

气相色谱法测定神香苏合丸中冰片的含量

张 伟,沈亚华

(杭州胡庆余堂药业有限公司,杭州 310016)

摘 要: 采用 PEG-20M 石英毛细管柱,柱温 140 °C, FID 检测器温度 280 °C,以正十八烷为内标,对神香苏合丸中的冰片进行含量测定。冰片在 30~430 $\mu\text{g/mL}$ 范围内线性关系良好, $r=0.999\ 8$ 。平均加样回收率为 98.7% (RSD=1.6%)。运用气相色谱法测定神香苏合丸中冰片的含量,方法简便准确、重复性好,可作为神香苏合丸质量控制方法之一。

关键词: 神香苏合丸;冰片;气相色谱法

中图分类号: R927.11

文献标识码: A

文章编号: 1671-8798(2010)02-0085-04

Determination of content of borneol in Shenxiang Suhe pill by GC

ZHANG Wei, SHEN Ya-hua

(Huqing Yutang Pharmaceutical Co., Ltd., Hangzhou 310016, China)

Abstract: The determination was carried out on a PEG-20M capillary column with temperature of 140 °C, FID detector with temperature of 280 °C. The method with internal standard of $n\text{-C}_{18}\text{H}_{38}$ was used to determine the content of borneol in Shenxiang Suhe pill. The borneol sample showed a good linear relationship at the range of 30~430 $\mu\text{g/mL}$ with $r=0.999\ 8$. The average recovery was 98.7% with a RSD of 1.6%. The method of gas chromatography applied in the determination of Shenxiang Suhe pill, is simple, accurate, reproducible and can be used for the quality control the Shenxiang Suhe pill.

Key words: Shenxiang Suhe pill; borneol; gas chromatography (GC)

神香苏合丸为《中华人民共和国卫生部药品标准》收录的品种,是杭州胡庆余堂药业有限公司独家生产的中药保护品种。神香苏合丸主要由麝香、冰片、苏合香、安息香、乳香、沉香等组成,具有温通宣痹、行气化浊的功效,现代临床多用于治疗胸闷、气憋、心绞痛和气厥、心腹疼痛等及冠心病具有上述症候者。方中冰片具有通窍、散热、消炎、止痛等功效,是治疗胸痹症的有效组分之一,但冰片具有强烈的挥发性。为了更好地控制该制剂的质量,笔者采用气相色谱法,以正十八烷为内标,对神香苏合丸中冰片的含量进行了测定^[1-3],取得了较满意的结果。

收稿日期: 2009-10-21

作者简介: 张 伟(1971—),男,浙江杭州人,工程师,主要从事中药及保健食品研制开发。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

1.1.1 仪器

Agilent 6890N 气相色谱仪, Agilent 化学工作站(A.10.02 版), KQ2200 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

1.1.2 试剂

冰片对照品(批号:110743-200504, 中国药品生物制品检定所), 正十八烷对照品(批号:111636-200402, 中国药品生物制品检定所); 分析纯乙酸乙酯(批号:20020403, 临安青山化工试剂厂); 神香苏合丸(杭州胡庆余堂药业有限公司)。

1.1.2.1 内标溶液的配制 精密称取正十八烷 200.0 mg, 加乙酸乙酯溶解后, 转移至 10 mL 量瓶中, 用乙酸乙酯稀释至刻度, 混匀, 作为内标溶液。

1.1.2.2 对照品溶液的配制 精密称取冰片对照品 25.0 mg, 加乙酸乙酯溶解后, 转移至 50 mL 量瓶中, 用乙酸乙酯稀释至刻度, 混匀, 作为对照品溶液。

1.2 色谱条件

PEG-20M 石英毛细管柱(DB-WAX 123-7032, 柱长 30 m, 内径 0.32 mm, 膜厚度 0.25 μm); 柱温 140 $^{\circ}\text{C}$, 进样口温度 200 $^{\circ}\text{C}$, FID 检测器温度 280 $^{\circ}\text{C}$; 载气: 氮气 45 mL/min, 氢气 45 mL/min, 空气 450 mL/min; 分流比 20:1。

1.3 试验方法

1.3.1 样品溶液的制备

取神香苏合丸 1 g, 研碎, 精密称量, 置具塞锥形瓶中, 加乙酸乙酯 40 mL, 超声提取 60 min, 滤过, 滤液置 50 mL 量瓶中, 精密加入内标溶液 0.25 mL, 用乙酸乙酯稀释至刻度, 混匀, 作为样品溶液。

1.3.2 分析方法

精密吸取样品溶液 2 μL , 注入气相色谱仪, 测定。

2 结果与讨论

2.1 保留时间、分离度和理论板数的测定

精密量取对照品溶液 3.0 mL, 置 10 mL 量瓶中, 精密加入内标溶液 0.05 mL, 加乙酸乙酯稀释至刻度, 摇匀。吸取 2 μL 注入气相色谱仪, 测定。在拟定的色谱条件下, 异龙脑的保留时间为 4.2 min, 龙脑的保留时间为 4.6 min, 内标正十八烷的保留时间为 5.9 min, 异龙脑和龙脑的分离度为 4.5, 异龙脑与龙脑的理论板数均大于 20 000。

2.2 线性关系考察及校正因子的测定

2.2.1 线性关系考察

精密量取对照品溶液 0.6, 2.6, 4.6, 6.6, 8.6 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加入内标溶液 0.05 mL, 加乙酸乙酯至刻度, 摇匀。吸取 2 μL 注入气相色谱仪, 测定。以龙脑与异龙脑峰面积之和与内标物峰面积的比值为纵坐标, 以冰片与内标物进样量的比值为横坐标, 绘制标准曲线。结果为冰片在 30~430 $\mu\text{g/mL}$ 范围内线性关系良好, 回归方程为: $y=0.7569x-0.093$, $r=0.9998$ 。

2.2.2 校正因子的测定

精密称取正十八烷适量, 加乙酸乙酯制成每 1 mL 含 20 mg 的溶液, 作为内标溶液。另取冰片对照品 25 mg, 精密称量, 置 50 mL 量瓶中, 加乙酸乙酯溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。精密量取对照品溶液 3.0 mL, 置 10 mL 量瓶中, 精密加入内标溶液 0.05 mL, 加乙酸乙酯稀释至刻度, 摇匀。吸取

2 μ L,注入气相色谱仪,计算校正因子。冰片(以龙脑与异龙脑之和计算)的相对校正因子为1.375 0,RSD值为0.6%($n=6$)。

2.3 加标回收率测定

取神香苏合丸样品粉末(批号:051205)6份各1 g,精密称量,再精密加入2.5 mg的冰片对照品,加乙酸乙酯40 mL,冰水浴中超声提取60 min,过滤,滤液置50 mL量瓶中,精密加入内标溶液0.25 mL,加乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀。吸取2 μ L,待仪器稳定后,重复进样,测定。回收率平均值为98.7%,RSD值为1.6%,说明本方法准确度较高(表1)。

2.4 重复性试验

取神香苏合丸样品粉末(批号:051205)6份各1 g,精密称量,步骤同1.3,结果样品含量平均值为2.45 mg/g,RSD值为1.5%,说明本方法重复性较好。

2.5 稳定性试验

取神香苏合丸样品粉末(批号:051205)1 g,精密称量,步骤同1.3,结果6次测定平均值为2.43 mg/g,RSD值为1.7%,说明本方法稳定性较好。

2.6 专属性试验

取神香苏合丸样品粉末(批号:051205)及缺冰片的阴性样品粉末各1 g,分别精密称量,步骤同1.3,结果样品色谱图中呈现与对照品保留时间相同的色谱峰;阴性样品色谱图中相应位置上无干扰峰出现,说明处方中其他成分对测定结果无影响(图1)。

表1 加标回收率试验结果

Table 1 The recoveries of spiked samples					
编号	实测值/ mg	样品中 含量/mg	加入对照品 量/mg	回收率/ %	RSD/ %
1	4.962 4	2.457 4	2.50	100.2	1.6
2	4.872 2	2.464 7	2.50	96.3	
3	4.924 6	2.463 2	2.50	98.4	
4	4.962 5	2.451 9	2.50	100.4	
5	4.953 4	2.468 4	2.50	99.4	
6	4.892 4	2.454 9	2.50	97.5	

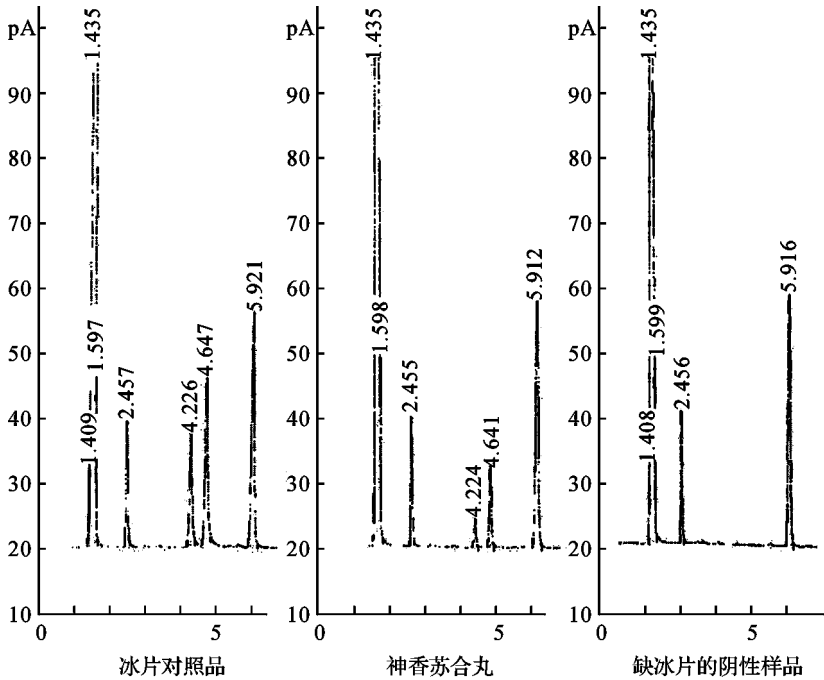


图1 供试品 GC 色谱图

Fig.1 The chromatogram of samples

2.7 样品分析测定

精密吸取样品溶液 2 μ L,注入气相色谱仪,测定结果见表 2。

3 结 语

神香苏合丸源自清代名医张璐玉医籍《张氏医通》,是在汲取古方精华的基础上,结合现代科研与新技术研制而成的。方中冰片是主要的有效成分之一,其含量的多少与药物疗效密切相关。由于冰片挥发性强,在制剂的生产、运输、储存过程中较易损失,因此对制剂中冰片的含量进行测定具有重要意义。

冰片主要成分为异龙脑和龙脑^[4-5],在本试验拟定的色谱条件下,异龙脑和龙脑可达到完全分离,神香苏合丸中其他成分对冰片的含量测定无干扰。本试验采用正十八烷作为内标物,其保留时间与异龙脑和龙脑的保留时间较近,且彼此能完全分开,可尽量抵消因仪器稳定性和进样量不准确带来的误差。气相色谱仪用于检测挥发性物质灵敏度高、准确度高。通过精密度、准确度的验证,试验结果良好,说明本方法可用于神香苏合丸中冰片的质量控制。

表 2 神香苏合丸中冰片的含量		
Table 2	The content of borneol in Shenxiang Suhe pill	mg/g
批号	样品含量	平均含量
050201	2.41	2.37
050402	2.52	
050603	2.29	
051004	2.20	
051205	2.45	

参考文献：

[1] 宋洪涛,郭涛,李丽王.气相色谱法测定麝香保心丸中冰片的含量[J].中国药师,1999,2(6):317-318.

[2] 杨丽,弥宏,陈颖.颈痛万全膏中冰片的气相色谱法测定[J].中国社区医师:医学专业半月刊,2008,10(192):24-25.

[3] 张小龙.气相色谱法测定加味藿香正气丸中百秋李醇、厚朴酚、和厚朴酚含量[J].中国药师,2008,11(1):46-48.

[4] 国家药典委员会.中华人民共和国药典一部[M].北京:化学工业出版社,2005:98-99.

[5] 常新全,丁丽霞.中药活性成分分析手册[M].北京:学苑出版社,2002:790-799.