

气相色谱法测定耳炎灵 滴剂中薄荷醇的含量

刘伟*, 孙曙光, 王东, 陈志红
(河南中医学院, 河南 郑州 450008)

耳炎灵滴剂是由黄连提取物、薄荷醇等组成的中药复方滴剂。本文采用了一个新的测定方法以樟脑为内标物, 用大口径毛细管色谱柱, 以 PEG-20M 为固定液, 测定了滴剂中薄荷醇的含量, 并进行了回收率试验。结果表明, 该法灵敏, 分离效果好, 结果稳定可靠。

1 仪器、药品与试剂

HP5890 II 型气相色谱仪, HP3396A 积分仪; 薄荷醇对照品(由中国药品生物制品检定所提供); 樟脑内标物(由河南省郑州市药品检验所提供, 经 GC 测定纯度 99.9%); 耳炎灵滴剂(规格为 2mL/支, 河南中医学院附属医院制剂室制备); 其余所用试剂均为 AR 级。

2 测定方法

2.1 测定条件 色谱柱: 0.53mm × 15m PEG-20M 毛细管柱; 检测器 FID200 °C; 进样器温度 200 °C; 柱温 125 °C; 载气(N₂): 5mL/min; 补充气(N₂): 30mL/min; Air: 350mL/min; 记录衰减为 2³; 线速 0.4cm/min。

2.2 定量校正因子的测定 精密称量薄荷醇对照品 22.60mg, 置 25mL 量瓶中, 加乙酸乙酯溶解并稀释至刻度, 摇匀。另精密称取樟脑 10.24mg 置 10mL 量瓶中, 加乙酸乙酯溶解并稀释至刻度, 摇匀, 做内标液。精密量取薄荷醇乙酸乙酯溶液 0.5、1、2mL, 分别置于 10mL 量瓶中。再精密量取樟脑内标液 1mL, 分别加入以上 3 个容量瓶中, 加乙酸乙酯稀释至刻度摇匀。按上述测定条件, 进样 1μL, 每个浓度各进样 3 次, 计算校正因子为 0.984, RSD= 1.08%。

2.3 线性化范围试验 分别精密量取校正因子项下的薄荷醇对照溶液 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5mL 至 10mL 量瓶中, 分别精

密加入樟脑内标液 1.0mL, 加乙酸乙酯稀释至刻度, 摇匀。各取 1μL 进样, 按上述色谱条件测定, 以薄荷醇与樟脑的峰面积比为纵坐标, 薄荷醇量为横坐标, 绘制标准曲线, 计算回归方程 $Y = -0.05714 + 33.0389X$, $r = 0.9998$, 表明薄荷醇在 0.1130~0.5650μg 之间与 A_i/A_s 成线性关系。

2.4 精密度试验 在上述测定条件下, 对同一样品连续进样 5 次, 每次 1μL, 平均含量为 0.6575%; RSD= 0.51%。

2.5 重现性试验 取同一批号样品(批号 031210)5 份, 按上述条件测定, 每次进样 1μL, 计算平均含量为 0.6319%, RSD= 1.9%。

2.6 阴性样品试验 按耳炎灵滴剂工艺制备阴性样品, 精密量取 1mL, 置 10mL 量瓶中, 用乙酸乙酯稀释至刻度摇匀, 取 1μL 进样, 按上述色谱条件测定得色谱图, 结果表明在薄荷醇和樟脑色谱峰处无干扰峰。

2.7 回收率试验 精密量取校正因子项下的薄荷醇对照品溶液 1mL(薄荷醇 2.260mg)、耳炎灵滴剂 1mL 和内标液 1mL, 置 25mL 量瓶中, 加乙酸乙酯定容稀释至刻度, 摇匀。按上述测定条件取 1μL 进样。计算结果平均回收率为 98.32%, RSD = 0.76%。

2.8 耳炎灵滴剂中所用薄荷醇原料纯度测定 将配制本品所用薄荷醇原料药精密称取适量, 乙酸乙酯定容, 按上述色谱条件测定, 用归一化法测得薄荷醇原料中薄荷醇的含量为 98.32%, RSD= 0.76%。

2.9 样品含量测定 取 3 批不同批号的耳炎灵滴剂样品, 精密量取 1mL, 加内标液 1mL, 置 10mL 容量瓶中, 用乙酸乙酯稀释至刻度摇匀, 取 1μL 进样, 按上述测定条件对样品中薄荷醇含量进行测定, 得色谱图, 以校正因子和内标法计算含量, 结果 3 批含量分别为 6.516mg/mL、6.310mg/mL 和 6.597mg/mL。

3 讨论

色谱柱曾选 3mm × 1.5m、3mm × 2m 不锈钢填充柱, 上试 101 酸洗白色担体 100~200 目, 3%~7% PEG-20M 不同浓度进行分析, 分离效果不理想。最后选用 0.53mm × 15m PEG-20M 大口径毛细管色谱柱, 分离效果较好。

用正十五烷、萘、樟脑为内标筛选物进行比较, 结果以樟脑为最合适。樟脑与薄荷醇分离好且不干扰其它成分。

该分析方法虽然使用了毛细管柱, 但具有测定结果重复性好, 快速, 灵敏度高等特点, 可为耳炎灵滴剂质量标准的建立提供参考方法。

[收稿日期] 2004-11-12

[通讯作者] 刘伟, Tel: (0371) 5575838; E-mail: hnliuwei@sina.com