

GC 测定复方丹参口崩片中冰片的含量

王建化(杭州下城区人民医院,杭州 310003)

摘要:目的 建立气相色谱法测定复方丹参口崩片中冰片的含量。方法 HP-INNOWAX 弹性石英毛细管柱(30 m×0.53 mm,1 μm);柱温起始温度为 140 ℃,保持 7 min,以 50 ℃·min⁻¹的速率升至 220 ℃,保持 2 min;载气流速为 1.5 mL·min⁻¹,分流进样,分流比 50/1。**结果** 冰片浓度在 0.067 ~0.472 mg·mL⁻¹内有良好的线性关系, $r=1.000$;平均回收率为 98.4%,RSD 为 0.96%。**结论** 该方法简便,准确,可靠。

关键词:气相色谱;丹参口崩片;冰片

中图分类号:R917.101;R927.2

文献标识码:B

文章编号:1007-7693(2009)02-0153-02

Determination of Borneol in Compound Salvia Orally Disintegrating Tablet by GC

WANG Jianhua(*People's Hospital of Hangzhou Xiacheng District, Hangzhou 310003, China*)

ABSTRACT:OBJECTIVE To establish a method for the determination of compound salvia orally disintegrating tablet by GC. **METHODS** HP-INNOWAX flexible quartz capillary column (30 m × 0.53 mm, 1 μm). The starting temperature was 140 ℃, maintain 7 min, and rose to 220 ℃ at the speed of with the 50 ℃ · min⁻¹, maintain 2 min. The airflow speed was 1.5 mL · min⁻¹ and triage injection with the split ratio of 50/1. **RESULTS** Borneol showed good linearity in the range of 0.067 – 0.472 mg · mL⁻¹ in sample solution and the correlation coefficient was 1.000. The average recoveries were 98.4%, RSD = 0.96%. **CONCLUSION** The method is simple, accurate and reliable.

KEY WORDS:GC; salvia orally disintegrating tablet; borneol

复方丹参口崩片是由丹参、冰片、三七等经提取制成适宜制剂的提取物,并与适当的辅料制成的复方制剂,具有活血化瘀,理气止痛的作用^[1],用于治疗胸中憋闷、心绞痛、冠心病等。本试验采用极性毛细管气相色谱法^[2],选用水杨酸甲酯做内标物测定制剂中冰片的含量^[3],该方法简便,准确,可靠。

1 仪器与试剂

HP6890 气相色谱仪,HP-INNOWAX 弹性石英毛细管柱(30 m×0.53 mm,1 μm),冰片对照品(中国药品生物制品检定所,批号 10881-200202,纯度 99.9%),样品(杭州银孚来实业投资有限公司,批

号 050401,050501,050502),所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

HP-INNOWAX 弹性石英毛细管柱(30 m×0.53 mm,1 μm);检测器为 FID,灵敏度为 10⁹;柱温起始温度为 140 ℃,保持 7 min,以 50 ℃·min⁻¹的速率升至 220 ℃,保持 2 min;载气流速为 1.5 mL·min⁻¹,分流进样,分流比 50/1。

2.2 溶液的制备

2.2.1 内标溶液的制备 取水杨酸甲酯适量,精密称定,加无水乙醇制成每 1 mL 含 0.20 mg 水杨酸甲

作者简介:王建化,男,副主任药师 Tel:(0571)85827891 E-mail:wyx6404@126.com

酯的溶液,作为内标溶液。

2.2.2 对照品溶液的制备 精密称取冰片对照品 26.97 mg 置 25 mL 量瓶中,精密加内标溶液 20 mL,振摇,使溶解,作为对照品溶液。

2.2.3 供试品溶液的制备 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约含冰片 12.5 mg),置平底烧瓶中,精密加入内标溶液 50 mL,水浴回流 15 min,放冷,滤过,取续滤液,作为供试品溶液。

2.3 专属性试验

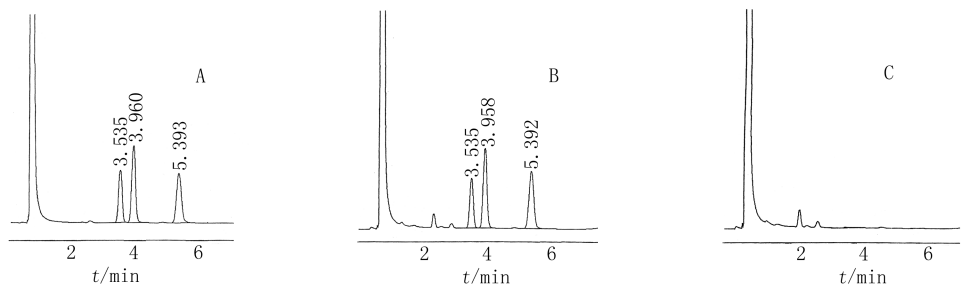


图1 气相色谱图
A-冰片对照品;B-供试品;C-阴性(不含冰片样品)

Fig 1 GC chromatograms
A-borneol reference substance;B-sample;C-negative(borneol free sample)
程: $Y = 7.089X - 0.012$, $r = 1.000$, 冰片浓度在 $0.067 \sim 0.472 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 有良好线性关系。

2.5 稳定性试验

取同一份供试品溶液,按上述色谱条件,分别于 0,2,4,6,8 h 进样,测定内标与龙脑、异龙脑峰面积,计算龙脑和异龙脑峰面积之和与内标峰面积的比值,RSD 为 0.88%,表明供试品溶液在 8 h 内稳定。

2.6 仪器精密度试验

取同一份对照品溶液,连续进样 5 次,测定内标与异龙脑、龙脑峰面积,计算两者异龙脑和龙脑峰面积之和与内标峰面积的比值,结果 RSD 为 0.29%。

2.7 重复性试验

取样品(批号 050401)6 份,按“2.2.3”项下方法处理,进样测定,并计算冰片含量,结果冰片平均含量为 $2.34 \text{ mg} \cdot \text{片}^{-1}$,RSD 为 0.77%。

2.8 回收率试验

精密称取已知冰片含量的样品(批号 050501)细粉适量,精密加入含冰片对照品 6.743 mg 的内标溶液 50 mL,按“2.2.3”项下方法处理,进样测定,并计算含量,结果显示平均回收率为 98.4%,RSD 为 0.96%,见表 1。

2.9 样品测定

取样品 3 批(批号 050401,050501,050502),按“2.2.3”项下方法处理,进样测定,计算冰片的含

量。结果 3 批样品每片含冰片的量分别为 2.34, 2.39,2.35 mg。

2.4 线性关系考察

分别精密量取对照品溶液 0.5,1,2,2.5,3.5 mL,置 10 mL 量瓶中,加内标溶液稀释至刻度,摇匀。分别取 2 μL 注入气相色谱仪,以冰片对照品中的龙脑和异龙脑峰面积总和与内标峰面积的比值为纵坐标,冰片浓度($\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$)为横坐标,得回归方

程: $Y = 7.089X - 0.012$, $r = 1.000$, 冰片浓度在 $0.067 \sim 0.472 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 有良好线性关系。

表1 回收率试验结果

Tab 1 The result of recovery test					
已知量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均/%	RSD/%
6.370	6.743	12.938	97.43	98.4	0.96
6.079	6.743	12.744	98.86		
6.141	6.743	12.759	98.15		
6.061	6.743	12.805	100.03		
6.181	6.743	12.764	97.64		
6.162	6.743	12.781	98.18		

3 讨论

冰片易溶于无水乙醇,故选无水乙醇做为溶剂,因本制剂中冰片采用适当工艺进行饱和,因此进行了提取方法考察,以确定提取条件。本试验采用加入内标溶液,水浴回流提取不同时间。结果显示采用无水乙醇回流方法进行提取时,当回流时间大于 30 min,随着回流时间的增加,含量有下降趋势,故采用回流 15 min 作为提取方法。

REFERENCES

[1] Ch. P(2005) Vol I (中国药典 2005 年版. 一部)[S]. 2005: 52.
[2] Ch. P(2000) Vol II (中国药典 2000 年版. 二部)[S]. 2000: Appendix 64.
[3] WEI X B . Identification of borneol in Fuyangning Ointment by GC [J]. Chin Tradit Pat Med (中成药), 2000,31(9): 674.

收稿日期:2008-08-05