

气相色谱法测定二十二醇乳膏的含量

严相平¹,丁逸梅¹,杜云²,王浦海¹ (1. 南京工业大学江苏省药物研究所,南京 210009; 2. 南京大学化学化工学院药物研究所,南京 210093)

摘要:目的 建立二十二醇乳膏的含量测定方法。方法 用气相色谱法测定了二十二醇的含量,以二十二烷为内标,色谱柱为 SPB-5(15 m×0.53 mm×1.5 μm)毛细管柱,柱温为 230℃,气化室温度 250℃,检测器温度 300℃,分流比 1:10。结果 回收率 100.7%,RSD=1.70%,线性范围为:41.08~410.8 μg·mL⁻¹,线性方程 $Y = -0.0328 + 0.004377X$, $r = 0.9995$,重复性 RSD=0.85%, $n = 6$ 。结论 方法可靠,可以用于控制二十二醇乳膏的质量。

关键词:二十二醇;含量测定;气相色谱法

中图分类号:R917.101;R944.21;R986 文献标识码:A 文章编号:1007-7693(2008)04-0339-02

Determination of N-docosanol Cream by GC

YAN Xiang-ping¹, DING Yi-Mei¹, DU Yun², WANG Pu-hai¹ (1. Nanjing University of Technology Jiangsu Institute of Materia Medica, Nanjing 210009, China; 2. Institute of Materia Medica, College of Chemistry, Nanjing University, Nanjing 210093, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a GC method for the determination of n-docosanol cream. **METHODS** GC was used to determine n-docosanol Cream. The separation was performed on SPB-5(15 m×0.53 mm×1.5 μm) capillary column. N-docosane was added as internal standard. The inject temperature, column temperature and detect temperature was set at 250℃, 230℃, 300℃, respectively. The split ratio was 1:10. **RESULTS** The average recovery was 100.7%, RSD=1.70%. The calibration curve was linear between 41.08 - 410.8 μg·mL⁻¹, $r = 0.9995$, with good reproducibility (RSD=0.85%, $n = 6$). **CONCLUSION** The method is accurate and can be used for the quality control of n-docosanol Cream.

KEY WORDS: n-docosanol; determination; GC

二十二醇乳膏由美国公司 Avani[®]于 2000 年上市,临床用于治疗复发的口腔及面部疱疹^[1],关于其质量控制尚未见文献报道。我们采用气相色谱法测定其含量,实验方法如下。

1 仪器与药品

HP-4890 气相色谱仪,SPB-5(15 m×0.53 mm×1.5 μm)毛细管柱,二十二烷对照品(批号:9301082,纯度:99.9%)购自英国 Electron microscopy laboratories Ltd,二十二醇对照品(批号:010403,纯度:99.8%)及二十二醇乳膏(规格 5 g:0.5 g)由本所试制提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱为 SPB-5(15 m×0.53 mm×1.5 μm)毛细管柱,

柱温为 230℃,气化室温度 250℃,检测器温度 300℃,分流比 1:10, N₂ 为载气,流速 5 mL·min⁻¹。

2.2 干扰试验

取处方比例的空白辅料,照本品含量测定的方法配制空白溶液,结果空白辅料无干扰。

2.3 线性关系考察

内标储备液的配置:取正二十二烷加丙酮制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液作内标储备液。

样品储备液的配置:取对照品 100 mg 精密称定,置 100 mL 量瓶中加乙醇溶解,并稀释至刻度,摇匀作样品储备液。

分别精密吸取上述样品储备液 1, 3, 5, 7, 10 mL 置 50 mL 量瓶中,并在各量瓶中分别精密加入内标储备液 5 mL,加乙

醇稀释至刻度,摇匀。按色谱条件分别进样 2 μL。以对照品浓度为横坐标,对照品峰面积比内标峰面积为纵坐标,进行线性回归,得回归方程 $Y = -0.0328 + 0.004377X$, $r = 0.9995$ 。可见在 41.08 ~ 410.8 μg·mL⁻¹内线性关系良好。

2.4 回收率测定

精密称取二十二烷醇对照品约 80,100,120 mg各 3份,同时取处方比例的空白辅料 900 mg,置于研钵中,研匀,以乙醇转移至 100 mL量瓶中,并加乙醇至刻度。摇匀,滤过,精密吸取续滤液 10 mL,置 100 mL量瓶中,照“2.7”项下方法操作,计算回收率。结果平均回收率为 100.71%,RSD = 1.70%, $n = 9$ 。

2.5 系统适用性试验

经测定,以二十二醇峰计算,理论板数为 3500,不对称因子为 1.03,与内标物质的分离度为 6.5,符合中国药典的相关规定。

2.6 重复进样精密度试验

取同一供试品溶液,连续进样 6次,测定二十二烷和内标物质峰面积的比值,RSD为 1.4%。

2.7 重复性试验

取同一批号的样品,按照含量测定方法测定 6份样品含量,结果平均含量 102.15%,RSD=0.85%。

2.8 日间精密度

经测定,日间精密度为 101.4%,RSD为 1.04% ($n = 6$)。

2.9 含量测定法及测定结果

2.9.1 校正因子测定 取正二十二烷适量精密称定,加丙酮溶解并制成每 1 mL含 1 mg的溶液作为内标储备液;精密称取对照品约 100 mg置 100 mL量瓶中,加乙醇溶解并稀释至刻度,精密吸取此溶液 5 mL置 50 mL量瓶中,再精密吸取内标储备液 5 mL置同一量瓶中,加乙醇稀释至刻度,摇匀,取 2 μL注入气相色谱仪,计算校正因子。

2.9.2 测定法 取本品约 100 mg,精密称定,置 100 mL量

瓶中,精密吸取内标储备液 10 mL置同一量瓶中,加乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,取 2 μL注入气相色谱仪,记录色谱图,按内标法进行计算,每批样品平行测定 3次,结果见表 1。

表 1 样品测定结果

Tab1 Results of sample determination					
批号	1	2	3	平均含量 /%	RSD /%
010627	102.11	102.32	100.44	101.62	1.01
010628	98.62	99.54	98.81	98.99	0.49
010701	100.02	98.36	99.25	99.21	0.84

3 讨论

3.1 二十二醇在结构上无特征的化学特性可用于滴定,无特征紫外吸收,沸点较低,故以气相色谱法测定本品的含量。以气相色谱法进行测定时,由于进样误差较大故需加入内标物质,以内标法进行定量。基于以下考虑选择以正二十二烷作为内标物质:正二十二烷与本品结构相似,有效碳原子数相近,因此在 FID上的检测灵敏度应相近;正二十二烷与本品的碳链等长,沸点相距不大,因此色谱保留时间较近;正二十二烷结构稳定,不会与本品发生反应。这些均符合内标物质选择的基本原则。

3.2 柱温的选择 柱温是影响分离的关键因素,当柱温设定为 230℃时,主成分和内标物质分离良好。

采用本法测定二十二醇乳膏的含量,精密度高,重复性好,可以有效控制产品质量。

REFERENCES

[1] LU P Z. Progress in studies of anti-hepes virus drugs[J]. Chin J New Drugs(中国新药杂志), 2003,12(4): 253-257.
[2] Ch. P(2005) Vol II (中国药典 2005年版.二部) [S]. 2005: Appendix 30-31.