

毛细管气相色谱法测定藿香正气水中百秋李醇的含量

刘珍清*, 刘颖, 卢建秋
(北京中医药大学, 北京 100029)

[摘要] 目的: 建立毛细管气相色谱测定藿香正气水中君药广藿香中百秋李醇含量的方法。方法: 样品经萃取后用毛细管气相色谱法测定。色谱条件: HP-5 色谱柱(30 m × 0.32 mm, 0.25 μm); 程序升温 初始温度 170 °C, 保持 3 min, 以 1 °C·min⁻¹ 的速度升至 182 °C, 保持 1 min, 再以 60 °C·min⁻¹ 的速度升至 275 °C, 保持 5 min, 进样口温度 280 °C, 检测器 280 °C, 氮气流速 0.6 mL·min⁻¹。以正十八烷为内标, 氢火焰离子化(FID)检测器。结果: 百秋李醇在 0.041 1~ 0.411 2 mg·mL⁻¹ 浓度范围内, 峰面积与内标峰面积之比值与浓度呈良好的线性关系($Y = 2.94X + 0.0128, r = 0.9992$); 平均回收率为 97.67%, RSD = 1.48% (n = 6)。结论: 方法准确、简便、灵敏、快速。

[关键词] 毛细管气相色谱法; 藿香正气; 百秋李醇

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2009)12-0018-03

Determination of Patchouli Alcohol in Huoxiangzhengqi Liquid by Capillary Gas Chromatography

LIU Zhen-qing, LIU Ying, LU Jian-qiu

(Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 100029, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a capillary gas chromatography (GC) method for the determination of patchouli alcohol in Huoxiangzhengqi Liquid. **Methods:** The samples was determined by capillary GC, the chromatographic system was as follows: A column (30 m × 0.32 mm × 0.25 μm) was used Column temperature was controlled by programming: the initial temperature 170 °C, held for 3 min, and then rose at a rate of 1 °C·min⁻¹ up to 182 °C for 1 min, finally, rose at a rate of 60 °C·min⁻¹ up to 275 °C, holding for 5 min. The inlet temperature and the detector temperature were 280 °C. The flow rate of carrier gas(Nitrogen) was 0.6 mL·min⁻¹ and n-octadecand was used as internal standard. Results: A good linearity was obtained in the range of 0.041 1~ 0.411 2 mg·mL⁻¹, $Y = 2.94X + 0.0128, r = 0.9992$. The average recovery was 97.67% with a RSD of 1.48% (n = 6). **Conclusion:** This method is simple and accurate. It can be used for the quality control of Huoxiangzhengqi Liquid.

[Key words] capillary GC; Huoxiangzhengqi; patchouli alcohol

藿香正气水主要由广藿香、紫苏叶、苍术、厚朴(姜制)、陈皮、茯苓、大腹皮、白芷、生半夏、甘草 10 味药组成, 具有解表化湿, 理气和中的功效。其质量标准中采用高效液相色谱法测定厚朴酚与和厚朴酚的含量^[1], 本文采用内标、毛细管气相色谱法测定藿

香正气水中君药广藿香中百秋李醇的含量, 提高质量标准, 能更好地控制该药品质量。

1 仪器与试剂

Agilent-6890N 气相色谱仪(美国 Agilent 公司), 检测器为 FID。百秋李醇对照品(批号 110772-200404, 含量测定用, 中国药品生物制品检定所)。正己烷(色谱纯, 天津市西华特种试剂厂)、正十八烷(色谱纯, 德国 MERCK 公司)。市售藿香正气水样品。乙醚、无水硫酸钠、氢氧化钾等试剂或试药均为

[收稿日期] 2009-04-20

[通讯作者] * 刘珍清, Tel: (010) 64286412; E-mail: lzq9876@sina.com

分析纯。高纯 N₂(99.999%), 高纯 H₂(99.999%), 干燥空气。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: HP-5 弹性石英毛细管柱 (30 m × 0.32 mm, 0.25 μm), 程序升温: 初始温度 170 °C, 保持 3 min, 以 1 °C·min⁻¹ 的速度升至 182 °C, 保持 1 min, 再以 60 °C·min⁻¹ 的速度升至 275 °C, 保持 5 min, 进样口温度 280 °C, 检测器温度 280 °C, 流速 0.6 mL·min⁻¹, 分流比 20: 1, 以正十八烷为内标, FID 检测器。

2.2 内标溶液的制备 精密称取正十八烷置 10 mL 量瓶中, 加正己烷溶解并稀释至刻度, 配成浓度为 15.0 mg·mL⁻¹ 的内标溶液。

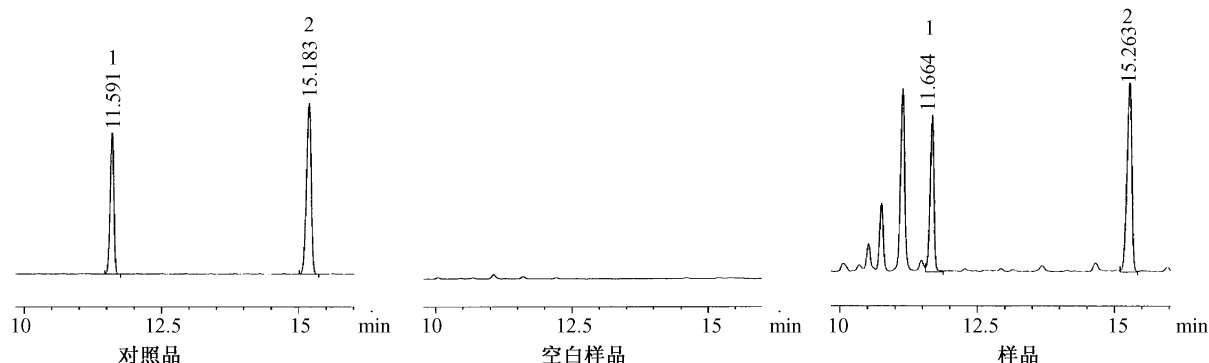


图1 百秋李醇 GC 色谱图

1. 百秋李醇; 2. 正十八烷

2.6 线性关系考察 精密吸取百秋李醇对照品溶液 (1.028 mg·mL⁻¹) 0.2, 0.5, 1, 1.5, 2 mL, 置 5 mL 量瓶中, 精密加入内标溶液 1.0 mL, 加正己烷至刻度, 摇匀, 吸取 1 μL 注入气相色谱仪, 按色谱条件分别进行测定, 以百秋李醇与内标峰面积之比为纵坐标, 百秋李醇浓度为横坐标, 绘制标准曲线, 计算得回归方程: $Y = 2.94X + 0.0128$, $r = 0.9992$, 结果表明百秋李醇浓度在 0.0411 ~ 0.4112 mg·mL⁻¹ 范围内呈良好的线性关系。

2.7 精密度试验 精密吸取百秋李醇对照品溶液 1.5 mL 置 5 mL 量瓶中, 精密加入内标溶液 1.0 mL, 加正己烷至刻度, 摇匀, 连续进样 5 次, 测定百秋李醇峰面积与内标物峰面积的比值, 结果 RSD = 1.30%, 表明精密度良好。

2.8 稳定性试验 精密吸取 2.4 项供试品溶液 1 μL, 分别于配制后 0, 2, 4, 8, 12, 24 h 进行稳定性测定, RSD = 1.83%, 说明该溶液在 24 h 内基本稳定。

2.9 重复性试验 取同一批号的样品共 5 份, 每份精密吸取 15 mL, 分别按样品含量测定方法进行测

2.3 对照品溶液的制备 精密称取百秋李醇对照品置 10 mL 量瓶中, 精密加入 1 mL 内标溶液, 加正己烷溶解并稀释至刻度, 此溶液作为对照品溶液, 浓度为 1.028 mg·mL⁻¹。

2.4 供试品溶液的制备 精密量取藿香正气水 15 mL, 乙醚萃取 3 次, 每次 20 mL, 合并萃取液, 挥尽乙醚, 加少量无水硫酸钠, 用正己烷洗涤器皿并转移至 5 mL 量瓶中, 精密加入 1 mL 内标溶液, 加正己烷至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

2.5 空白样品的干扰试验 取不含广藿香的空白样品 15 mL, 按供试品溶液的制备方法萃取, 依法测定, 结果空白样品在百秋李醇峰保留时间处无干扰。见图 1。

定, 结果藿香正气水中百秋李醇的平均含量为 0.0719 mg·mL⁻¹, RSD = 1.44%, 表明本法具有良好的重复性。

2.10 检出限 取对照品溶液逐步稀释, 当 S/N 约等于 3 时, 百秋李醇的浓度为 251 ng·mL⁻¹。

2.11 加样回收率试验 精密吸取已知含量的样品 (批号 6140785) 7.5 mL, 共 6 份, 每份样品中百秋李醇含量为 0.5310 mg, 分别精密加入百秋李醇对照品溶液 (0.57 mg·mL⁻¹) 1 mL, 按样品含量测定方法操作, 测定百秋李醇含量, 计算回收率, 结果见表 1。

表1 加样回收率试验 (n = 6)

序号	测得百秋李醇量(mg)	回收率(%)	平均值(%)	RSD(%)
1	1.0831	96.86		
2	1.0885	97.81		
3	1.0930	98.59		
4	1.0749	95.43	97.67	1.48
5	1.0879	97.70		
6	1.0990	99.66		

2.12 样品含量测定 取不同批号的样品,分别按供试品溶液制备方法制备,吸取 1mL 注入气相色谱仪,按上述色谱条件分别进行测定,计算即得。结果见表 2。

表 2 样品中百秋李醇含量测定结果

批号	平均含量(mg·mL ⁻¹)	RSD(%)
6140785	0.070 8	1.44
6140790	0.064 3	0.78
6141159	0.069 2	1.52

3 讨论

藿香正气水方中广藿香为君药,广藿香主要含挥发油(约占 2~ 2.8%),其中百秋李醇为主要成分,因此检测藿香正气水中广藿香的百秋李醇含量对评价其品质有重要意义。本文采用毛细管气相色谱法测定了藿香正气水中百秋李醇的含量,对藿香正气水制剂含量测定方法的完善有实用价值。

因藿香正气制剂中含挥发性成分较多,严重干扰百秋李醇含量测定,为防止样品处理过程中百秋李醇损失或提取不完全,采用了挥发油提取、萃取等多种方法,最后选用乙醚萃取法,低温蒸发,结果可靠。

气相色谱法具有供试品制备简单,检测灵敏度,准确度较高的特点,是检测百秋李醇含量较理想的方法。本文建立的气相色谱法测定藿香正气水中百秋李醇的含量方法学考察结果表明:方法准确可靠,简便可行,能够很好的控制藿香正气水君药广藿香中百秋李醇的含量。

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部,北京:化学工业出版社,2005:661.