓶中, 加入 20 mL 水, 再加入 20 mL 甲苯, 加热回流 1 h, 放置至室温, 分取甲苯液, 置 25 mL 量瓶中, 水液用适量甲苯洗涤, 洗涤液与甲苯提取液合并, 加甲苯稀释至刻度, 即得。

2.2.3 阴性对照品溶液制备 按处方制备不含丁香药材的样品, 同法制成阴性对照品溶液, 备用。

2.2.4 空白干扰试验 取阴性对照品、丁香酚对照品和供试品溶液, 在上述色谱条件下进行测定。结果表明阴性对照溶液对样品溶液的测定无干扰。而且丁香酚与其他组分可达到完全分离。见图 1。

2.2.5 标准曲线的制备 分别精密吸取丁香酚对照品溶液 0.5, 1, 3, 5, 7 μ L 进样, 按上述色谱条件测定峰面积, 以峰面积值为纵坐标, 丁香酚量为横坐标绘制标准曲线, 并计算回归方程 $Y=1\ 163.54X+24.29$, $r=0.999\ 2$, 结果表明丁香酚在 0.77~ 10.88 μ g 范围内呈线性关系。

2.2.6 精密度试验 精密吸取供试品(批号 980531)溶液 2 μ L, 分别进样, 重复 5 次, 测定峰面积 (RSD= 2.61%)。

2.2.7 稳定性试验 精密吸取供试品溶液 2 μ L, 按供试品测定方法每隔 0.5 h 测定一次, 测定 5 次, 后每隔 1 h 测定 1 次, 测定 2 次, 观察峰面积变化情况, 结果表明供试样品溶液在 4 h 内保持稳定。

2.2.8 重复性试验 精密称取同一批次样品 5 份, 按供试品溶液制备项下依法制成供试品溶液, 依法测定 (RSD= 1.86%)。

[收稿日期] 2009-04-02

[通讯作者] * 冯国庆, Tel: (0471) 6921578; E-mail: fengq305@sina.com

利用乙醇作溶剂并采用超声振荡溶解的方法,可以解决强的松龙在水中不溶的问题,以便进行测定。利用一阶导数紫外光谱法可以有效地消除背景吸收的干扰,直接测定制剂中盐酸麻黄碱的含量,平均回收率为 99.94%,RSD 为 1.48%,24 h 稳定性试验证明测定结果不受时间影响,说明该分析方法准确、灵敏、重复性好,为含有盐酸麻黄碱的复方制剂中盐酸麻黄碱的分析测定提供了一个可借鉴的方法。

[参考文献]

- [1] 陈新谦,金有豫. 新编药理学[M]. 北京:人民卫生出版社,2003:404.
- [2] 李发美. 分析化学[M]. 北京:人民卫生出版社,2003:213-216.
- [3] 王文冈,恽榴红,王 睿,等. 二阶导数紫外分光光度法测定酒石酸美托洛尔体外经皮渗透量[J]. 中国药房,2002,16(18):1379-1381.