

- [9] 黄国清. 药食两用花卉中营养元素的光谱测定[J]. 光谱学与光谱分析 2005 20 (3): 376-378.
- [10] LAURENT N. Determination of sodium potassium calcium

and magnesium content in milk products by flame atomic absorption spectrometry (FAAS): a joint ISO/IDF collaborative study[J]. *Inter Dairy J* 2008 18: 899-904.

气相色谱法测定复方薄荷脑洗剂中樟脑与薄荷脑含量

黄文涛 张耕 程璐

(武汉市第一医院制剂中心 430022)

[摘要] 目的 建立气相色谱法同时测定复方薄荷脑洗剂中樟脑和薄荷脑两组分的含量。方法 以萘为内标, 环己烷作为溶剂, 色谱柱为岛津 CBP-M25-025(25 m×0.22 mm, 0.25 μm), 聚乙二醇-20M 为固定相, 载气为氮气, 柱温 150 ℃, 进样口和检测器温度均为 220 ℃, 以 FID 氢火焰离子化检测器测定。结果 樟脑、薄荷脑浓度分别在 0.51 ~ 5.06 mg·mL⁻¹ ($r = 0.9999$) 和 0.26 ~ 2.61 mg·mL⁻¹ ($r = 0.9999$) 范围内与内标物峰面积比呈良好线性关系; 樟脑的平均回收率为 99.3% (RSD=0.67%), 薄荷脑的平均回收率为 99.1% (RSD=0.88%)。结论 该方法简便、快速、准确, 重复性好, 可以用于复方薄荷脑洗剂的质量控制。

[关键词] 樟脑; 薄荷脑; 薄荷脑洗剂; 复方; 含量测定

[中图分类号] R286; R927.1

[文献标识码] A

[文章编号] 1004-0781(2011)08-1083-03

复方薄荷脑洗剂(制剂文号: H20083025)是武汉市第一医院的医院制剂,由薄荷脑、樟脑用乙醇溶解,将苯酚液化,分别加入到基质中制得,其中含樟脑 1%、薄荷脑 0.5%。该制剂具有清凉止痒、消毒洁肤的作用,用于皮肤瘙痒症等。为了控制质量,笔者参考文献[1-2],采用气相色谱(gas chromatography, GC)法测定该制剂中的薄荷脑和樟脑含量。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 气相色谱仪(日本岛津 GC-14C), 浙大 N2000 色谱工作站, 电子天平(德国 Sartorius ME215S, $d=0.01$ mg)。

1.2 试剂 樟脑对照品(中国药品生物制品检定所, 含量测定用, 批号: 110747-200507), 薄荷脑对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 110728-200506), 萘(中国药品生物制品检定所, 内标物, 批号: 111673-200602), 复方薄荷脑洗剂(武汉市第一医院生产, 批号: 100117, 100312, 100423), 环己烷(色谱纯, 天津市四友精细化学品有限公司)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适应性 色谱柱: 岛津 CBP-

[收稿日期] 2010-12-20 [修回日期] 2011-02-23

[作者简介] 黄文涛(1979-), 男, 湖北武汉人, 药师, 学士, 主要从事药物制剂工作。电话: (0) 13971198743, E-mail: aspirinum@gmail.com。

[通讯作者] 张耕(1965-), 男, 湖北仙桃人, 主任药师, 硕士, 研究方向: 新制剂。电话: (0) 13607167162, E-mail: zhanggen888@126.com。

M25-025(25 m×0.22 mm, 0.25 μm); 以聚乙二醇-20M 为固定相, 涂布浓度为 10%; 载气: 氮气; 氮气流速: 40 mL·min⁻¹; 氢气流速: 30 mL·min⁻¹; 空气流速: 400 mL·min⁻¹; 柱温: 150 ℃; 进样口温度和检测器温度均为 220 ℃; FID 为检测器; 进样量 1 μL; 理论塔板数按樟脑计不低于 1500。樟脑、薄荷脑、内标物峰的分度应符合要求。

2.2 内标溶液的制备 取萘适量, 精密称定, 加环己烷制成每毫升含萘 1 mg 的溶液, 即得。

2.3 对照品溶液的制备 精密称定樟脑、薄荷脑对照品适量, 加环己烷溶解, 制成每毫升分别含樟脑、薄荷脑 1 和 0.5 mg 的溶液, 即得。

2.4 供试品溶液的制备 取本品 2.0 g, 精密称定, 置 25 mL 量瓶中, 加内标溶液至刻度, 振摇 20 min, 即得。

2.5 线性关系考察 精密称取樟脑对照品 202.3 mg, 薄荷脑对照品 104.2 mg, 置 20 mL 量瓶中, 加内标溶液溶解并稀释至刻度, 得对照品储备液。精密量取该储备液 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL 至 10 mL 量瓶中, 加内标溶液至刻度, 摇匀, 各精密量取 1 μL, 进样测定峰面积, 以樟脑、薄荷脑与内标物的峰面积比(Y)为纵坐标, 对照品溶液浓度(X)为横坐标, 绘制标准曲线, 得樟脑、薄荷脑的回归方程分别为: $Y = 29\ 802.7X + 509.6$ ($n = 6$), $r = 0.9999$; $Y = 10\ 025X + 9.9$ ($n = 6$), $r = 0.9999$ 。结果表明樟脑、薄荷脑浓度分别在 0.51 ~ 5.06 及 0.26 ~ 2.61 mg·mL⁻¹ 范围内有良好的线性关系。

2.6 专属性实验 照本品处方及生产工艺, 分别制备樟脑阴性样品溶液、薄荷脑阴性样品溶液、樟脑薄荷脑

阴性样品溶液 同“2.4”项制备阴性供试品溶液,各取 1 μL 按拟定的色谱条件进行测定。结果供试品溶液主峰的保留时间与对照品溶液主峰的保留时间一致,空白对照在樟脑、薄荷脑对照品色谱峰相应的保留时间处没有出峰,表明样品中樟脑、薄荷脑峰与其他组份色谱峰达到分离效果,阴性样品中色谱峰对测定无干扰,表明本法可行。见图 1。

2.7 精密度实验 取同一份对照品溶液,重复进样 6 次,以樟脑、薄荷脑与内标物的峰面积比计算 RSD,樟脑为 0.54%,薄荷脑为 0.62% 精密度良好。

2.8 重复性实验 取复方薄荷脑洗剂(批号:100117)按“2.4”项制备方法平行制备 6 份,照供试品测定方法测定其含量,结果樟脑、薄荷脑分别为标示含量的 97.5%,98.6%,RSD 分别为 1.34%,1.21%,说明本法重复性良好。

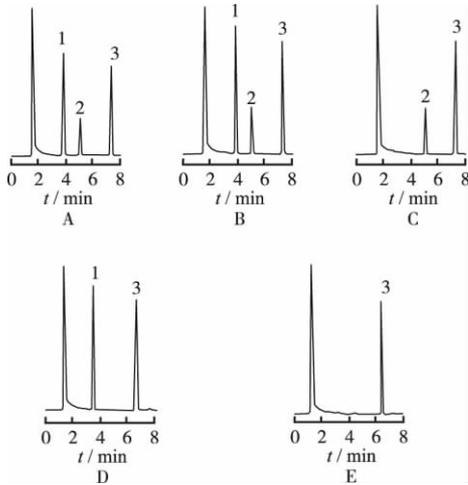


图 1 5 种溶液的 GC 图

A. 对照品; B. 样品; C. 缺樟脑的阴性溶液; D. 缺薄荷脑的阴性溶液; E. 缺樟脑薄荷脑的阴性溶液; 1. 樟脑; 2. 薄荷脑; 3. 萘(内标物)

2.9 稳定性实验 取复方薄荷脑洗剂(批号:100117)适量,按“2.4”项制备供试品溶液,在相同色谱条件下分别于 0,3,6,9,12 h 测定,以樟脑、薄荷脑与内标物峰面积比计算 RSD,结果樟脑为 0.43%,薄荷脑为 0.58%。表明供试品溶液在 12 h 内基本稳定。

2.10 回收率实验 精密称取樟脑对照品 145.3 mg,薄荷脑对照品 64.2 mg,置 20 mL 量瓶中,加内标溶液溶解并稀释至刻度,得对照品储备液。精密量取已知含量的供试品(批号:100117,樟脑、薄荷脑含量分别为标示含量的 97.5%,98.6%) 1.0,2.0,3.0 mL 各 3 份,分别精密加入对照品储备液 1.0,2.0,3.0 mL,按“2.4”项方法操作,测定并计算回收率。结果见表 1。樟脑平均回收率 99.3%,RSD=0.67%;薄荷脑平均回

收率 99.1%,RSD=0.88%。

2.11 样品含量测定 取批号为 100117,100312,100423 的复方薄荷脑洗剂,按照“2.4”项方法制备供试品溶液,按拟订色谱条件测定并计算含量,结果 3 批样品樟脑含量分别为 97.6%,101.5%,96.4%,薄荷脑含量分别为 101.3%,99.7%,98.2%。

3 讨论

参考文献[3-5]方法,笔者实验了 10% 聚乙二醇 20M 的玻璃填充柱及 HP2INNOWAX 石英毛细管色谱柱(30 m×0.320 mm,0.25 μm)。结果表明,聚乙二醇-20M 填充柱能达到各组分的分离,效果良好,且柱效高,保留时间较短,达到快速分析的目的。

表 1 复方薄荷脑洗剂中樟脑与薄荷脑的加样回收率实验结果

成分与 实验号	取样量/ g	原有量 mg	加入量 mg	测得量	回收率/ %
樟脑					
1	1.017 9	9.92	7.265	17.20	100.2
2	1.083 6	10.57	7.265	17.84	100.1
3	1.030 8	10.05	7.265	17.31	99.9
4	2.019 8	19.69	14.530	34.15	99.5
5	2.047 1	19.96	14.530	34.28	98.6
6	2.023 6	19.73	14.530	34.16	99.3
7	3.017 5	29.42	21.795	50.89	98.5
8	3.032 4	29.57	21.795	51.07	98.6
9	3.009 5	29.34	21.795	50.94	99.1
薄荷脑					
1	1.017 9	5.02	3.21	8.24	100.3
2	1.083 6	5.34	3.21	8.54	99.7
3	1.030 8	5.08	3.21	8.23	98.1
4	2.019 8	9.96	6.42	16.29	98.6
5	2.047 1	10.09	6.42	16.46	99.2
6	2.023 6	9.98	6.42	16.27	98.0
7	3.017 5	14.88	9.63	24.43	99.2
8	3.032 4	14.95	9.63	24.61	100.3
9	3.009 5	14.84	9.63	24.33	98.5

文献[6-7]中测定樟脑和薄荷脑含量,采用程序升温法。本实验比较了一系列程序升温条件,结果发现采用程序升温法色谱峰的拖尾因子较高,重复性差,采用 150 °C 恒温时可以达到各色谱峰基线分离,峰形对称,重复性高。

选用水杨酸甲酯为内标因与样品薄荷脑的峰重叠,而只有萘的峰不与之重叠,故选择萘为内标物质。

[DOI] 10.3870/yydb.2011.08.040

[参考文献]

[1] 易秋艳,黎秀丽,刘仲义.气相色谱法测定去感热注射液
中樟脑的含量[J].华西药学杂志,2007,22(3):329-330.

- [2] 黄咏梅,李红,苏玉枝. GC 法测定市售川贝枇杷糖浆中薄荷脑含量[J]. 中药新药与临床药理, 2009, 20(4): 361-363.
- [3] 王金冠,傅应华,朱玲仙. 气相色谱法同时测定复方醋酸地塞米松乳膏中樟脑和薄荷脑的含量[J]. 中成药, 2008, 30(5): 685-687.
- [4] 王仲,张长弓,付琴琴,等. 气相色谱法测定博心通原料药中亚油酸含量[J]. 医药导报, 2009, 28(7): 918-920.
- [5] 江生,张小松,毛庆. GC 同时测定消炎镇痛膏中的樟脑、薄荷脑、龙脑和水杨酸甲酯[J]. 华西药理学杂志, 2008, 23(6): 706-707.
- [6] 钱江. 毛细管气相色谱法测定复方薄荷脑滴鼻液中薄荷脑和樟脑含量[J]. 中国医院药学杂志, 2004, 24(11): 674-675.
- [7] 张婷,龚志成,马虹英,等. 复方薄荷脑微乳中薄荷脑与樟脑的含量测定[J]. 医药导报, 2010, 29(9): 1224-1226.

高效液相色谱法快速测定盐酸氨基葡萄糖胶囊的含量*

吴学军¹, 金鹏飞¹, 朱峰², 邹定¹, 胡欣¹, 孙春华¹

(1. 卫生部北京医院药学部, 100730; 2. 解放军总参谋部警卫局卫生保健处, 北京 100017)

[摘要] 目的 应用高效液相色谱技术, 建立快速测定盐酸氨基葡萄糖胶囊含量的方法。方法 采用 Alltima C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm), 以 10 mmol·L⁻¹ 磷酸二氢铵溶液-乙腈(95:5, V/V) 为流动相, 流速 0.5 mL·min⁻¹, 检测波长 194 nm。结果 盐酸氨基葡萄糖的线性关系良好 $r=0.9995$; 方法专属性强, 盐酸氨基葡萄糖和辅料及强制降解产物之间都有良好的分离度; 精密度和稳定性良好, RSD 均 < 2%; 加样回收率 98.9% ~ 100.9%。该方法的测定值和国家标准方法(Elson-Morgan UV 法)的测定值具有良好的一致性。结论 该方法准确、简便、快速, 可作为盐酸氨基葡萄糖胶囊的含量测定方法。

[关键词] 氨基葡萄糖; 盐酸; 色谱法; 高效液相; 胶囊; 含量测定

[中图分类号] R977; R927.1

[文献标识码] A

[文章编号] 1004-0781(2011)08-1085-03

氨基葡萄糖属于天然氨基单糖, 可以刺激软骨细胞产生有正常多聚体结构的蛋白多糖, 抑制损伤软骨的酶(如胶原酶和磷脂酶 A₂ 等), 并可防止损伤细胞的超氧化自由基的产生, 从而延缓骨性关节炎的病理过程和疾病进展, 改善关节活动, 缓解疼痛。盐酸氨基葡萄糖胶囊是常见的氨基葡萄糖制剂, 临床上主要应用于骨关节炎的治疗和预防。现行国家药品标准 WS₁-(X-090)-2005Z 采用 Elson-Morgan 反应后的紫外分光光度法测定盐酸氨基葡萄糖胶囊的含量, 操作甚为复杂, 且反应程度受酸碱度、反应温度、反应时间等因素的影响, 结果不易控制。文献对盐酸氨基葡萄糖片剂含量测定方法的报道较多^[1-3], 但对胶囊剂的报道甚少, 有文献^[4-5] 采用衍生化高效液相色谱法和衍生化气相色谱法测定盐酸氨基葡萄糖胶囊的含量, 但操作也较为复杂。笔者在

本实验中建立的高效液相色谱法可直接测定盐酸氨基葡萄糖胶囊的含量, 具有快速、准确的特点。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 Waters 2695 液相色谱分离系统(包括四元梯度泵、自动进样器和柱温箱), Waters 2696 二极管阵列检测器和 Empower[®] 色谱工作站(美国, Waters 公司); Mettler XP-205 十万分之一电子天平(瑞士, 梅特勒公司); Milli-Q 超纯水处理系统(法国, Millipore 公司)。KQ-800KDE 型超声仪(昆山市超声仪器有限公司), 101A-2 型电热鼓风干燥箱(上海实验仪器总厂), SPX-250 IC 微电脑人工气候箱(上海博迅实业有限公司)。

1.2 试剂 乙腈(美国 Fisher 公司, 色谱纯), 磷酸二氢铵、磷酸、氨水、30% 过氧化氢(分析纯)。盐酸氨基葡萄糖对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 649-200001), 盐酸氨基葡萄糖胶囊(商品名: 葡立[®], 山西中远威药业有限公司生产, 规格: 每粒 0.24 g, 批号: 20100403, 20100503, 20100310)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Alltima C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 10 mmol·L⁻¹ 磷酸二氢铵溶液-乙腈(95:5, V/V); 流速: 0.5 mL·min⁻¹; 进样量:

[收稿日期] 2010-09-20 **[修回日期]** 2010-10-22

[基金项目] * 中央保健科研课题专项资金(基金编号: B2009B032)

[作者简介] 吴学军(1966-), 女, 北京人, 主管药师, 从事药物分析工作。电话: 010-85133621, E-mail: wuxj1966@yahoo.com.cn.

[通讯作者] 金鹏飞(1978-), 男, 浙江衢州人, 副主任药师, 博士, 从事药物分析工作。电话: 010-85133621, E-mail: j790101@sohu.com.