

• 质量标准 •

气相色谱法测定人工麝香中麝香酮的含量

唐洪梅^{1*}, 黄樱华¹, 李得堂², 刘亚敏¹

(1. 广州中医药大学第一附属医院, 广东 广州 510405; 2. 广州中医药大学, 广东 广州 510405)

[摘要] 目的: 建立人工麝香中麝香酮的含量测定方法。方法: 色谱柱为 HP-5 柱 (30 mm × 0.32 mm × 0.25 μm), 以交联 5% 苯基甲基聚硅氧烷为固定相; 柱温采用程序升温: 起始 120 °C, 10 °C·min⁻¹ 升至 180 °C, 保持 16 min; 气化温度: 250 °C; 检测器温度: 280 °C; 进样量 1 μL, 分流比为 2:1; 流速为 1.3 mL。结果: 麝香酮浓度在 (0.04~0.64) mg/mL 范围内线性关系良好, 相关系数 $r = 0.9994$, 加样回收率为 97.96%, RSD 为 2.13%。结论: 麝香酮含量可作为人工麝香质量的控制指标之一。

[关键词] 麝香酮; 含量测定; 气相色谱法

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2007)09-0004-02

麝香是我国中医临床常用名贵药材, 具有开窍醒神、活血通经、消肿止痛等特殊功能。由于麝资源的不足, 远远不能满足许多名贵中成药 (包括急救药) 的生产及临床用药。卫生部 1993 年批准人工麝香按中药一类新药批准试生产, 代替天然麝香使用^[1]。麝香酮是人工麝香的主要有效成分, 具有挥发性, 含量测定多采用气相色谱法^[2]。本研究采用 GC 法对麝香酮进行定量分析, 作为人工麝香质量的控制指标之一。

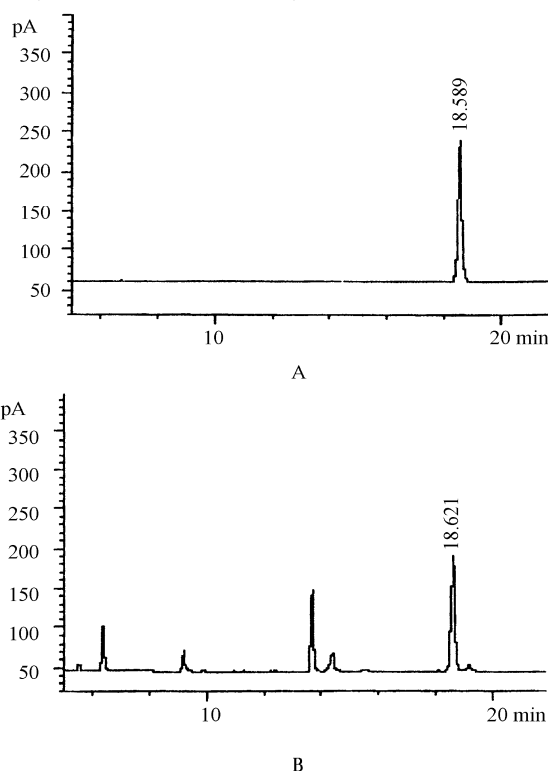
1 仪器与试剂

6890N 气相色谱仪 (安捷伦): 色谱柱为 HP-5 柱 (安捷伦); FID 检测器; 高纯氮 (纯度 99.999% 以上)。3 批人工麝香购自广东省致信中药饮片有限公司 (规格: 0.2g/支; 批号: 050105; 050323; 050408)。麝香酮对照品 (中国药品生物制品检定所提供, 批号: 110719-200409), 其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: HP-5 柱 (30 mm × 0.32 mm, 0.25 μm) 以交联 5% 苯基甲基聚硅氧烷为固定相; 柱温采用程序升温: 起始 120 °C, 10 °C·min⁻¹ 升至 180 °C, 保持 16 min; 气化温度: 250 °C; 检测器温

度: 280 °C; 进样量 1 μL, 分流比为 2:1; 流速为 1.3 mL。在此条件下, 理论板数按麝香酮峰计算, 大于 100 000, 分离度均大于 1.5, 结果见图 1。



A 为麝香酮对照品 B 为人工麝香样品

图 1 人工麝香的 GC 图谱

2.2 对照品溶液的制备 取麝香酮对照品, 精密称定, 用无水乙醇溶解配制成每 1 mL 含 0.4 mg 的溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取本品研细, 取 0.15 g, 精密称定, 精密加入无水乙醇 5 mL, 密塞, 振摇, 放

[收稿日期] 2006-11-20

[基金项目] 国家自然科学基金青年资助项目 (30400580); 广东省中医药管理局资助项目 (1040025)

[通讯作者] * 唐洪梅, Tel: (020) 88267836; E-mail: Tanghongmei2000@163.com

置 1 h, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液。

2.4 线性关系考察 精密称取麝香酮对照品 40 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加无水乙醇溶解并稀释至刻度, 配制成每 1 mL 含 0.8 mg 的对照品溶液。分别精密吸取麝香酮对照品溶液各 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加无水乙醇稀释至刻度。按上述色谱条件进样测定, 以峰面积为纵坐标, 以浓度($\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$)为横坐标, 计算回归方程。麝香酮回归方程为 $Y = 3883.1X + 33.5382$, $r = 0.9994$, 表明麝香酮浓度在(0.04~0.64) $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 范围内呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验 取同一对照品溶液 1 μL , 重复进样 5 次, 结果峰面积平均值为 1698.340, RSD 为 1.70%, 表明精密度良好。

2.6 稳定性试验 对同一对照品溶液, 分别在 0, 2, 4, 8, 16 h 进样, 结果峰面积平均值为 1688.194, RSD 为 1.38%, 表明在 16 h 内较稳定。

2.7 重复性试验 取同批样品 5 份, 按供试品溶液的制备及测定项下方法平行试验, 测得样品中麝香酮的含量为 0.95%, RSD 为 2.04%。

表 1 加样回收率试验结果

样品量 (mg)	对照品加 入量(mg)	测得总量 (mg)	回收率 (%)	平均回收 率(%)	RSD (%)
0.840	0.840	1.660	97.62		
0.886	0.840	1.713	98.45		
0.809	0.840	1.611	95.48	97.98	2.14
0.842	0.840	1.658	97.14		
0.903	0.840	1.753	101.19		

2.8 加样回收率试验 精密称取已知含量的本品细粉约 0.09 g, 分别精密加入一定量的对照品, 按供试品溶液的制备及样品测定项下操作, 结果见表 1。

2.9 样品的测定 吸取供试品溶液 1 μL , 注入气相色谱仪中, 依法测定峰面积, 按外标法计算含量, 3 批样品含量测定结果为 0.91, 0.73, 0.93%。

3 讨论

麝香酮是麝香的主要活性成分之一。《中国药典》“天然麝香”项下规定麝香酮含量不能低于 2.0%^[3], 本次测定的 3 批人工麝香样品含量均值为 0.86%, 远低于天然麝香的麝香酮含量。人工麝香配方工艺严格保密^[4], 质量标准(人工麝香的麝香酮含量限度)也未见文献报道。

GC 法测定人工麝香中麝香酮, 线性关系及重复性良好, 方法稳定, 可作为人工麝香的质量控制指标之一。

[参考文献]

- [1] 朱秀媛, 高益民, 李世芬, 等. 人工麝香的研制[J]. 中成药, 1996, 16(7): 38.
- [2] 张皓冰, 何昱, 贾国惠, 等. 气相色谱/质谱(GC/MS)联用技术对麝香的多成分含量分析[J]. 中成药, 2002, 24(11): 868.
- [3] 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. 266-267.
- [4] 潘学田, 杨甲禄. 人工麝香试生产并投入临床使用[J]. 中药新药与临床药理 1995, 6(1): 15.