

气相色谱法测定苏冰贴剂中冰片的含量

林 宏(天津 300074 天津儿童医院)

苏冰贴剂是以冰片为主药,配以苏合香经加工制成的贴剂(每片内含冰片 100mg),具有芳香开窍,理气止痛之功,治疗冠心病、心绞痛疗效显著。方中苏合香因产地来源不同所含有有机酸的种类与数量不同,含量限度难以掌握。根据冰片特性,采用气相色谱法进行分析,取得很好效果。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

日本岛津 GC-9A 气相色谱仪;乙酸乙酯(优级纯);正十七烷(色谱纯);冰片对照品(中国药品生物制品检定所)。

1.2 色谱条件

色谱柱: $\phi 3\text{ mm} \times 2\text{ m}$ 玻璃柱;检测器:氢焰离子化检测器;担体:101 酸洗白色担体(60~80目);固定液:15% 二乙二醇丁二酸酯;柱温:150℃;气化室温:190℃;载气:高纯氮;流速:60ml/min;氢气:0.6kg/cm²;空气:0.5kg/cm²。

1.3 标准溶液的配制

1.3.1 精称约 0.2g 冰片对照品,置 50ml 量瓶中以乙

酸乙酯定容,制成冰片标准溶液。

1.3.2 内标溶液的配制 精称约 0.2g 正十七烷,置 50ml 量瓶中,以乙酸乙酯定容,作为内标溶液。

1.3.3 标准曲线的绘制 分别精密吸取上述冰片标准溶液 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5 和 3ml, 置 10ml 量瓶中,加乙酸乙酯至刻度摇匀,然后各取 1 μl 进样,绘制工作曲线,冰片含量在 2~12 $\mu\text{g}/\mu\text{l}$ 之间时积分值与峰面积成正比,其回归方程为: $Y = 294917 X - 32001$ (X 为冰片含量), 相关系数 $r = 0.9987$ ($n = 6$)。

1.3.4 校正因子的测定 取上述内标液和对照品溶液各 1 和 2 μl , 分别进样,测得平均校正因子 $f = 1.2012$ 。

1.3.5 样品含量测定 取 2 片样品剪成 $0.5 \times 0.7\text{ cm}^2$ 的小块,置于 100ml 具塞锥形瓶中,精密加入乙酸乙酯 25ml, 加塞摇动片刻,放置过夜,作为供试品溶液。

精密移取供试品溶液 10ml 和内标液 10ml, 混匀, 备用。取上述混合液约 5ml, 置 10ml 离心管内以 3000r/min 速度离心 2min, 取上清液 2 μl 进样。



图 1 样品的气相色谱图

1 - 溶剂峰; 2 - 内标峰; 3 - 异龙脑; 4 - 龙脑

1.4 回收率试验

取未加冰片的样品 2 片,按样品溶液的制备方法制成供试液,然后精密加入一定量的冰片标准品,按样品测定方法测定冰片含量,计算其回收率,结果见表 1。

表 1 回收率测定结果

编 号	投入量/ $\text{mg} \cdot \text{ml}^{-1}$	测得量/ $\text{mg} \cdot \text{ml}^{-1}$	回收率/ %
1	98.8	97.97	99.2
2	100.0	101.0	101.0
3	100.1	100.5	100.4
4	99.0	98.01	99.0
5	99.5	98.20	98.7
平均回收率为 99.66 %		CV = 0.9918 %	

1.5 精密度实验

测定冰片对照品溶液 6 次,进样次数 1, 2, 3, 4, 5 和 6 的峰面积 (μVs) 分别为 86443, 87318, 84900, 81458, 84481 和 86263。经统计学处理: $\bar{x} \pm s = 85144 + 2011.6$, $\text{CV} = 2.36\%$ 。

1.6 3 批样品含量测定

采用上述方法测定 3 批苏冰贴剂样品,结果见表

2。

表 2 样品含量测定结果

批 号	峰面积/ μVs	冰片含量/ $\mu\text{g} \cdot \mu\text{l}^{-1}$	相当于标示量/ %
951001	59305	7.896	98.7
951002	56552	7.768	97.1
951003	57531	7.712	96.4

2 讨 论

2.1 冰片的气相色谱分析报道较多,但贴剂的检测鲜有报道。另外采用内标法测定龙脑与异龙脑保留时间间隔较短,分离度虽达到要求但图谱显示分离效果不理想,采用本法测定龙脑与异龙脑保留时间相差 2 min 左右,分离效果满意。

2.2 常用固定液 OV-17,聚乙二醇等经试验效果不理想,我们采用 5% ~ 10% 的二乙二醇丁二酸酯作固定液,同时在 100 ~ 200 °C 之间筛选适宜的柱温和气化室温度,发现柱温 150 °C,气化室温度 190 °C,时峰不脱尾,分离较好,但分离度不理想,保留时间短。于是采用 15% 的二乙二醇丁二酸酯取得很好分离效果,一次色谱过程在 20 min 之内完成,简便快捷,适合生产需要,便于控制产品质量。冰片含量在 2 ~ 12 $\mu\text{g}/\mu\text{l}$ 范围内峰面积与积分值呈良好线性关系,符合分析要求。

收稿日期:1998 - 10 - 12