

气相色谱法测定止痒消炎水中薄荷脑、冰片和麝香草酚的含量

李美琴,袁国平,宋辉(台州市药品检验所,浙江 台州 318000)

摘要:目的 建立同时测定止痒消炎水中薄荷脑、冰片和麝香草酚含量的气相色谱测定方法。方法 采用气相色谱内标法, FID检测器, HP-INNDWAX石英毛细管柱(30 m×250 μm, 0.25 μm), 应用程序升温(140℃保持4.1 min以后20℃·min⁻¹升至240℃), 进样口温度200℃, 检测器温度250℃; 分流进样, 分流比10:1。结果 薄荷脑在0.32~3.2 mg·mL⁻¹, 冰片在0.56~5.6 mg·mL⁻¹, 麝香草酚在0.16~1.6 mg·mL⁻¹内呈良好的线性关系, 加样回收率, 薄荷脑为99.8%, (RSD=1.3%); 冰片为99.2% (RSD=1.5%); 麝香草酚为99.8% (RSD=0.9%)。结论 该方法简单可靠, 适合于止痒消炎水中薄荷脑、冰片和麝香草酚的含量测定。

关键词:止痒消炎水; 薄荷脑; 冰片; 麝香草酚; 气相色谱

中图分类号: R917.101; R289 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2007)06-0505-03

Determination of Menthol, Borneol and Thymol in Zhiyang Xiaoyanshui by GC

LI Mei-qin, YUAN Guo-ping, Song Hui(Taizhou Institute for Drug Control in Zhejiang Province, Taizhou 318000, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a GC method for simultaneous determination of three constituents in Zhiyang Xiaoyanshui containing Menthol, Borneol and Thymol. **METHODS** The internal standard method was employed; Flame ionization detector and capillary column HP-INNDWAX (30 m×250 μm×0.25 μm) were used. The column temperature was program-raised. The injector temperature was 200℃, and the detector temperature was 250℃; split injection was employed with 10:1 split ratio. **RESULTS** Menthol, Borneol and Thymol presented a good linear correlation within a range of 0.32~3.2 mg·mL⁻¹ (Menthol), 0.56~5.6 mg·mL⁻¹ (Borneol) and 0.16~1.6 mg·mL⁻¹ (Thymol), respectively. The average recoveries were 99.8% for Menthol (RSD was 1.3%), 99.2% for Borneol (RSD was 1.5%) and Thymol 99.8% (RSD was 0.9%). **CONCLUSION** This method is simple, reliable for the quality control of Zhiyang Xiaoyanshui.

KEY WORDS: Zhiyang Xiaoyanshui; menthol; borneol; thymol; GC

止痒消炎水由薄荷脑、冰片、麝香草酚等七味药组成,具有消炎、止痒的功效。用于夏季皮炎、痱子、皮肤瘙痒等症。

作者简介:李美琴,女,副主任中药师

Tel: (0571) 88552702

E-mail: tlyn@mail.tzph.zj.cn

因现有标准^[1]无含量控制项目,为有效地控制产品质量,完善其质量标准,笔者参考文献^[2],采用气相色谱法对其中的成分薄荷脑、冰片、麝香草酚进行含量测定。该方法操作简单,分析快速,准确可靠,可有效地控制产品质量。

1 仪器与试剂

Agilen6890N气相色谱仪;薄荷脑(中国药品生物制品检验所,批号 110728 - 200506);冰片(中国药品生物制品检验所,批号 110743 - 200504);麝香草酚(中国药品生物制品检验所 100508 - 200301);水杨酸甲酯(中国药品生物制品检验所,批号 110708 - 200506);乙酸乙酯为分析纯;止痒消炎水(福州屏山制药有限公司生产,批号 060101;某企业,批号为 20050505,20050604)。

2 方法和结果

2.1 色谱条件

色谱柱为石英毛细管柱(HP-INNDWAX, 30.0 m × 250 μm, 0.25 μm);检测器为氢火焰离子检测器;柱温:程序升温(140℃保持 4.1 min,再以 20℃·min⁻¹的速率升到 240℃);进样口温度为 200℃;检测器温度为 250℃;载气为氮气,流速为 2.0 mL·min⁻¹;空气流速 300 mL·min⁻¹;氢气流速 30 mL·min⁻¹;进样量 0.3 μL,分流进样,分流比 10:1。

2.2 溶液的制备

2.2.1 内标溶液的制备 精密称取水杨酸甲酯 1.792 7 g,加乙酸乙酯稀释制成每 1 mL含 11.98 mg的溶液,摇匀,作为内标溶液。

2.2.2 对照品溶液的制备 分别精密称取薄荷脑 0.804 8 g,冰片 1.403 3 g,麝香草酚 0.402 0 g置于 100 mL的量瓶中,加乙酸乙酯稀释至刻度。摇匀,作为对照品贮备液。精密量取 5.0 mL贮备液,置 25 mL的量瓶中,精密加入内标溶液 5.0 mL,加入乙酸乙酯至刻度,摇匀,作为对照品溶液。

2.2.3 供试品溶液的制备 精取样品 5.0 mL,精密加入内标溶液 5.0 mL,加乙酸乙酯稀释到 25 mL。

2.2.4 阴性对照溶液的制备 以去掉薄荷脑、冰片和麝香草酚的止痒消炎水处方,按止痒消炎水生产工艺制备阴性样品,取阴性样品 5.0 mL于 25 mL量瓶中,精密加入内标溶液 5.0 mL,加乙酸乙酯至刻度。

2.3 干扰试验

照上述色谱条件,取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液各 0.3 μL,分别注入色谱仪。供试品色谱图中,在与对照品色谱图相应的位置上,显相同保留时间的色谱峰,阴性对照溶液在此保留时间内无色谱峰,本测定无干扰。

2.4 线性关系考察

分别精密吸取对照品贮备液 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 mL置 25 mL的量瓶中,各加入内标溶液 5.0 mL,加乙酸乙酯至刻度,摇匀,依次进样 0.3 μL,测定色谱峰面积,以对照品与内标峰面积的比作为横坐标(X),对照品溶液溶质的质量(mg)作为纵坐标(Y),进行线性回归,得回归方程见表 1,结果表明薄荷脑、冰片、麝香草酚在各自进样量范围内呈良好的线性关系。

表 1 线性关系试验

Tab 1 Experiments for linear correlation

项 目	回归方程	相关系数 r	进样量范围 /mg·mL ⁻¹
薄 荷 脑	Y=40.540 0X+0.274 4	0.999 96	0.32~3.2
冰 片	Y=41.338 4X+0.351 6	0.999 98	0.56~5.6
麝香草酚	Y=40.539 2X+0.149 1	0.999 60	0.16~1.6

2.5 精密度试验

取对照品溶液,连续进样 5次(每次 0.3 μL),记录各组分峰面积,以对照品峰面积与内标峰面积之比计算 RSD,结果薄荷脑 RSD为 0.2%,冰片 RSD为 0.2%,麝香草酚 RSD为 0.9%。

2.6 重复性试验

取同一批号的供试品(批号:060101)溶液 6份,依上述色谱条件进行测定,计算含量,结果薄荷脑的平均含量为 9.3 mg·mL⁻¹,RSD为 0.2%;冰片的平均含量为 9.3 mg·mL⁻¹,RSD为 0.3%;麝香草酚的平均含量为 4.7 mg·mL⁻¹,RSD为 0.5%。

2.7 稳定性试验

精密吸取供试品溶液(批号:060101),经过 0,2,6,12,24 h分别进样,测定含量,结果薄荷脑含量的 RSD为 0.1%;冰片为 0.7%,麝香草酚为 0.4%。表明 24h内样品稳定。

2.8 回收率试验

精密吸取已知含量的止痒消炎水(批号:060101)2.5 mL,加对照品贮备液适量,加内标溶液 5.0 mL,加乙酸乙酯稀释到 25 mL。按上述方法测定,计算回收率。结果见表 2。

表 2 薄荷脑、冰片、麝香草酚的回收率测定结果

Tab 2 Results of recovery experiments

	样品含量	加入量	测得量	回收率	平均	RSD
	/mg	/mg	/mg	/%	回收率 /%	
薄 荷 脑	23.30	24.15	47.21	99.0	99.8	1.3
	23.30	24.15	47.74	101.2		
	23.30	24.15	47.04	98.3		
	23.30	24.15	47.59	100.6		
	23.30	24.15	47.11	98.6		
	23.30	24.15	47.64	100.8		
冰 片	23.34	23.86	46.87	98.6	99.2	1.5
	23.34	23.86	47.39	100.8		
	23.34	23.86	46.53	97.2		
	23.34	23.86	47.03	99.3		
	23.34	23.86	46.79	98.3		
	23.34	23.86	47.44	101.0		
麝香草酚	11.86	12.06	23.85	99.4	99.8	0.9
	11.86	12.06	24.00	100.7		
	11.86	12.06	23.79	98.9		
	11.86	12.06	23.98	100.5		
	11.86	12.06	23.78	98.8		
	11.86	12.06	23.98	100.5		

2.9 样品含量测定

取供试品溶液和对照品溶液各 0.3 μ L, 注入气相色谱仪, 按照上述色谱条件进行测定, 内标法计算样品含量, 结果见表 3。

表 3 样品含量测定结果 (按标示量计)

Tab 3 The contents of menthol, borneol and thymol in samples

批 号	薄荷脑 /%	冰片 /%	麝香草酚 /%
060101	93.2	93.4	94.8
20050505	7.1	7.0	61.0
20050604	7.9	8.0	74.3

3 讨论

3.1 现行国家药品标准没有对止痒消炎水中薄荷脑, 冰片, 麝香草酚的含量进行测定, 就无法控制产品的质量, 正如某企业的三个成分的含量, 如果该企业没有改变处方的话, 测

定结果表明此三种成分的实际投料量大大低于标准规定量, 因此有必要建立含量测定方法。本实验采用气相色谱法对其含量进行测定, 操作简便, 省时, 重复性好, 结果准确, 可有效地控制止痒消炎水的质量。

3.2 利用样品与对照品保留时间一致, 可同时对薄荷脑, 冰片, 麝香草酚进行气相色谱鉴别。

REFERENCES

- [1] Chinese Traditional Medicine Standards of Ministry of Health. P. R. China Vol. IX (卫生部药品标准中药成方制剂第九册) [S]. 1994: 37.
- [2] Ch. P(2005) Vol I (中国药典 2005 年版 . 一部) [S]. 2005: 98-99.

收稿日期 : 2006-12-07