

清目灵滴眼剂中冰片的含量测定

吴清 杜守颖

(北京中医药大学100029)

清目灵滴眼剂由黄芩、冰片、防风、野菊花4味中药组成,具祛风、清热、明目的功能。为控制该制剂的内在质量,我们对成品中黄芩甙、冰片进行含量测定。本文报道成品中冰片的含量测定方法,采用气相色谱法^[1]。

1 仪器与试剂

P-E sigma 2000气相色谱仪;滴眼剂,自制;冰片标准品,中国药品生物制品检定所提供;正十七烷(色谱纯),北京市药检所提供,试剂均为色谱纯。

2 气相条件

担体:Chromasorb W (AW-HDMCS);固定液:15%DEGS;检测器:氢焰;N₂流量:30ml/min;柱长:2.0m;柱温:160℃;气化温度:230℃;检测温度:230℃。

3 标准曲线绘制

精密称取1g正十七烷于500ml容量瓶

中,加乙酸乙酯稀释至刻度,配成0.2%正十七烷乙酸乙酯溶液;精密称取冰片226.3mg于50ml容量瓶中,加入十七烷液稀释至刻度。精密吸取上述冰片十七烷标准液1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0、7.0(ml)分别置于10ml容量瓶中,用十七烷液稀释至刻度。吸取上述各浓度冰片十七烷液0.5μl,按上述测试条件测定,以龙脑、异龙脑峰总面积(AS)与正十七烷峰面积(Ai)之比为纵坐标、冰片浓度为横坐标绘制标准曲线,在0.4526mg/ml~3.1682mg/ml浓度范围内线性关系良好。回归方程为:

$$Y = -0.1606 + 2.5412X, r = 0.9998.$$

4 精密度实验

精密吸取同一样品液,连续进样5次,As/Ai的值分别为0.5573、0.5689、0.5432、0.5561、0.5487。RSD=1.75%。

表1 样品测定结果

批号	x (mg/ml)			\bar{x} (mg/ml)	RSD %
951005	1.259	1.266	1.269	1.265	0.57
951022	1.293	1.284	1.272	1.283	1.16
951117	1.290	1.295	1.307	1.297	0.97

5 样品测定

精密吸取样品液5ml于10ml容量瓶中,加入十七烷液稀释至刻度,充分摇匀,吸取上层液0.5μl进样。结果见表1。

6 加样回收率实验

在已知含量的样品中,精密加入冰片标准品适量,按“样品含量测定”项下操作,结果见表2。

表2 加样回收率试验结果

加入量 mg	测得量 mg	回收率 %	平均回收率 %	RSD %
0.772	0.743	96.24		
0.800	0.791	98.88	96.83	2.66
0.780	0.744	95.38		

参 考 文 献

- [1]王晓平,廖工铁,侯世祥.中国中药杂志 1994; 19(1):25