

毛细管气相色谱法测定解毒烧伤膏中冰片的含量

丁野,张嘉乐,梁建宁(湖南省药品检验所,湖南 长沙 410001)

摘要:目的 建立解毒烧伤膏中冰片的含量测定方法。方法 水蒸汽蒸馏提取,使用 HP-20M 毛细管色谱柱,FID 检测器。结果 此方法线性关系良好,平均回收率为 98.6%,RSD 为 0.64%。结论 本方法分离良好,可用于解毒烧伤膏的质量控制。

关键词:解毒烧伤膏;毛细管气相色谱;冰片

中图分类号:R284.1

文献标识码:B

文章编号:1007-7693(2005)06-0496-03

Determination of borneolum syntheticum in Jiedu Shaoshang ointment by CGC

DING Ye,ZHANG Jia-le,LIANG Jian-ning(*Hunan Provincial Institute for Drug Control 410001,China*)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a method for the determination of the content of borneolum syntheticum in Jiedu Shaoshang ointment. **METHODS** Distilled by water, CGC was used to determine borneolum syntheticum in Jiedu Shaoshang ointment on HP-20M Column. The detector was FID. **RESULTS** The linearity of this method was well. The average recovery was 98.6%, and RSD was 0.64%. **CONCLUSION** This method has good peak resolution and can be used for quality control of Jiedu Shaoshang ointment.

KEY WORDS: Jiedu Shaoshang ointment; CGC; borneolum syntheticum

解毒烧伤膏是由牡丹皮、当归、冰片等多味中药组成的

复方制剂。具凉血解毒,活血止痛,去腐生肌,润泽皮肤之功

效,主治各种烧烫伤属火毒炽盛或火毒伤阴证者。冰片具开窍醒神,清热止痛等作用,为方中主要药味,我们建立了毛细管气相色谱法(CGC)测定解毒烧伤膏中冰片含量的方法,本方法分离良好,结果准确。

1 仪器与试剂

HP 4890D 气相色谱系统

冰片对照品(中国药品生物制品检定所,批号 0743-200103),正十五烷(GC 用, Sigma 公司),解毒烧伤膏由株洲财贸职工医院提供,其余试剂均为分析纯。

2 色谱条件优化

HP-20M(10m×530μm×1.33μm)分析柱,载气(N₂)流速 2.5mL/min,分流室速度:30mL/min, FID 检测器,柱温 95℃,气化室温度 180℃,检测室温度 200℃,进样 1μL,理论板数按龙脑峰计算大于 6 000。

3 实验方法

3.1 供试品溶液制备方法的考察

取解毒烧伤膏 10g,精密称定,置 250mL 烧瓶中,加水 100mL,连接挥发油测定器,自测定器上端加水使充满刻度部分,并溢流入烧瓶为止,再加乙酸乙酯 5mL,连接回流冷凝管,(1)加热回流提取 3h;(2)提取两次,第一次 2h,第二次 1h;(3)提取两次,第一次 1h,第二次 1h;(4)提取两次,第一次 2h,第二次 2h。分别收集两次测定管中的提取液体,移至分液漏斗中,分取乙酸乙酯液,用铺有无水硫酸钠的漏斗滤过,滤液置 25mL 量瓶中,容器用少量乙酸乙酯洗涤,洗涤液并入量瓶中,精密加内标溶液 2mL,加乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀,精密吸取 1.0μL,注入色谱仪,按内标峰面积法计算样品中冰片的含量。结果分别为(1)4.21mg/g;(2)4.71mg/g;(3)4.47mg/g;(4)4.72mg/g,根据上述考察结果,选择方法(2)适合于本品中冰片的含量测定。

3.2 空白对照试验

按处方量制备不含冰片药材的阴性样品,按样品溶液制备方法制备阴性对照溶液。按照样品测定项下的方法测定,可见对照品及内标峰与空白对照溶液峰分离良好,见图 1。

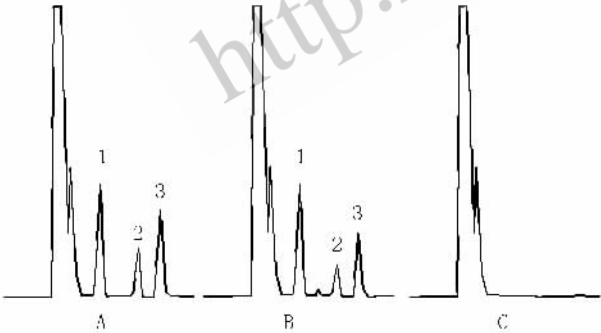


图 1 CGC 色谱图

Fig 1 capillary gas chromatographic graph

A. 对照品 B. 样品 C. 阴性对照

1. 正十五烷 2. 异龙脑 3. 龙脑

A. standard B. sample C. blank

1. pentadecane 2. isoborneol 3. borneol

3.3 线性关系

取正十五烷适量,加乙酸乙酯制成每 1mL 含 12.5mg 的溶液,作为内标溶液;另精密称取冰片对照品适量,加乙酸乙酯制成每 1mL 含 10mg 的溶液,精密吸取上述对照品溶液 0.4,0.8,1.2,1.6,2.0mL,分别置 10mL 量瓶中,精密加入上述内标溶液 0.8mL,用乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀,即得。依次进样 1.0μL,按上述色谱条件测定,记录峰面积。以 A_{冰片}/A_{内标}为纵坐标,对照品浓度为横坐标,绘制标准曲线。得回归方程:Y=0.899X+0.012,r=0.999 9(n=5),线性范围 0.4~2.0μg。

3.4 精密度试验

精密吸取样品溶液 1.0μL,重复进样 6 次, A_{冰片}/A_{内标}的 RSD 为 0.64%(n=6)。

3.5 重复性试验

同一批号样品,分别取样 5 份,照样品测定项下方法操作,测得平均含量为 4.71mg/g,RSD 为 0.55%(n=5)。

3.6 稳定性测定

取供试品溶液分别在不同时间测定。结果表明供试品在 12h 内稳定。

3.7 加样回收率

精密称取已知冰片含量的样品,加入冰片对照品适量,照“3.7”项下样品溶液的制备法制备并测定,计算回收率,结果见表 1。

表 1 回收率试验结果

Tab 1 Results of recovery experiments

取样量 (mg)	冰片加入量 (mg)	实测总量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
23.5312	23.5016	46.7425	98.76		
23.4816	23.5016	46.5157	98.01		
23.5263	23.5016	46.8683	99.32	98.63	0.64
23.6121	23.5016	46.9125	99.14		
23.3986	23.5016	46.4178	97.94		

3.8 样品测定

按上述拟定的方法制备供试品溶液,精密吸取 1.0μL,注入色谱仪,按内标峰面积法计算三批样品中冰片的含量,结果见图 1,表 2。

表 2 样品测定结果

Tab 2 The contents of borneolum syntheticum in samples(n = 3)

编号	含量(mg/g)	RSD(%)
1	4.71	0.55
2	4.63	0.68
3	4.52	0.82

4 结论

4.1 冰片为 D-龙脑与 L-龙脑的混合物,曾对 HP-20M, HP-5, SPB-1 等涂布不同固定液的大口径毛细管柱进行了考查,发现 D-龙脑与 L-龙脑在弱极性和非极性固定液上的分离不好,而在极性固定液上,不仅分离度得到改善,而且响应值

高,出峰速度快,故选用 HP-20M 大口径毛细管柱,所测组分与内标物的保留时间短,分离度好。

4.2 本品为油脂型基质的油膏剂,脂溶性成分较多,故采用蒸馏法将冰片从样品中提出,溶于乙酸乙酯中,结果杂质少,防止衬管污染,保证了良好的重现性。

参考文献

[1] 王宝琴. 中成药质量标准与标准物质研究[S]. 北京:中国医

药科技出版社,1990:188.

[2] 俞惟乐,欧庆瑜,李菊白,等. 毛细管气相色谱和分离分析新技术[S]. 北京:科学出版社,1999:243.

[3] 中国药典(一部)[S]. 2000:113.

收稿日期:2003-12-22