

# 气相色谱法测定冰芷滴鼻剂中冰片的含量

杨立新<sup>1</sup>, 崔淑莲<sup>1</sup>, 刘 岱<sup>1</sup>, 迟建平<sup>2</sup>

(1. 北京中国中医研究院中药研究所, 北京 100700; 2. 友谊医院, 北京 100053)

**摘要:** 目的: 气相色谱法测定冰芷滴鼻剂中冰片的含量测定。方法: 采用水蒸气蒸馏法提取样品, 气相色谱法含测。色谱条件: 填充柱, 固定液聚乙二醇(PEG)-20M, 气化温度和检测温度 200℃。结果: 三批样品中龙脑含量分别为 0.127%, 0.122%, 0.125%。结论: 该法合理、准确、灵敏、快速, 可作为冰芷滴鼻剂的质控方法。

**关键词:** 龙脑; 内标物水杨酸甲酯; 制剂; 质量

中图分类号: R284.2 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2003)06-0005-02

冰芷滴鼻剂由白芷、川芎、冰片等药味研制而成。具有祛风止痛, 开窍醒神之功效, 临床用于风寒头痛及淤血头痛。方中冰片为君药, 具有抑菌和抗炎作用。从制剂中提取冰片通常采用有机溶剂提取法或萃取法<sup>[1,2]</sup>, 由于本制剂中加入了增溶剂吐温 80, 不宜用萃取制备供试品, 经多次试验建立了用水蒸气蒸馏法净化样品, 以气相色谱法测定制剂中龙脑的含量, 结果表明本法合理、简便、准确、专属性强。

## 1 仪器与试药

日本岛津 GC-7A 气相色谱仪, 龙脑对照品(881-

200001) (-)-Borneol, 内标物水杨酸甲酯(707-9003) Methyl salicylate, 均购自中国药品生物制品检定所。醋酸乙酯和氯仿均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱分析条件** 不锈钢柱 3×200mm; 载体 Chromosorb WAW (60~80 目); 固定相聚乙二醇(PEG)-20M; 涂布浓度 10%; 氢火焰离子检测器; 柱温: 140℃; 气化和检测温度 180℃; 空气 0.5kg/cm<sup>2</sup>; 氢气 0.6kg/cm<sup>2</sup>; 氮气 50ml/min, 灵敏度 10<sup>2</sup>, 衰减 16, 纸速 2.5mm/min。全程分析时间 30min, 龙脑保留时间约为 9min, 水杨酸甲酯保留时间约为 13min。理论板数按龙脑峰计为 1900。

## 2.2 供试品溶液的制备

**2.2.1 校正因子测定** 取水杨酸甲酯适量,精密称定,加醋酸乙酯制成每1ml含5mg的溶液,作为内标溶液。另取龙脑对照品约9mg,精密称定,置5ml量瓶中,加入醋酸乙酯至刻度,制成每1ml含1.8mg的溶液。精密吸取1.6ml置5ml量瓶中,精密加入内标溶液1ml,醋酸乙酯稀释至刻度,摇匀,吸取2μl注入气相色谱仪,连续进样三次,以平均峰面积计算校正因子。按公式(中国药典一部附录39页)计算校正因子。

**2.2.2 供试品溶液的制备** 精密量取样品25ml,置圆底烧瓶中,加水175ml,连接挥发油测定器,测定管中用水充满刻度,再加入2ml醋酸乙酯,回流提取30min,晾置室温,取醋酸乙酯层于25ml量瓶中,以氯仿冲洗挥发油提取器,洗液并入量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,加入无水硫酸钠,作为供试品溶液。分别精密吸取供试品溶液5ml,内标溶液2ml,置10ml量瓶中,加氯仿稀释至刻度,摇匀,取2μl,注入气相色谱仪,测定,即得。

**2.3 线性关系考察和校正因子测定** 精密称取内标物水杨酸甲酯0.5027g,置100ml量瓶中,以醋酸乙酯稀释至刻度,制成每1ml含5.027mg的溶液,作为内标溶液。另取龙脑对照品17.88mg,置10ml量瓶中,以醋酸乙酯溶解并稀释至刻度,制成对照品溶液。精密吸取对照品溶液0.4、0.6、0.8、1.6、2.4、3.2ml置10ml量瓶中,加入内标溶液1ml,以醋酸乙酯稀释至刻度,摇匀,吸取5μl注入气相色谱仪,连续进样3次,测定峰面积,以对照品/内标物峰面积比为纵坐标(Y),对照品进样量(μg)为横坐标,绘制标准曲线,结果表明龙脑在0.35-2.86μg之间呈良好的线性关系。回归方程为  $Y = 0.007459X + 0.529176$ ,  $r = 0.9999$ 。

**2.4 精密度试验** 精密吸取同一份供试品溶液,在拟定的色谱条件下,重复进样5次,求得龙脑峰与内标峰面积比值相对标准偏差 < 2%。

**2.5 稳定性试验** 精密吸取同一份供试品溶液,每隔一定时间进样一次,求得龙脑峰与内标峰面积比值平均值为0.9074,  $RSD = 1.15\%$  ( $n = 5$ ) 结果表明其在28h内基本稳定。

**2.6 重复性试验** 取同批样品制备5份供试品溶液,按上述方法测定,测得含量分别为0.125%, 0.122%, 0.123%, 0.126%, 0.123%, 平均值为0.124%,  $RSD = 1.33\%$  相对标准偏差 < 5%,说明重

复性良好。

**2.7 加样回收率试验** 精密量取已知含量的样品10ml,5份,分别加入龙脑对照品及内标物水杨酸甲酯,余下操作同制剂测定,经测定结果见表1,平均回收率为97.71%,标准偏差为1.63%小于2%,说明方法是可靠的。

表1 龙脑回收率试验结果

样品中含量 (mg)	加入量 (mg)	测出量 (mg)	回收率 (%)
12.373	12.52	24.648	98.04
12.373	12.26	24.155	96.10
12.373	11.65	23.607	96.43
12.373	12.06	24.177	97.88
12.373	12.33	24.718	100.12

**2.8 样品测定** 分别精密吸取供试品溶液与对照品各2μl,按上述色谱条件测定,计算,结果见表2。

表2 样品测定结果

批号	龙脑含量(%) (n=3)
010803	0.127
010806	0.122
010810	0.125

### 3 讨论

**3.1 空白试验表明**,取各味药材(缺冰片),按冰芷滴鼻剂工艺制备空白样品,并按以上述方法操作,在龙脑峰相应的保留时间处,无相应的峰出现,表明其它药材不干扰龙脑的测定。

**3.2 不同提取时间的选择** 对提取时间进行了选择,分别提取15、30、45min;结果表明提取30min已提取完全。

**3.3 本法采用氯仿洗涤并定容**,有利于水分的除去,而且在气相分析时,可改善溶剂峰的拖尾现象。制备供试品溶液时,不宜立即用氯仿稀释至量瓶刻度,应在溶液澄清后,尽可能排除上层的水,再用氯仿调至刻度,然后加入无水硫酸钠脱水,待澄清后,即可进行气相分析。

#### 参考文献:

[1] 国家药典委员会编. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京: 化学工业出版社, 2000. 402.  
[2] 苗三明, 李振国. 现代实用中药质量控制技术[M]. 北京: 人民卫生出版社, 2000. 463.