

● 方药研究 ●

气相色谱法测定麝香祛风湿油中水杨酸甲酯含量

宋友昕 徐洪水 虞金宝 吕武清

(江西省中医药研究院 南昌 330077)

摘要 :目的 :建立麝香祛风湿油含量测定方法。方法 :以联苯为内标 ,采用气相色谱法测定水杨酸甲酯的含量。结果 :峰面积在 5h 内稳定 ,回收率为 99.43% ,精密度 RSD 为 1.40% ,重复性实验 RSD 为 2.13%。结论 :建立了麝香祛风湿油中水杨酸甲酯含量测定方法 ,且方法稳定、简便可行。

关键词 :气相色谱法 ;水杨酸甲酯 ;麝香祛风湿油 ;联苯 ;含量测定 ;质量控制

中图分类号 :R917

文献标识码 :B

文献编号 :1671-4040(2004)06-0079-01

麝香祛风湿油由麝香、冬青油、丁香罗勒油、血竭、没药、乳香等药组成,收载于《中华人民共和国卫生部药品标准·中药成方制剂》第 20 册,具有祛风、活血、消肿、止痛的功效。因标准无含量测定,不能有效的控制产品质量,故我们对制剂中的水杨酸甲酯进行了含量测定,为产品的质量控制在提供了依据。实验方法如下:

1 仪器与药品

上海天美 GC-7890 气相色谱仪,氢火焰离子化检测器,浙江大学智能信息工程研究所 N2000 色谱工作站。水杨酸甲酯对照品(含量测定用,批号:707-200106,中国药品生物制品检定所),联苯对照品(批号:0843-9501,中国药品生物制品检定所)。麝香祛风湿油:江西吉安制药厂,批号 20020105、20020215、20020228。

2 方法学与结果

2.1 色谱条件 以聚乙二醇(PEG)(20M 为固定相,涂布浓度 10%;柱温为 160℃;理论板数按水杨酸甲酯计算应不低于 900。检测器为氢火焰离子化检测器,气化室温度为 230℃,检测器温度为 230℃,灵敏度为 9。载气为氮气,流速:30mL/min。在此条件下对照品、供试品在约 3min 的相同时间

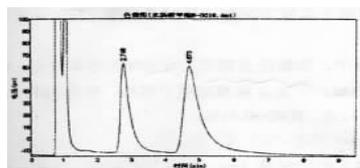


图 1 对照品色谱图

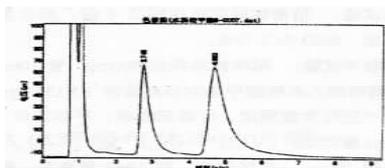


图 2 供试品色谱图

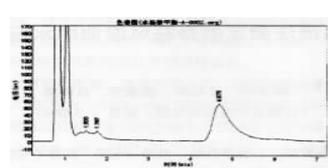


图 3 阴性供试品色谱图

有一色谱峰,见对照品色谱图 1、供试品色谱图 2。

2.2 阴性对照试验 按处方取不含水杨酸甲酯的其他药材,照本制剂的制备工艺制成阴性对照样品,再按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液,取阴性对照溶液 1 μL 注入液相色谱仪,结果在对照品水杨酸甲酯色谱峰相应的位置上,无其它色谱峰出现,阴性对照对样品测定无干扰,结果见阴性对照色谱图 3。

2.3 线性关系的考察 精密称取联苯适量,用氯仿溶解并制成每 1mL 含 50.22mg 的溶液,作为内标溶液。另精密称取水杨酸甲酯对照品适量,用氯仿溶解并制成每 1mL 含 102.7mg 的溶液;精密吸取溶液适量,精密加入内标溶液 1mL,置 10mL 量瓶中,加氯仿稀释成不同浓度,分别吸取 1 μL,注入气相色谱仪中,按上述色谱条件测定对照品及内标物质峰面积,将对照品浓度与对照品峰面积对内标物质峰面积的比值进行回归处理,回归方程 $Y=11.09X + 0.009526$, $r=0.9999$,水杨酸甲酯对照品浓度在 1.027mg/mL~10.27mg/mL 范围内与

对照品峰面积对内标物质峰面积的比值呈良好的线性关系。

2.4 精密度试验及校正因子的测定 精密吸取含内标浓度 5.022mg/mL、水杨酸甲酯浓度 5.135mg/mL 的对照品溶液 1 μL,按上述色谱条件,重复进样 5 次,测定水杨酸甲酯峰面积与内标峰面积比值,计算水杨酸甲酯峰面积与内标峰面积比值的相对标准差为 1.40%,校正因子为 2.241,相对标准差为 1.41%。

2.5 稳定性试验 按含量测定项下实验方法制备供试品溶液,每隔 1h 精密吸取供试品溶液 1 μL,测定供试品溶液中水杨酸甲酯峰面积与内标峰面积比值,5h 内供试品中水杨酸甲酯峰面积与内标峰面积比值的相对标准差为 1.33%。

2.6 重复性试验 精密称取同批次样品 5 份,照含量测定项下实验方法制成供试品溶液,按上述色谱条件进行测定, RSD 为 2.13%。

2.7 加样回收率试验 精密称取样品 500mg,置 10mL 量瓶中,加氯仿至刻度,分别精密吸取 5 份,每份 1mL,各精密加入水杨酸甲酯对照品溶液(5.135mg/mL) 5mL,余照含量测定项下实验,吸取 1 μL 注入气相色谱仪中进行含量测定,计算回收率,平均回收率 99.43%, RSD=0.41%。

2.8 样品的含量测定 取本品约 100mg,精密称定,置

10mL 量瓶中,精密加入内标溶液 1mL,加氯仿至刻度,摇匀,取 1 μL 注入气相色谱仪,测定,3 批样品中水杨酸甲酯的含量分别为 46%、47%、49%。

3 小结

麝香祛风湿油中以麝香为君药,曾参照文献^[1]试图测定麝香酮的含量,因其在处方中用量较少,未能检出;冬青油在处方中用量最大,主要含水杨酸甲酯,且其功效消炎镇痛、抗风湿^[2],故测定其含量以控制产品质量。如改用合适的毛细管柱,提高检出限,与水杨酸甲酯同时测定麝香酮含量,可以进一步提高麝香祛风湿油的质量标准的可控性。

参考文献

- [1] 中华人民共和国国家药典委员会. 中国药典(1 部) [M]. 2000 年版. 北京: 化学工业出版社, 2000.318
- [2] 柯铭清. 中草药有效成分理化与药理特性 [M]. 长沙: 湖南科学技术出版社, 1982.305

(收稿日期: 2004-08-23)