

GC 法测定塞疏胶丸中 α -亚麻酸乙酯的含量

王 威¹, 闫喜英¹, 李振宝¹, 刘继华¹, 王永奇¹, 尹 凯²

(1 吉林省中医中药研究院, 长春 130021; 2 沈阳富东制药有限公司, 沈阳 110041)

关键词: GC; 塞疏胶丸; α -亚麻酸乙酯

中图分类号: R284.1 文献标识码: D 文章编号: 1005-9903(2000)04-0012-02

塞疏胶丸系唇形科植物紫苏 *Perilla frutescens* (L.) Britt. 的干燥成熟果实中提取的有效部位制剂, 具有平肝理气, 通络祛痰之功能, 用于治疗中风急性期中经络风痰瘀血、痹阻脉络证。为有效地控制该制剂的质量, 采用十七碳酸乙酯为内标, 气相色谱法对其有效成分 α -亚麻酸乙酯进行了含量测定。

1 仪器与材料

日本岛津 GC-14A 气相色谱仪; C-R4A 数据处理机。塞疏胶丸: 本实验室自制。 α -亚麻酸乙酯: 本实验室自制, 并经 MS、¹H-NMR 和 ¹³C-NMR 鉴定为 9, 12, 15-octadecatrienoic acid ethylester^[1,2], 气相色谱峰面积归一化法测得纯度为 100%; 十七碳酸乙酯: Sigma 公司产品; 所用试剂均为分析纯。

2 色谱条件

丁二酸二乙二醇聚酯(DEGS)为固定相涂布于 Chromosorb. W (60~ 80 目)上, 涂布

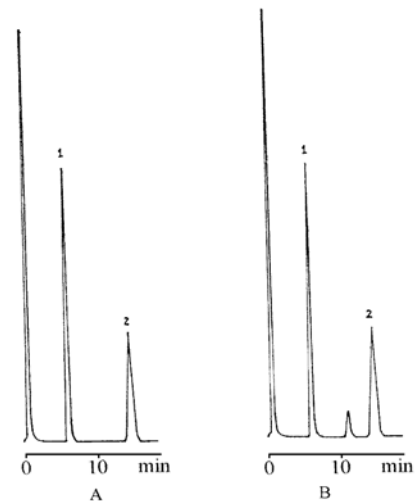


图 1 气相色谱图

A. 对照品+内标 B. 供试品+内标

1. 内标物 2. α -亚麻酸乙酯

浓度 15%, 柱长 2m, 内径 3mm, 柱温 182℃。氢火焰离子化检测器(FID), 检测器温度 215℃。进样口温度 250℃。氮气流速 30ml/min, 氢气流速 45ml/min, 空气流速 500ml/min。在本实验的色谱条件下, 色谱图见图 1, 理论塔板数以 α -亚麻酸乙酯峰计算不低于

3000, α -亚麻酸乙酯峰和十七碳酸乙酯峰均与相邻组分色谱峰得到完全分离, 分离度 $R > 1.5$ 。

3 溶液配制

3.1 对照品溶液的配制 取 α -亚麻酸乙酯适量, 精密称定, 加正己烷制成每 1ml 约含 2mg 的溶液, 作为对照品溶液。

3.2 内标溶液的配制 取十七碳酸乙酯适量, 精密称定, 加正己烷制成每 1ml 约含 2mg 的溶液, 作为内标溶液。

3.3 供试品溶液的配制 取塞疏胶丸内容物适量, 精密称定, 加正己烷制成每 1ml 约含 2.5mg 的溶液, 作为供试品溶液。

4 方法与结果

4.1 定量校正因子测定 精密量取对照品溶液 0.8、1.0、1.2ml 分别置于具塞刻度试管中, 吹干, 精密加入正己烷至 1.0ml, 精密加入内标溶液 1.0ml, 摇匀。分别进样测定 3 次, 每次 1 μ l, 测得定量校正因子为 1.100, $RAD = 1.11\%$ ($n = 9$)。

4.2 标准曲线的绘制 精密量取对照品溶液 0.4、0.8、1.2、1.6、2.0ml 分别置于具塞刻度试管中, 吹干, 精密加入正己烷至 1.0ml, 精密加入内标溶液 1.0ml, 摇匀。分别进样测定, 每次 1 μ l。以 α -亚麻酸乙酯浓度为横坐标, α -亚麻酸乙酯与内标峰面积之比为纵坐标进行线性回归。结果表明 α -亚麻酸乙酯浓度在 0.4292~2.1460mg/ml 范围内呈良好的线性关系, 其线性回归方程为 $Y = 0.88732x + 0.00026$, $r = 0.9999$ 。

4.3 精密度和重现性试验 对同一样品连

续测定 6 次, 测得 α -亚麻酸乙酯的平均含量为 0.7884g/g, $RSD = 0.53\%$ 。对同一批号样品依法独立测定 6 次, 测得 α -亚麻酸乙酯的平均含量为 0.7790g/g, $RSD = 0.96\%$ 。

4.4 加样回收率试验 精密量取已知含量的供试品溶液 0.5ml 6 份, 分别精密加入 α -亚麻酸乙酯对照品溶液 0.5ml 和内标溶液 1.0ml, 摇匀, 量取 1 μ l 进样, 结果见表 1。

表 1 加样回收率测定结果

编号	样品量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)
1	0.997	1.073	2.108	103.54
2	0.997	1.073	2.064	99.44
3	0.997	1.073	2.039	97.11
4	0.997	1.073	2.107	103.45
5	0.997	1.073	2.120	104.66
6	0.997	1.073	2.010	94.41

$\bar{x} = 100.44\%$
 $RSD = 4.10\%$

4.5 样品测定 精密量取供试品溶液和内标溶液各 1.0ml。摇匀, 量取 1 μ l 进样。依法测定 5 个不同批号的样品。 α -亚麻酸乙酯的含量分别为 0.7999, 0.7513, 0.7775, 0.7759, 0.7982g/g。

参考文献:

- [1] Frangulyan G A, Komkov A V, Prokof'ev E P, et al. Polyunsaturated fatty acids of the α -linolenic series from insulin production wastes [J]. Chemistry of Natural Compounds, 1987, 23(2): 168.
- [2] 刘冬, 王艳芳. 亚麻子油中高纯度 α -亚麻酸甲酯的制备[J]. 中草药, 1993, 24(12): 659.