

气相色谱法测定拨云锭中龙脑的含量^{*}

高文分, 杨先德

(云南省食品药品检验所, 云南昆明 650011)

[摘要]目的:建立用气相色谱法测定拨云锭中龙脑的含量方法。方法:采用HP-INNOWAX毛细管柱,FID检测器。结果:线性范围为0.124~2.480 $\mu\text{g}\cdot\text{uL}^{-1}$, $r=0.9999$;平均回收率为99.2%,RSD=0.39%($n=6$)。结论:该法快速、准确、可靠;可作为拨云锭的质量控制。

[关键词]气相色谱法;拨云锭;龙脑;含量

中图分类号:R284.2 文献标志码:A 文章编号:1000—2723(2010)04—0007—03

拨云锭是国家中药保护品种,收载于《卫生部药品标准》第20册,由炉甘石(煅)、龙胆浸膏、冰片、麝香、没药(制)、硼砂(煅)、芒硝、玄明粉、乳香(制)和明矾(煅)10味中药组成,具有明目退翳,解毒散结,消肿止痛之功效。用于暴发火眼,目赤肿痛,痧眼刺痛,目痒流泪,翼状胬肉,白内障,牙龈肿痛,喉舌红肿^[1]。适用于沙眼,睑缘炎,麦粒肿,急性结膜炎,慢性结膜炎,过敏性角膜炎,化脓性角膜炎,角膜云翳。有研究表明:拨云锭具有广谱抗菌作用,其中对金黄色葡萄球菌,白葡菌,甲、乙型链球菌的抗菌活力最强,低浓度呈较强的抑菌作用,高浓度呈现杀菌作用^[2]。该药对动物的在体试验一家兔试验性角膜溃疡也呈现相同的作用^[3]。拨云锭质量标准中缺少含量测定项,药品内在质量难以评定,本文建立了气相色谱法测定药品中龙脑的含量,为拨云锭的质量控制提供了科学依据。

1 仪器和试剂

Agilent 6890 气相色谱仪;FID 检测器;Agilent 7683 series 自动进样系统。龙脑对照品(中国药品生物制品检定所,含量测定用,批号:110881—200504);水杨酸甲酯(中国药品生物制品检定所,含量测定用,批号:110707—200107)、醋酸乙酯为分析纯。六批拨云锭由云南老拨云堂药业有限公司提供。

2 色谱条件

色谱柱:HP-INNOWAX 毛细管柱(30m $\times$ 0.32mm $\times$ 0.5 μm);以氮气为载气,以FID为检测器,流速1.0mL $\cdot\text{min}^{-1}$;进样口温度:220 $^{\circ}\text{C}$;检测器温度:250 $^{\circ}\text{C}$;程序升温:初始温度80 $^{\circ}\text{C}$,保持2min,以每分钟15 $^{\circ}\text{C}$ 的速率升温至200 $^{\circ}\text{C}$,保持5min;分流比10:1;进样量:1 μL 。

3 溶液的配制

3.1 内标溶液的配制

精密称取水杨酸甲酯对照品125mg置250mL量瓶中,加醋酸乙酯溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

3.2 对照品溶液的配制

精密称取龙脑对照品适量,加内标溶液制成每1mL含0.5mg的溶液,即得。

3.3 供试品溶液的配制

取重量差异项下的内容物,研细,混匀,取0.2g,精密称定,置25mL容量瓶中,加内标溶液适量,超声处理10min,放冷,加内标溶液稀释至刻度,摇匀,静置,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,滤液作为供试品溶液。

3.4 阴性样品溶液的配制

取不含冰片的阴性样品制剂,按上述供试品溶液制备方法制备供试品溶液,即得阴性样品溶液。

4 方法与结果

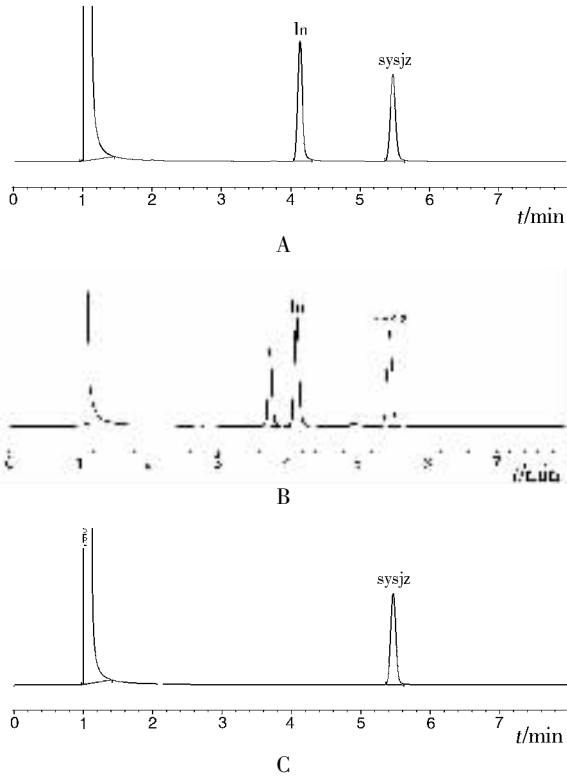
4.1 系统适用性

将溶液按上述色谱条件进样,记录色谱图

* 收稿日期:2010—04—11 修回日期:2010—05—14

作者简介:高文分(1973~),男,云南昆明人,主管药师,主要从事中药分析。

(图 1)。结果显示,龙脑色谱峰的理论塔板数不低于10 000,与内标物分离度大于 2.0。



A. 对照品 B. 样品 (含合成冰片) C. 阴性样品
图 1 拨云锭气相色谱图

4.2 线性关系

精密称取龙脑对照品适量,加内标溶液制成每1mL 含龙脑 2.480mg 的溶液,作为对照品储备液;再精密量取对照品储备液 0.5,1,2,4mL 分别置10mL 量瓶中,加内标溶液稀释至刻度,摇匀,分别吸取上述溶液和储备液 1uL 注入气相色谱仪,测定。以龙脑的浓度 (x) 为横坐标,峰面积比值为纵坐标 (y),得线性回归方程为 $y = 2.4323x - 0.0133$, $r = 0.9999$,结果表明龙脑在 0.124 ~ 2.480ug · uL⁻¹ 范围内呈现良好的线性关系。

4.3 精密度试验

取“3.2”项下的对照品溶液,按上述色谱条件,连续进样 6 次,测得 RSD 为 0.74%,表明仪器精密度良好。

4.4 稳定性试验

取同一供试品溶液,分别于 0,4,9,14,19,24 h 进样测定并计算峰面积的比值。测得 RSD 为 1.92%。表明供试品溶液在制备后 24 h 内

基本稳定。

4.5 重复性试验

取同一样品,平行制备 5 份供试品溶液,按上述色谱条件测定并计算。测得 RSD 为 0.66%。表明方法的重现性良好。

4.6 加样回收率试验

精密称取已知含量的同一样品 0.1g,平行 6 份,分别置于 25mL 量瓶中,加入龙脑对照品适量,放置挥干,加内标溶液适量,超声处理 10 min,加内标溶液稀释至刻度,摇匀,静置,用微孔滤膜 (0.45um) 滤过,滤液作为供试品溶液。依法操作,进样按样品测定方法测定并计算加样回收率,结果见表 1。

表 1 加样回收率试验结果 (n=6)

样 品 理论量 /mg	加入量 /mg	实测量 /mg	回收率 /%	平 均 回收率 /%	RSD /%
5.833	5.84	11.663	99.83	99.2	0.39
5.892	5.84	11.685	99.19		
5.855	5.84	11.628	98.85		
5.866	5.84	11.640	98.87		
5.859	5.84	11.650	99.16		
5.827	5.84	11.642	99.57		

4.7 含量测定

取不同批次的拨云锭样品,按供试品溶液的配制项下制备供试品溶液,每个批次的样品平行制备 2 份,测定龙脑的含量,结果见表 2。

表 2 拨云锭中龙脑的含量 (n=2)

样品批号	龙脑 (mg/锭)
20060601	8.40
20060602	8.47
20061001	8.93
20061002	9.81
20070201	10.08
20070501	11.68
20080102	10.52
20080101	9.58

5 讨论

5.1 内标物的选择

在内标物的选择上，分别加入适量的正十五烷、水杨酸甲酯、萘等内标物，在同样的色谱条件下操作，结果三种物质与待测物的分离效果都很好，而采用水杨酸甲酯分析时间相对较短，故选择水杨酸甲酯作为内标溶液。

5.2 柱温的选择

气相色谱中，组分在色谱柱上的保留行为是极性与沸点综合影响的结果。而待测组分的沸点在 100℃ 以上，经过选用不同初温、终温及升温速率试验，将柱温定为 80℃，采用程序升温：初始温度 80℃，保持 2min，以每分钟 15℃ 的速率升温至 200℃，保持 5min；分流比 10:1。使待测组分快速出峰，结果使用上述色谱条件各待测组分塔板数高，分离效果好。

5.3 样品提取方法的选择

拨云锭为固体制剂，测定溶剂的选择是首要问题。为此，进行了几种方法的比较：取本品 0.2g，分别加入无水乙醇、乙酸乙酯、丙酮等溶剂 10mL 搅拌，观察各种溶剂的溶解情况，结果用乙酸乙酯

的提取效果较好，容易操作，同时参照《中国药典》2005 年版一部^[4]冰片药品标准，故选用乙酸乙酯作为测定的提取溶剂。

5.4 超声时间的选择

本次试验对超声时间进行了考察，依次测定了超声提取 5，8，10，15min 龙脑含量测定的结果。结果表明采用乙酸乙酯为溶剂，超声提取 10min 时，龙脑已提取完全。

本次试验建立的 GC 方法测定拨云锭中龙脑的含量。方法简单、重现性高，为拨云锭提供可靠的质量控制依据。

[参考文献]

[1] 卫生部. 药品标准. 第二十册 WS3—B—3875—98 [S]. 1998 : 170.
[2] 王迪, 郑英, 陈金秀. 拨云锭眼药对 9 种常见致病菌的体外抗菌作用观察 [J]. 眼科研究, 2002, 20 (4): 365 - 366.
[3] 宋 鹏. 拨云锭对家兔实验性角膜溃疡的治疗效应 [J]. 现代应用药学, 1989, (2): 1 - 2.
[4] 国家药典委员会. 中国药典 (一部) [M]. 北京 : 化学工业出版社, 2005 : 194 - 195.

(编辑 : 岳胜难)

Determination of Borneol in Boyunding by GC

GAO Wen - fen , YANG Xian - de

(Yunnan Institute for Drug Control , Kunming Yunnan 650011 , China)

[ABSTRACT] Objective : A specific GC method was developed for the measurement of Borneol in Boyunding . Methods : A HP - INNOWAX capillary column was used , with FID as detector . Results : The calibration curves of Borneol was in good linearity over the ranges of 0. 124 ug · u L⁻¹ ~ 2. 480ug · u L⁻¹ (r = 0. 9999). The average recoveries were 99. 2% with RSD 0. 39% . Conclusions : This method is simple , rapid and accurate with good reproducibility , it is suitable for the quality control of Boyunding.

[KEY WORDS] GC ; Boyunding ; Borneol ; Determination

《云南中医学院学报》 欢迎网上投稿
网 址 : www.ynzyxyxb.cn