

醒脑静注射液中麝香酮的含量测定

无锡市药品检验所(214021) 吴建伟 魏晓舒

醒脑静注射液是由麝香等中药经科学提取精制而成的一种新型中药制剂,具有醒脑、止痉的功效,临床上作为急救用药。为此,我们对其有效成分麝香酮含量测定进行研究,即利用麝香酮具有挥发性的特点,采用挥发油提取方法预处理,应用气相色谱法测定麝香酮含量。

1 仪器和材料

仪器:HP-5890A 气相色谱仪、HP-3390A 积分仪、Mettler AE240 电子天平及挥发油测定器。

麝香酮对照品购自中国药品生物制品检定所;醒脑静注射液(无锡健宏药业有限公司),苯为分析纯。

2 色谱条件

色谱柱:HP-10% OV-17 Chromosorb WHP 2 m×2 mm(ID) 不锈钢柱,柱温 220℃,汽化室温度 270℃,检测室温度 260℃,氮气为载气,压力 200 kPa,检测器 FID,灵敏度 2;进样量 1 μL;积分仪纸速 2 mm/min。

3 溶液制备

3.1 对照品溶液:取麝香酮对照品约 10 mg,精密称定于 10 mL 容量瓶中,用苯溶解并稀释至刻度,混匀。

3.2 供试品溶液:在挥发油测定装置中精密加入醒脑静注射液 20 mL,加水 230 mL,加苯 1 mL,缓缓加热,微沸 3 h,静置 1 h 后,取出苯馏液移至 2 mL 容量瓶中,用苯稀释至刻度,作为供试品溶液。

4 线性试验及精密度试验

取麝香酮对照品约 20 mg,精密称定于 10 mL 容量瓶中,用苯溶解并稀释至刻度,作为标准贮备液。精密量取标准贮备液适量,用苯依次对半稀释,制得不同浓度的标准溶液(mg/mL)为 X ;分别进样,重复 3 次,求得相对标准偏差,以麝香酮峰面积平均值为 Y ,制得标准曲线。结果见表 1。麝香酮色谱峰保留时间为 11.31 min。理论板数为 3 240。

表 1 线性试验及精密度试验结果

标准溶液浓度(mg/mL)	2.24	1.12	0.56	0.28	0.14
峰面积平均值	22621	12358	6106	2875	1791
RSD(%)	1.0	1.8	2.0	2.1	1.5
回归方程	$Y=10038X+437, r=0.9988$				

5 回收率试验

加样回收率测定结果为 99.3%, $RSD=1.9\%$ 。

6 干扰试验及最低检测浓度试验

6.1 照回收率试验方法:制备不含有麝香酮对照品的贮备液,依法操作,进行色谱分析,在麝香酮峰位置上没有色谱峰出现。

6.2 线性试验:麝香酮浓度在 0.14~2.24 mg/mL,与其峰面积呈较好的线性关系。

7 样品测定

样品 3 批,按供试品溶液方法制备,照上述色谱条件测定,用外标法计算醒脑静注射液中麝香酮含量(mg/mL),结果见表 2

表 2 样品中麝香酮含量测定结果

批号	麝香酮含量(mg/mL)	RSD(%)
980408	0.0719	2.0
980409	0.0823	0.5
980410	0.0994	2.0

8 讨论

醒脑静注射液作为一种新型中药制剂,又是一种急救用药,其主要成分麝香酮的含量应该有质量控制要求。本方法可以供生产厂家进行内控作参考,也可用来研究临床血药浓度,探讨有效血药浓度与麝香酮含量之间的关系,进而明确注射液中麝香酮含量范围,以此来达到确定生产过程中麝香的投料量,以保证产品质量。

(1998-09-28 收稿)