GC 测定消炎止痒酯中樟脑的含量

蔡建红，张咏梅，施元旦(张家港市中医医院，江苏 张家港 215600)

摘要：目的 建立 GC 测定消炎止痒酯中樟脑的含量。**方法** 采用毛细管气相色谱法。色谱柱为 CP-Sil 5 CB 石英毛细管色谱柱(25 m×0.32 mm，0.4 μm)；FID 火焰离子化检测器；载气为氮气；氢气与氮气的流量比通常为 1∶1~1∶1.5；氢气和空气流量比为 1∶10；流速：1 mL·min^{-1}；分流比：20∶1；温度设置：进样口温度为 250 ℃，柱温为 280 ℃(程序升温：

作者简介：蔡建红，女，主管药师 Tel: 13862227240 E-mail: 1306576382@qq.com

从 60 ℃开始，保持 1 min，再以 12 ℃·min^{-1} 的速度升温至 280 ℃，保持 3 min)，检测器温度为 300 ℃；进样量：1 μL。**结果** 樟脑在 50~400 mg·L^{-1} 内呈现良好的线性关系，r=0.999 9；平均回收率为 99.64%(RSD 为 1.19%)；在 6 h 内稳定。**结论** 本方法简单易行、快速、准确性和重复性好，可用于消炎止痒酯的质量控制。

关键词：气相色谱法；消炎止痒酯；樟脑；含量测定

中图分类号：R917.101　　**文献标志码**：B　　**文章编号**：1007-7693(2012)05-0446-04

Determination of Camphor in Xiaoyanzhiyang Xu by GC

CAI Jianhong, ZHANG Yongmei, SHI Yuandan(*Zhangjiagang City Hospital of Chinese Medicine, Zhangjiagang 215600, China*)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a method for determine camphor in Xiaoyanzhiyang Xu by GC. **METHODS** Use capillary gas chromatography. Chromatographic column is CP-Sil 5 CB quartz chromatographic column(25 m × 0.32 mm, 0.4 μm); FID flame ionization detector; carrier gas is nitrogen; usually specific flux of hydrogen and nitrogen is 1∶1~1∶1.5; flow ratio of hydrogen and air is 1∶10; velocity of flow: 1 mL·min^{-1}; split ratio: 20∶1; temperature setting: sampling input temperature 250 ℃; column temperature 280 ℃(temperature programming process: start from 60 ℃, retain 1 min, achieve 280 ℃ by temperature rising speed 12 ℃·min^{-1}, retain 3 min); detector temperature 300 ℃; sample size: 1 μL. **RESULTS** The linear range of Camphor was 50~400 mg·L^{-1}. r=0.999 9; the recovery of Camphor was 99.64%(RSD=1.19%) and it was stable in 6 hours. **CONCLUSION** The method is simple and easy, fast, accurate and repeatable. It can be used as quality control method for Xiaoyanzhiyang Xu.

KEY WORDS: gas chromatography(GC); Xiaoyanzhiyang Xu; camphor; determination

消炎止痒酯是张家港中医医院自制制剂，是由樟脑、香精、甘油、乙醇等制备而成的酊剂。主要用于夏季皮炎、痱子、虫咬皮炎等皮肤瘙痒症。其原有的质量标准中没有含量测定项，本实验采用气相色谱法测定其中的挥发性成分樟脑，以有效控制该药的质量标准，更好地指导临床安全用药。本试验建立的方法简便、快速、稳定、可靠，为测定消炎止痒酯中樟脑的含量提供了一定的参考。

1　仪器和试剂

1.1　仪器

美国 VARIAN CP-3800 气相色谱仪；氢火焰离子化检测器(FID)；日本岛津 SHIMADZU 电子天平。

1.2　试剂

樟脑对照品(中国药品生物制品检定所，批号：110747-201008，纯度：100%)；消炎止痒酯(张家港市中医医院制剂室制备，批号：100424，100922，110118)；水为重蒸馏水，其他试剂均为分析纯。

2　方法与结果

2.1　色谱条件

参考有关文献[1]，结合样品中成分的特点，确定色谱条件如下：色谱柱：CP-Sil 5 CB(100%二甲基聚硅氧烷)石英毛细管色谱柱，25 m×0.32 mm，0.4 μm；氢气与氮气的流量比通常为 1∶1~1∶1.5；氢气和空气流量比为 1∶10；载气：N_2；流速：1 mL·min^{-1}；分流比：20∶1；检测器：FID 火焰离子化检测器；温度设置：进样口温度为 250 ℃，柱温为 280 ℃(程序升温：从 60 ℃开始，保持 1 min，再以 12 ℃·min^{-1} 的速度升温至 280 ℃，保持 3 min)，检测器温度为 300 ℃；进样量：1 μL。

2.2　溶液的制备

2.2.1　对照品溶液的制备　取樟脑对照品，精密称定 10.00 mg，置 10 mL 量瓶中，加无水乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。

2.2.2　供试品溶液的制备　精密量取本品 1 mL，置 25 mL 量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。

2.2.3　阴性对照溶液的制备　按处方组成比例，取除樟脑外的其余药品，按工艺要求，制成不含樟脑的阴性对照样品，再按“2.2.2”项下方法制备，制成阴性对照溶液。

2.3　专属性试验

按“2.1”项下色谱条件，分别进样对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液各 1 μL。供试品中樟脑成分得到较好分离，樟脑色谱峰的保留时间与对照品溶液中樟脑的保留时间一致，阴性对照溶液色谱图中未见樟脑色谱峰。色谱图见图 1。

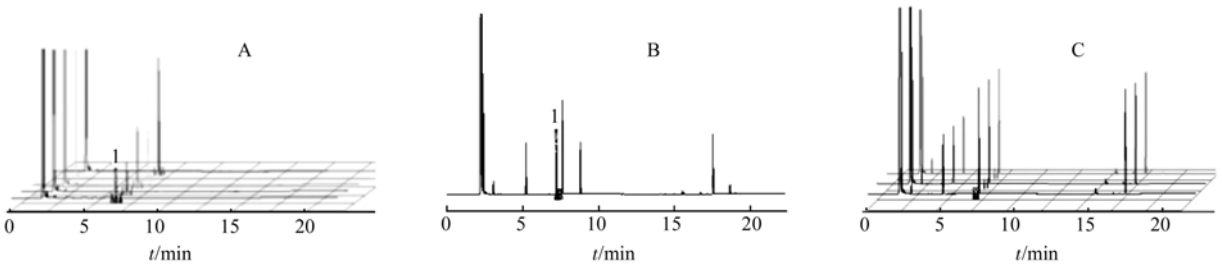

图 1 气相色谱图

A–对照品溶液；B–供试品溶液；C–阴性对照溶液；1–樟脑

Fig 1 GC chromatograms

A–reference solution; B–test solution; C–negative control solution; 1–Camphor

2.4 线性关系考察

分别精密量取樟脑对照品溶液(浓度为 1 000 mg·L^{-1})0.5，1，2，3，4 mL，置 10 mL 量瓶中，加入无水乙醇稀释至刻度，摇匀，即得系列浓度溶液，浓度分别为 50，100，200，300，400 mg·L^{-1}。各吸取上述溶液 1 μL 进样测定，测出各浓度水平对应的峰面积分别为 23 260，44 938，94 076，142 093，191 274，以樟脑的峰面积为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线，得到的回归方程为 Y=–2 094.079+482.011X，r=0.999 9，表明樟脑进样浓度在 50~400 mg·L^{-1} 内线性相关性良好。

2.5 仪器适应性试验

取“2.2.1”项下制备的对照品溶液 2 mL，置 10 mL 的量瓶中，加入无水乙醇稀释至刻度，摇匀，即得 200 ml·L^{-1} 的对照品溶液，连续进样 6 次,测得的峰面积分别为 94 076，96 278，93 704，92 895，94 286，97 306，平均峰面积为 94 758，RSD 为 1.78%，表明仪器适应性良好。

2.6 稳定性试验

按“2.1”项下色谱条件，取同一供试品溶液间隔一段时间(0，1，2，3，4，5，6 h)进样 6 次，每次进样 1 μL，测得樟脑峰面积分别为 81 588，82 975，83 030，83 831，84 102，85 047，RSD 为 1.38%，结果表明，供试液在 6 h 内稳定。

2.7 重复性试验

取同一批号(100424)消炎止痒酯样品，按“2.2.2”项下方法制成 6 份供试品溶液，按“2.1”项下色谱条件分别进样测定，供试品中樟脑的含量分别为 172.30，178.61，175.34，175.23，176.95，175.87 mg·L^{-1}，结果供试品中樟脑的平均含量为 175.7 mg·L^{-1}，RSD 为 1.19%，表明本方法重复性良好。

2.8 加样回收率试验

精密移取已知含量样品(批号为 100424) 6 份，每份 0.5 mL(2.507 mg)，分别置 25 mL 量瓶中，分别精密加入樟脑对照品溶液 0.8，1.0，1.2 mL，用无水乙醇定容，摇匀，按样品测定方法测定其含量，计算回收率，结果见表 1。

表 1 加样回收率试验结果(n=6)

Tab 1 Results of recovery test(n=6)

序列	样品含量/mg	加入对照品量/mL	测得量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
1	2.507 0	0.800 0	3.300 2	99.15		
2	2.507 0	0.800 0	3.311 6	101.20		
3	2.507 0	1.000 0	3.504 7	99.77	99.64	1.19
4	2.507 0	1.000 0	3.505 7	99.87		
5	2.507 0	1.200 0	3.709 4	100.20		
6	2.507 0	1.200 0	3.678 8	97.65		

2.9 样品测定

按“2.2.2”项下方法分别制备 3 个批号(100424，100922，110118)供试品溶液，按“2.1”项下色谱条件依次进样，进样量为 1 μL，测定每一供试品溶液樟脑的含量，结果见表 2。

表 2 样品测定结果(n=2)

Tab 2 Determination results of samples(n=2)

批 号	樟脑/mg·L^{-1}	RSD/%
100424	4 345.0	
100922	4 392.5	0.7
110118	4 405.0	

3 讨论

3.1 稀释溶剂的选择

经查阅相关的文献[2]，樟脑易溶解于乙醇、三氯甲烷、乙醚，而无水乙醇最为普遍，所以采用无水乙醇为稀释溶剂。

3.2 色谱温度程序的选择

色谱条件的柱温选择是色谱峰分离的一个重

要参数, 直接影响分离效果和分离速度[3]。文献中测定樟脑的含量多采用程序升温的方法[4]，采用程序升温法更有利于各组分的分离。根据实验表明，将柱温调到 280 ℃(程序升温程序：从 60 ℃开始, 保持 1 min，再以 12 ℃·min^{-1} 的速度升温至 280 ℃，保持 3 min)时，樟脑与其他成分的色谱峰均达到较好分离，故确定本品含量测定用柱温为 280 ℃。

3.3 稳定性试验

实验表明，配制好的樟脑对照品溶液及樟脑供试品溶液在 6 h 内可基本保持稳定，所以溶液配制好后，分析测试工作应在 6 h 内完成为宜。

3.4 外标法的确定

由于 GC 的进样量一般仅数微升，为减小进样误差，尤其当采用手工进样时，由于留针时间和室温等对进样量也有影响，故以采用内标法为宜，且根据参考文献[5-6]，内标法测定结果更准确。但是，当采用自动进样器时，由于进样重复性的提高，在保证分析误差的前提下，也可采用外标法定量[7]。由于采用的 VARIAN CP-3800 气相色谱仪为自动进样，因此采用外标法。

3.5 结果分析

由结果可知，不同批号供试品中樟脑的含量存在差异。结合样品批号和测定结果初步判断，随着样品贮藏时间的增加，样品中樟脑含量会发生变化。分析原因，樟脑原料的贮藏、消炎止痒酯生产工艺各环节及成品贮藏条件都会影响产品中樟脑的含量。

由于消炎止痒酯原有的质量标准没有含量测定项，为了提高本品的质量标准，保障临床用药安全有效，通过本试验建立的方法简便、快速、稳定、可靠，为测定消炎止痒酯中樟脑的含量提供了一定的理论依据。

REFERENCES

[1] WANG T L, ZHU G J. Determination of camphor and menthol in Huoluo tincture by GC [J]. China Tradit Pat Med(中成药), 2010, 32(9): 1644-1646.

[2] BI X Y, ZHAO Z L, LANG X L, et al. HPLC determination of the content of benzoic acid and camphor in compound benzoic acid tincture [J]. Pharm J PLA(解放军药学学报), 2007, 23(6): 452-454.

[3] LI F M. Analytical Chemistry(分析化学) [M]. 5th ed. Beijing: People's Health Publishing House, 2005: 404.

[4] ZHOU G, WANG J C, YU F Y, et al. Capillary GC determination of menthol and camphor in compound menthol nasal drops [J]. Pharm J PLA(解放军药学学报), 2006, 22(2): 150-152.

[5] HUANG W Q, HUANG W F. Capillary GC determination of the three components of content in Qufeng oil [J]. J Chin Med Mater(中药材), 2007, 30(9): 1167-1169.

[6] CHEN Z M. Determination of camphor in Suantong spray by GC [J]. Drug Stand China(中国药品标准), 2009, 10(5): 374-376.

[7] Ch.P(2005)Vol Ⅰ(中国药典 2005 年版. 一部) [S]. 2005: 37-38.

收稿日期：2011-10-16