

冰硼软膏中冰片的含量测定

车振国 俞 滢¹(台州 317700 浙江台州市椒江中医院;¹ 杭州 310004 杭州教育学院)

摘要 用气相色谱法对冰硼软膏中的冰片含量进行测定,其线性范围为 5~403 $\mu\text{g}/\text{ml}$,检测灵敏度为 2 μg ,回收率在 98%以上。

关键词 冰片;气相色谱法

Determination of borneol in Bingpeng ointment

Mu Zhenguo (Mu ZG), Yu Ying (Yu Y) (Taizhou City Jiaojiang Traditional Medicine Hospital, Taizhou 317700)

ABSTRACT A method of gas chromatography for determination of borneolum syntheticum was described. The linear relationship is good in the range 5~403 $\mu\text{g/ml}$, the limit of determination was over 2 μg , the average recovery of borneolum syntheticum came up to 98% the RSD was 1.02%.

KEY WORDS borneolum syntheticum, gas chromatography

冰硼软膏主要由冰片、硼砂、朱砂和玄明粉等为主药组成,由于硼砂、朱砂和玄明粉均不溶于有机溶剂,本品参考有关文献,经乙醇提取后在溶剂中主要是冰片和一些软膏基质成分,用气相色谱法测定,方法简便准确。

1 实验部分

1.1 仪器:岛津 GC-15A 气相色谱仪;FID 检测器;C-R4A 计算机及处理系统;色谱柱:5%OV-17 色谱柱,柱长 2m。

1.2 药品与试剂:冰片对照品(衢州市妇幼保健院药剂科,含量 99.82%),其余试剂均为分析纯。

1.3 色谱条件:色谱柱为 5%OV-17 固定相,检测器为 FID,载气为氮气,流速:60ml/min;色谱柱温:80 $^{\circ}\text{C}$;汽化温度:200 $^{\circ}\text{C}$;检测温度:200 $^{\circ}\text{C}$ 。

2 实验结果

2.1 线性范围:精密称取冰片对照品约 0.2g 于 100ml 量瓶中,加 95% 的乙醇至刻度,摇匀,作备用液,将备用液分别稀释 5, 10, 25, 100 和 400 倍,准确量取 2 μl ,注入气相色谱仪,在上述色谱条件下,冰片色谱峰与冰片浓度呈良好的线性关系,相关系数 r 为 0.9999,线性方程为: $A = -1660.2 + 399.1c$,线性范围为:5~403 $\mu\text{g/ml}$,结果浓度 c ($\mu\text{g/ml}$) 在 5.038, 20.15, 80.60, 201.5 和 403.0 时,冰片的色谱峰面积 A 分别为 1482, 6398, 29047, 79235, 159346。

2.2 灵敏度:精密称取冰片对照品适量,加 95% 乙醇稀释成每 1ml 含冰片 10 μl 的溶液,再分别稀释 2, 5 和 10 倍,分别注入气相色谱仪,按上述色谱条件进行分析,至峰高为基线噪音的 3 倍左右,测得其灵敏度为 2 $\mu\text{g/ml}$,见图 1。

2.3 干扰情况:按处方配制缺冰片的模拟空白溶液,按含量测定方法制成空白溶液,按上述条件分析,无任何干扰峰,见图 2。

2.4 样品处理方法:取本品 0.25g,精密称定,加入适量 95% 乙醇混合,超声振荡 20min,用 20ml 左右的乙醇将样品液定量移至 100ml 量瓶中,用三氯甲烷定容至刻

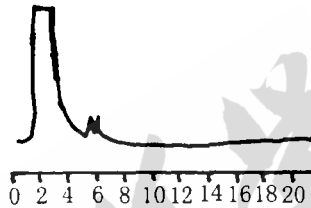


图 1 冰片的检测灵敏度

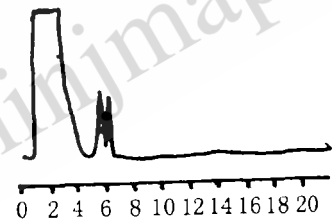
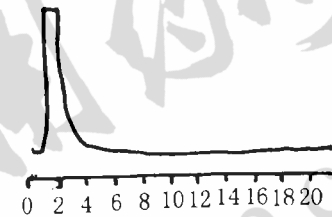


图 2 冰片与基质分离

度,摇匀,过滤,取续滤液 2 μl 进行气相色谱分析。

2.5 测定重现性:精密称取同一批号的冰硼软膏 5 批各 0.25g,同上进行样品处理,按含量测定方法,测得含冰片标示量分别为:98.7%, 100.8%, 100.7%, 98.9% 和 99.2%,结果: $\bar{x} \pm s$ 为 99.65 ± 1.02 , $RSD = 1.02\%$ 。

2.6 样品回收率:按处方配制模拟空白制剂,分别精密称取冰片对照品适量,加入上述空白基质中搅拌均匀,按上述方法测定冰片的含量,计算回收率,结果见附表。

2.7 含量测定方法:冰片采用气相色谱法(中国药典 1995 年版二部附录 27 页)测定。

系统适用性试验:用 5% 的 OV-17 为固定相,氮气为流动相,氮气流速为 60ml/min,检测器为 FID 汽化室

附表 气相色谱法测定冰片回收率结果

n	1	2	3	4	5
基质量(g)	0.25	0.26	0.25	0.25	0.24
冰片加入量(mg)	3.02	5.04	7.05	9.07	11.08
测得量(mg)	2.99	5.01	7.06	8.96	10.98
回收率(%)	99.08	99.39	100.2	98.81	99.06
S	1.5	1.9	1.2	1.4	1.0

温度在 200℃,柱温为 80℃,检测室温度为 200℃,在此条件下,冰片与基质完全分离,见图 2。

结果表明,本品在 12 ~ 46mg/g 的范围内,加样回收率良好。

供试品溶液的制备与测定:精密称取本品适量(约

相当于冰片 50mg),置小烧杯中,加适量 95%乙醇(约 10ml),用超声波处理 20min,用 95%乙醇 10ml 将样品定量转移至 100ml 量瓶中,加氯仿定容至刻度,摇匀,取 2 μ l 注入气相色谱仪测定,计算,即得。

按上述方法测得 5 批样品的冰片含量,含冰片为标示量的 100.3%,93.8%,91.7%,112.9%和 100.4%。

3 讨论

冰硼软膏中的冰片经乙醇提取后,辅料及其它干扰成分较少,提取率高,用气相色谱测定,方法简便可靠。

冰片的乙醇提取液用氯仿稀释定容,可减小气相色谱的溶剂峰,排除溶剂峰对冰片测定的干扰影响。

收稿日期:1997-10-24