

神香苏合滴丸中龙脑的含量测定

张莲珠,吕雪峰,刘丽健,赵全成* (吉林天药科技有限公司,长春 130012)

摘要:目的 建立神香苏合滴丸中龙脑的含量测定方法。方法 采用气相色谱法,以萘为内标物,色谱柱:石英毛细管柱(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm), (HP-INNOWAX) INNO相(TM)键合聚乙二醇;氢气:40 mL·min⁻¹,空气:400 mL·min⁻¹,载气:氦气;程序升温:130~150℃(8℃·min⁻¹),150~205℃(20℃·min⁻¹),205~240℃(15℃·min⁻¹,10 min),检测器:250℃;柱流量:1 mL·min⁻¹。结果 分离效果较好,对照品浓度和内标物浓度比值在0.303~1.515内呈良好线性关系,平均回收率为96.93%。结论 本文所建立的方法用于神香苏合滴丸中龙脑的含量测定,准确可行。

关键词 气相色谱;神香苏合滴丸;龙脑;含量测定

中图分类号:R917.101;R927.2 文献标识码:B 文章编号:1007-7693(2008)07-0633-03

Determination of Borneol in Shenxiang Suhe Dropping Pill by GC-FID

ZHANG Lian-zhu, LV Xue-feng, LIU Li-jian, ZHAO Quan-cheng* (Jilin Natural Medicine and Technology Co., Ltd., Changchun 130012)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a method for the determination of borneol in Shenxiang Suhe Dropping Pill. **METHODS** Naphthalene was used as internal standard and detected by capillary gas chromatography. The column temperature was 130~150℃(8℃·min⁻¹), 150~205℃(20℃·min⁻¹), 205~240℃(15℃·min⁻¹, 10 min), the detector temperature was 250℃. **RESULTS** The average recovery rate was 96.93% (n=5). **CONCLUSION** The method is accurate and can be applied in the determination of the preparation.

KEY WORDS: GC; Shenxiang Suhe Dropping Pill; borneol; determination

神香苏合滴丸由人工麝香、冰片、乳香、水牛角浓缩粉等经提取纯化制备而成,具有温通宣痹,行气化痰等作用。用于胸闷、气憋、心绞痛以及气厥、心腹疼痛等及冠心病具有上述征候者。方中冰片具有开窍醒神,清热止痛的功能,是主要发挥药效组分,其主要成分为龙脑和异龙脑,文献中龙脑含量测定方法报道较多,但是测定滴丸制剂中龙脑含量的相关文献很少,本文所建立的神香苏合滴丸中龙脑的含量测定方法,其他滴丸中水不溶性物质的含量测定也可以借鉴。实验结果表明,该方法测定龙脑含量无干扰,准确可行。

1 仪器与试剂

安捷伦 6890型气相色谱仪, FID检测器。赛多利斯万分之一天平。无水乙醇、正己烷均为分析纯试剂,萘、龙脑对照品(含量测定用)购自中国药品生物制品检定所。神香苏合滴丸,药理学实验室提供(批号:20050415, 20050416, 20050417)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱:石英毛细管柱(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm),

(HP-INNOWAX) INNO相(TM)键合聚乙二醇;氢气:40 mL·min⁻¹,空气:400 mL·min⁻¹,载气:氦气;程序升温:130~150℃(8℃·min⁻¹),150~205℃(20℃·min⁻¹),205~240℃(15℃·min⁻¹,10 min),检测器:250℃;柱流量:1 mL·min⁻¹。

2.2 溶液的制备

2.2.1 内标溶液的制备 取萘适量,精密称定,加正己烷制成每1 mL含6 mg的溶液,作为内标溶液。

2.2.2 对照品溶液制备 另取龙脑对照品制成每1 mL含5 mg的对照品溶液,精密吸取1.0 mL置50 mL量瓶,加1.0 mL内标溶液,定容,作为对照品溶液。

2.2.3 供试品溶液制备 取本品30粒,精密称定,置具塞锥形瓶中,加入20 mL水,超声处理(功率300 W,频率50 kHz)10 min,转移置分液漏斗中,以45 mL正己烷提取4次,正己烷提取液置50 mL量瓶,加入内标溶液,定容,滤过,续滤液作为供试品溶液。

2.2.4 阴性对照溶液制备 取缺冰片的样品,同“2.2.3”项下操作,制备阴性对照溶液。

基金项目:吉林省科技厅科技发展计划资助项目(编号:20050921)

作者简介:张莲珠,女,副主任药师 Tel:(0431)85541894

E-mail: zhlizhu@163.com *通讯作者:赵全成,男,研究员

Tel:(0431)85541877 E-mail: zhaocq1954@126.com

2.3 系统适用性

取上述对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液,按照 2.1 色谱条件,各进样 1 μ L,色谱分离情况见图 1。图谱表明目标成分与其他组分以及内标物分离良好,阴性对照溶液无

干扰。

2.4 耐用性试验

分别采用涂布不同固定相的石英毛细管色谱柱进行分析,不同的人员操作,样品分离情况良好。

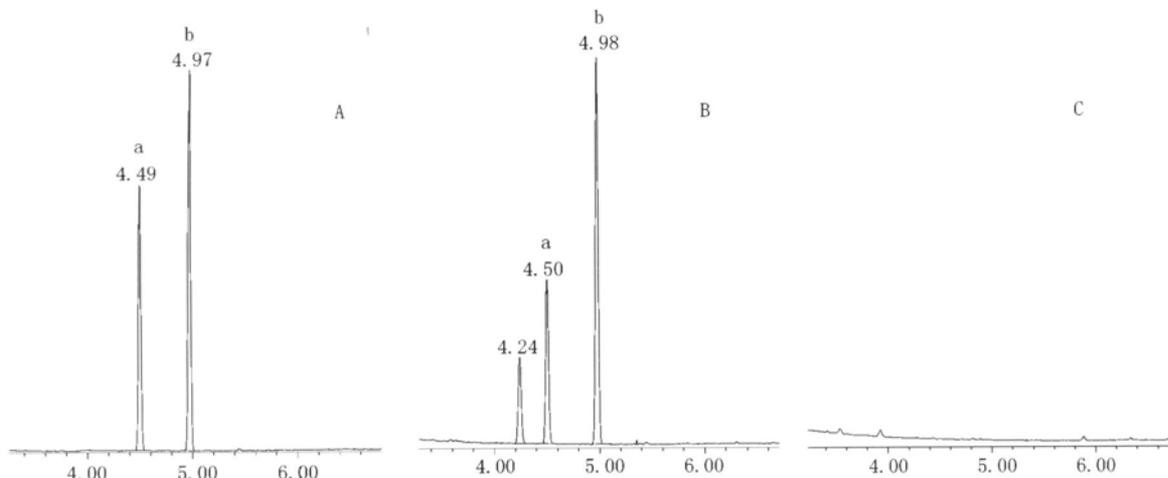


图 1 气相色谱图

A - 对照品; B - 神香苏合滴丸; C - 阴性对照; a - 龙脑; b - 萘

Fig 1 GC chromatograms

A - bomeol; B - Shenxiang Suhe Dropping Pill; C - negative sample; a - bomeol; b - naphthalene

2.5 线性范围

精密称取对照品龙脑适量,加正己烷制成每 mL 含 0.2 mg 的溶液,分别吸取上述溶液 2.0, 4.0, 6.0, 8.0 mL 置 10 mL 量瓶中,准确加入内标溶液 0.2 mL,醋酸乙酯至刻度,摇匀,即得。分别吸取上述不同浓度的对照品溶液 1 μ L,注入气相色谱仪,测定。以对照品和内标物质浓度的比值为横坐标,以对照品和内标物质的峰面积比值为纵坐标,绘制标准曲线,计算得回归方程: $Y = 0.0212 + 0.8X$, $r = 0.9994$,表明对照品浓度和内标物浓度比值在 0.303 ~ 1.515 内呈良好线性关系。

2.6 精密度试验

将同一样品溶液重复进样 5 次,对照品与内标物质峰面积比值的相对标准偏差为 0.125%。

2.7 重复性试验

取同一批样品,按含量测定项下方法,重复测定 5 次, RSD 为 0.34%。

2.8 稳定性试验

同一样品溶液在室温下放置,每隔不同时间进样测定,测定 24 h。结果表明,对照品和内标峰面积比值的 RSD = 0.098%。

2.9 回收率试验

采用加样回收试验法,精密称取已知龙脑含量的滴丸(批号: 20050415,龙脑含量 0.754%),分别定量加入龙脑对照品和内标溶液,按药品标准含量测定项下方法进行含量测定,结果表明,本法具有良好的回收率,结果见表 1。

3 讨论

3.1 文献报道冰片含量测定可用水杨酸甲酯^[1]、联苯^[2]、

表 1 回收率试验结果

实验次数	The results of recovery rate		测得量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
	样品已知含量 /mg	对照品加入量 /mg				
1	2.632	2.83	5.375	96.92		
2	2.628	2.83	5.375	97.07		
3	2.634	2.83	5.375	96.86	96.93	0.12
4	2.629	2.83	5.375	97.03		
5	2.636	2.83	5.383	96.78		

萘^[3-4]、薄荷脑^[5]等作为内标物,本文还曾试验用 α -萘烯做内标物,结果分离效果不理想,经实验证明,萘与龙脑分离较好,因此选择萘作为内标物。

3.2 供试品溶液制备过程中,试验用醋酸乙酯提取样品中的龙脑,结果醋酸乙酯对滴丸的基质聚乙二醇有一定的溶解度,影响测定结果的准确性,同时对系统产生污染,经试验,选择将滴丸用水超声溶解后,以正己烷提取,结果表明,此方法可以将样品基本提取完全,测定结果稳定准确。同时该方法也为其他滴丸中水不溶性成分的含量测定提供了参考依据。

参考文献

- [1] Ch. P (2000) Vol I (中国药典 2000 年版,一部) [S]. 2000: 114.
- [2] YE Y F, CHEN X Y, GUAN B *et al.* Determination of bomeol and muscone in Xintongping [J]. China J Chin Mater Med (中国中药杂志). 1996, 21 (1): 31-32.

- [3] LIU X S, WEI W R, YU M. Determination of menthol and borneol in Guilin Xigua powder by GC [J]. Guangxi J Traditional Chinese Med(广西中医药). 1998, 21(4): 40-41.
- [4] ZHANG L Z, LV X F, LIU L J *et al.* Determination of Borneol in Shenxiang Capsule by GC-FID. West China J Pharm Sci(华西药

学杂志), 2005, 20(6): 542-544

- [5] LI X L, SHEN H Y, YU A S. Determination of camphor and borneol in Zhichuang powder by GC[J]. Northwest Pharm J(西北药学杂志), 1999, 14(4): 150.

收稿日期: 2007-09-20