

气相色谱法测定艾奇康胶囊中龙脑的含量

范 斌¹, 柏 冬², 刘 泓³, 孙 健^{1*}

(1. 中国中医科学院医学实验中心, 北京 100700; 2. 北京中医药大学, 北京 100029;
3. 中国中医科学院中医基础理论研究所, 北京 100700)

[摘要] 目的: 建立中药艾奇康胶囊中龙脑含量的测定方法。方法: 以水杨酸甲酯作为内标, 色谱柱为 HP-5 毛细管柱, FID 检测器程序升温, 高纯氦气作为载气, 流速为 $1 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 。结果: 龙脑在 $0.244 \sim 3.476 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 范围内呈良好的线性关系, 龙脑平均回收率为 99.5%, RSD 为 2.5%。结论: 此方法准确可靠, 重复性好适于测定艾奇康胶囊中龙脑的含量。

[关键词] 气相色谱法; 艾奇康胶囊; 龙脑; 含量测定

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2009)06-0015-03

Determination of Borneol in Aiqikang Capsule by GC

FAN Bin¹, BAI Dong², LIU Hong³, SUN Jian^{1*}

(1. Experimental Research Center, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China;
2. Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 100029, China; 3. Institute of Basic Theory of Traditional Chinese Medicine, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China)

[Abstract] **Objective:** To develop a GC method for determining the content of borneol in Aiqikang capsule. **Methods:** Using methyl salicylate as inter-standard, the content of borneol was assayed on a HP-5 capillary column with a FID detector, a temperature program and high pure helium as a carrier gas with the flow rate of $1 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$. **Results:** The linear range of borneol was $0.244 \sim 3.476 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$. The average recovery of borneol was 99.5% with RSD of 2.5%. **Conclusion:** This method is accurate, reliable and reproducible. It can be used for controlling the quality of Aiqikang Capsule.

[Key words] GC; Aiqikang Capsule; Borneol; content determination

艾奇康胶囊是由三七、紫花地丁、冰片等中药组成, 具有益气、活血的功效, 用于艾滋病人免疫功能低下, 气虚, 热毒瘀阻等证。其中冰片主要成分是互为异构体的龙脑和异龙脑, 其化学结构无特征紫外吸收, 因此薄层扫描法和气相色谱法^[1-4]是测定这类化合物较好方法。本文建立气相色谱法测定艾奇康胶囊中龙脑的含量, 此方法分离效果好, 准确可靠, 重复性好适于测定艾奇康胶囊中龙脑的含量。

1 仪器与试剂

Trace GC 气相色谱仪(FID 检测器)。艾奇康胶囊(艾奇康胶囊均由南通艾奇康药业科技有限公司提供(批号: 070729, 070730, 070731), 龙脑(批号: 110881-200605 中国药品生物制品检定所), 水杨酸甲酯(批号: 110707-200609 中国药品生物制品检定所), 甲醇为色谱纯, 乙酸乙酯、乙醇为分析纯(北京化学试剂公司), 水为重蒸水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 选择了 HP-5 毛细管色谱柱(30 m × 0.32 mm, 0.25 μm), 氢火焰离子检测器; 进样口温度为 240 °C, 检测温度 200 °C; 柱温 100 °C; 载气为高纯氦气, 气体流速: $1 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 分别精密吸取供试品溶液与对照品溶液各 1 μL, 注入气相色谱仪, 结果见

[收稿日期] 2008-12-01

[通讯作者] * 孙 健, Tel: (010) 64014411-3327; E-mail: sunjiankw@163.com

图 1, 龙脑等峰同时达到基线分离, 塔板数按龙脑峰计为 80 000。

2.2 校正因子的测定 取水杨酸甲酯适量, 精密称定, 加乙酸乙酯制成每 1 mL 含 10 mg 的溶液, 作为内标溶液。另取右旋龙脑对照品 8 mg, 精密称定, 置 5 mL 量瓶中, 加内标溶液 1 mL, 加乙酸乙酯稀释至刻度, 摇匀, 吸取 1 μ L, 注入气相色谱仪, 计算校正因子。经计算校正因子为 0.646 3。

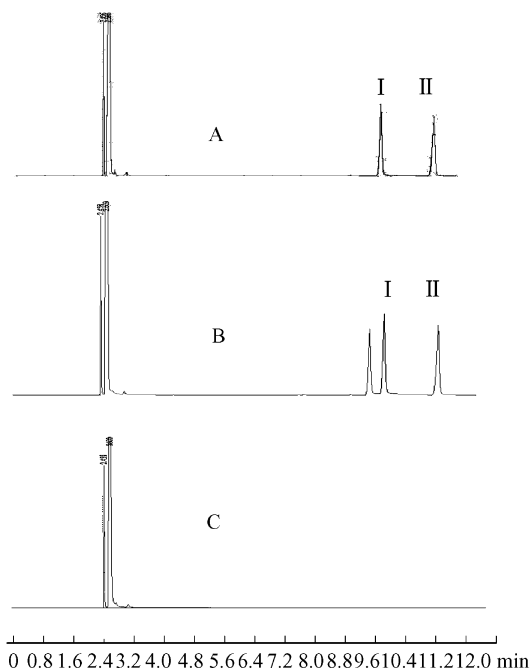


图 1 艾奇康胶囊中龙脑的气相色谱图
A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性对照品
(I. 龙脑; II. 水杨酸甲酯)

2.3 供试品溶液的制备 取本品 6 g, 置 500 mL 圆底烧瓶中, 加入 300 mL 水, 连接挥发油测定器, 自测定器上端加水, 至溢流入烧瓶为止, 再加入乙酸乙酯 1 mL, 连接回流冷凝器, 加热至沸, 并保持微沸 30 min, 放冷, 取乙酸乙酯液, 并用少量乙酸乙酯洗涤测定器上端及回流冷凝器, 合并取醋酸乙酯液, 用无水硫酸钠适量脱水, 滤过, 滤液置 25 mL 量瓶中, 加乙酸乙酯稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.4 阴性空白样品溶液的制备 按处方中药味的比例, 自配不含冰片的群药, 按其工艺制成缺冰片空白制剂, 再按供试品溶液制备方法制备并测定, 结果空白溶液在与对照品相同保留时间处未显色谱峰, 故认为无干扰。

2.5 线性关系考察 精密称取冰片对照品 1.22, 4.13, 8.10, 12.60, 17.38 mg, 精密称定, 置 5 mL 量瓶中, 加内标液(水杨酸甲酯 $11.2256 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$) 1 mL, 加乙酸乙酯溶解并稀释至刻度, 摇匀。分别精密吸

取上述 5 个浓度的冰片对照品溶液各 1 μ L, 注入气相色谱仪, 按上述色谱条件测定, 记录峰面积。以龙脑峰面积/水杨酸甲酯峰面积积分值(X)为横坐标, 龙脑浓度($\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$)为纵坐标, 绘制标准曲线, 计算回归方程, $Y = 0.0211X + 0.6744$ ($r = 0.9998, n = 5$)。结果表明: 冰片在 $0.244 \sim 3.476 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 范围内线性关系良好。

2.6 精密度试验 精密吸取同一供试品溶液(批号: 070729) 1 μ L, 在所确定的条件下, 重复进样 6 次, 求得龙脑的峰面积相对标准偏差 $\text{RSD} = 0.9\%$ 。结果表明仪器的精密度较好。

2.7 稳定性试验 精密吸取同一供试品溶液(批号: 070729) 1 μ L, 分别于 0, 2, 4, 6, 8 h 依次进样, 测得龙脑成分的峰面积相对标准偏差 $\text{RSD} = 1.0\%$, 试验结果表明, 供试品溶液在 8 h 内基本稳定。

2.8 重复性试验 取同一批样品(批号: 070729) 按上述方法制成 5 份供试品溶液, 在所确定的条件下进行测定龙脑, 平均含量 $12.391 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$, 相对标准偏差 $\text{RSD} = 1.9\%$, 表明方法重复性良好。

2.9 加样回收率 精密称取已知含量的样品(批号: 070729) 3 g, 5 份, 分别精密加入龙脑对照品约 40 mg, 按样品测定方法测定, 计算回收率, 结果见表 1。回收率较好, 准确度较高。

2.10 样品测定 取 3 批供试品, 分别精密吸取供试品溶液 1 mL, 内标溶液 1 mL, 置 5 mL 量瓶中, 加乙酸乙酯稀释至刻度, 摇匀, 取 1 μ L 注入气相色谱仪, 按 2.1 色谱条件测定, 按内标法计算样品中龙脑含量, 结果供试品中龙脑含量分别为 12.391, 12.335, $12.334 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ 。

表 1 龙脑加样回收率试验结果

实验号	样品含量 (mg)	加入量 (mg)	实测量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	38.47	39.15	77.93	100.8	99.5	2.5
2	39.63	40.13	78.24	96.2		
3	38.47	39.12	77.75	100.4		
4	37.70	38.92	77.77	102.9		
5	37.58	41.13	77.57	97.2		

3 讨论

本品中冰片用 β -环糊精包合, 故选用挥发油提取器提取冰片, 对供试品溶液制备的提取时间和加水量进行了考察。结果见表 2。

表 2 提取次数及提取时间考察结果

样品号	提取时间(min)	加水量(mL)	提取量(mg·g ⁻¹)
1	15	300	11.04
2	30	300	12.22
3	45	300	11.83
4	30	150	9.86
5	30	450	12.68

冰片在乙醇、乙酸乙酯等溶剂中易溶,但考虑到样品中有些其它复杂成分也会溶于有机溶剂。选择水蒸气蒸馏的方法,可减少杂质成分的干扰。对蒸馏提取时间进行了考察,结果显示加 300 mL 水提取

30 min 即可将冰片提取完全。

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2005: 358, 433, 570, 617, 666.
- [2] 陆敏, 周建科, 阎宏远. 安宫牛黄胶囊中冰片的气相色谱法测定[J]. 上海中医药杂志, 2003, 37(4): 54.
- [3] 周文泉, 曾立威, 周嵩煜, 等. 两种气相色谱法测定珍珠明目滴眼液中冰片的含量[J]. 华西药学杂志, 2004, 19(2): 137.
- [4] 杨立新, 崔淑莲, 刘岱, 等. 气相色谱法测定冰芷滴鼻剂中冰片的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2003, 9(6): 5.