

固相微萃取-气相色谱法测定醒脑静注射剂中的麝香酮

魏宁漪， 马长华， 段天璇

(北京中医药大学中药学院，北京 100102)

关键词 :固相微萃取(solid phase microextraction) ;气相色谱法(gas chromatography) ;麝香酮(muscone) ;中药制剂(Chinese herba preparation)
中图分类号 :O658 文献标识码 :B 文章编号 :1000-8713(2005)05-0565-01

中药制剂醒脑静注射剂中的麝香酮含量较低 ,采用水蒸气蒸馏法需要长时间的提取富集才能进行含量测定。本文采用固相微萃取-气相色谱法(SPME-GC)对醒脑静注射剂中的麝香酮含量进行测定 ,集样品采集、萃取、浓缩、进样和分析于一体 ,完成测定的整个过程仅需十几分钟 ,操作简单 ,测定结果准确可靠。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

岛津 15A 气相色谱仪 ,SUPELCO 固相微萃取针 ,Finnigan 20 mL 顶空取样瓶。醒脑静注射剂样品(注射剂批号 :020322 020502 020503 020504 ;大 输 液 批 号 :031201 ,031203)由无锡山禾药业生产。

1.2 固相微萃取条件

将不加盐的样品液(1.0 mL)密封加热至 80 ℃ ,预平衡 10 min ,加热萃取 30 min ,使用聚二甲基硅氧烷(PDMS)100 μm 萃取头顶空萃取 ,解吸附温度 250 ℃ ,解吸附时间 0.1 min。

1.3 气相色谱分析条件

色谱条件 :岛津 OV-17 填充柱(3 m×0.4 cm i. d. ,粒度 60 ~80 目 ,涂布浓度 3%) ,载气为氮气 ,流速 50 mL/min ;柱温 170 ℃ ,进样口温度 210 ℃ ,火焰离子化检测器(FID)温度 210 ℃。

1.4 用于进行比较的水蒸气蒸馏法的实验条件

取样品溶液 20 mL ,加入 1 mL 正己烷和 200 mL 蒸馏水 ,置于挥发油提取器中提取 10 h ,收集正己烷溶液并定容至 2.0 mL ,加无水硫酸钠脱水 ,取正己烷溶液 1 μL 进样。

2 结果与讨论

2.1 线性关系

取适量麝香酮标准品用正己烷溶液配制成 2.048 ~204.8 mg/L 系列质量浓度的标准溶液 ,取上述溶液各 1 mL ,按照“ 1.2 ”与“ 1.3 ”节所述条件操作。以麝香酮的质量浓度(mg/L)为横坐标 *X* ,样品峰面积为纵坐标 *Y* ,得线性回归方程 :*Y*=3 239.034*X*-5 159.034 *r*=0.999 5。结果表明 ,在麝香酮的质量浓度为 2.048 ~204.8 mg/L(即麝香酮含量为 2.048 ~204.8 μg)时线性关系良好。

2.2 精密度试验

取某批号醒脑静注射剂 1 mL ,按“ 1.2 ”和“ 1.3 ”节所述条件测定 5 次 ,麝香酮的质量浓度为 :40.12 ,38.24 ,39.50 ,

38.58 ,38.46 mg/L ,平均值为 38.98 mg/L ,相对标准偏差(RSD)为 2.0%。实验结果表明 ,本方法的精密度良好。

2.3 回收率试验

精密量取注射液 0.80 ,0.60 ,0.50 ,0.40 ,0.20 mL ,分别对应加入质量浓度为 53.42 mg/L 的麝香酮标准溶液 0.20 ,0.40 ,0.50 ,0.60 ,0.80 mL ,密封于顶空瓶中 ,按“ 1.2 ”与“ 1.3 ”节所述条件进行加标回收试验。回收率为 95.2% ~103.0% ,RSD 为 3.0%。

2.4 水蒸气蒸馏法的工作曲线

取适量麝香酮对照品用正己烷溶液配制成 0.684 8 g/L 的标准溶液 ,分别进样 0.2 ,0.4 ,0.6 ,0.8 ,1.0 μL ,按“ 1.4 ”节所述条件进样测定。以麝香酮质量浓度(g/L)为横坐标 *X* ,峰面积为纵坐标 *Y* ,得线性回归方程 :*Y*=123 604*X*-5 597.4 *r*=0.999 7 ,线性范围为 0.137 0 ~0.684 8 μg。

2.5 样品的测定

分别用 SPME 法和水蒸气蒸馏法对 5 个批次的醒脑静注射剂分别处理后再进行麝香酮含量的测定 ,结果见表 1。

表 1 两种方法测定多批次样品中的麝香酮(<i>n</i> = 2) mg/L		
样品批号	SPME	水蒸气蒸馏法
020502	37.74	37.42
020503	36.81	36.27
020504	41.10	40.76
031201	2.88	2.74
031203	6.00	5.86

取 020322 批次注射剂样品分别采用固相微萃取法和水蒸气蒸馏法处理后各测定 5 次 ,计算其中麝香酮的含量及相对标准偏差 ,结果见表 2。

表 2 两种方法测定同批次样品中的麝香酮 mg/L		
No.	SPME	水蒸气蒸馏法
1	37.51	37.59
2	37.96	37.24
3	38.77	39.57
4	38.92	39.83
5	39.40	35.81
平均	38.52	38.01
RSD/%	2.0	4.4

由表 1 2 可看出 ,SPME 法的测定值较高且 RSD 值较小 ,经 *s* 检验与 *t* 检验证明两种方法无显著性差异 ,但 SPME 方法操作简捷 ,准确度高 ,因此可应用于天然产物的测定。