

参考文献

- [1] 吴宗群. 中药青风藤的药理作用及临床应用[J]. 中国药师, 2006, 9(9): 857-858.
- [2] 李海滨. 青藤生物碱成分的研究[J]. 贵阳医学院学报, 2006, 31(4): 344-345.
- [3] 宋永彬, 程维明, 曲戈霞, 等. 青风藤化学成分的分离与鉴定[J]. 沈阳药科大学学报, 2007, 24(2): 79-81.
- DOI 10.3870/yydb.2012.04.031

气相色谱法测定檀香通脉胶囊中冰片与薄荷脑含量

刘宇¹, 程璐²

(1. 华中科技大学同济医学院附属同济医院药学部, 武汉 430030; 2. 武汉市第一医院药剂科, 430022)

摘要 目的 建立气相色谱法同时测定檀香通脉胶囊中冰片、薄荷脑两组分的含量。方法 以萘为内标物质, 乙酸乙酯作为溶剂, 岛津 CBP-M25-025 (25 m×0.22 mm, 0.25 μm) 为色谱柱; 载气氮气, 柱温 130 ℃, 进样口和检测器温度均为 180 ℃, 氢火焰离子化检测器, 进样量 1 μL。结果 测定各组分达到良好分离, 冰片的线性范围为 0.26 ~ 2.55 mg·mL⁻¹ ($r=0.999\ 9$), 薄荷脑的线性范围为 0.26 ~ 2.62 mg·mL⁻¹ ($r=0.999\ 8$); 冰片的平均回收率为 97.5% (RSD=1.77%), 薄荷脑的回收率为 96.8% (RSD=1.28%)。结论 该方法灵敏、快速、简便、可用于檀香通脉胶囊的质量控制。

关键词 檀香通脉胶囊; 冰片; 薄荷脑; 色谱法, 气相

中图分类号 R286; R927.2

文献标识码 A

文章编号 1004-0781(2012)04-0497-03

Simultaneous Determination of Borneol and Menthol in *Tanxiang Tongmai Capsule* by Gas Chromatography

LIU Yu¹, CHENG Lu² (1. Department of Pharmacy, Tongji Hospital, Tongji Medical College, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430030, China; 2. Department of Pharmacy, the First Hospital of Wuhan City, Wuhan 430022, China)

ABSTRACT Objective To establish gas chromatography (GC) method for separating and determining both borneol and menthol in *tanxiang tongmai* capsule. **Methods** Naphthalene served as an internal standard, acetic ether as a solvent, 10% PEG-20M as separation, nitrogen as the carrier gas. Column temperature was set at 130 ℃, and injector and detector temperature was 180 ℃. Sample size was 1 μL by using flame ionization detector. **Results** The linear ranges of borneol and menthol were 0.26-2.55 mg·mL⁻¹ ($r=0.999\ 9$) and 0.26 - 2.62 mg·mL⁻¹ ($r=0.999\ 8$), respectively. Recovery rates of borneol and menthol were 97.5% (RSD=1.77%) and 96.81% (RSD=1.28%), respectively. **Conclusion** This method is convenient, rapid, accurate and reproducible, and can be used for quality control of *tanxiang tongmai* capsule.

KEY WORDS *Tanxiang tongmai* capsule; Borneol; Menthol; Gas chromatography

檀香通脉胶囊(批准文号:鄂药制字 Z20082996)

由檀香、延胡索、冰片、薄荷脑等成分组成, 主要功效为活血化淤。临床上用于治疗冠心病、心绞痛。冰片可以通过改善组织的血氧供应, 进而改善该区域的能量代谢, 对抗急性心肌缺血, 增加冠脉流量, 减慢心率^[1]; 薄荷脑内服可缓解局部炎症, 并有健胃、驱风的作用^[2]。檀香通脉胶囊中冰片和薄荷脑的含量均为 80 mg·g⁻¹, 原标准中仅有薄层色谱鉴别。为更好控制产品质量, 笔者建立毛细管气相色谱法测定檀香通脉胶囊中冰片和薄荷脑的含量。

1 仪器与试剂

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, $d = 0.01\ \text{mg}$); 冰片对照品(中国食品药品检定研究院, 含量测定用, 批号:110743-200504); 薄荷脑对照品(中国食品药品检定研究院, 批号:110728-200506); 萘(中国食品药品检定研究院, 批号:111673-200602); 檀香通脉胶囊(武汉市第一医院生产, 批号 100520, 100711, 101124); 试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: 岛津 CBP-M25-025 (25 m×0.22 mm, 0.25 μm); 载气: 氮气; 流速: 45 mL·min⁻¹; 柱温: 130 ℃; 进样口温度: 180 ℃; 检测器温度: 180 ℃; 氢气: 30 mL·min⁻¹; 空气: 400 mL·min⁻¹; 氢

收稿日期 2011-09-15 修回日期 2011-10-25

作者简介 刘宇(1980-), 男, 江苏连云港人, 主管药师, 硕士, 主要从事药动学研究及医院药学工作。电话: 027-83665464, E-mail: liuyu_tj2004@126.com。

火焰离子化检测器,进样量:1 μL 。龙脑、异龙脑、薄荷脑和内标物的分离度应符合要求。

2.2 内标溶液的制备 取萘适量,精密称定,加乙酸乙酯制成每毫升含萘 1 mg 的溶液,作为内标溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取本品内容物 0.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入内标溶液 50 mL,密塞,称定质量,超声处理 10 min,放冷,再称定质量,用乙酸乙酯补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.4 对照品溶液的制备 精密称取冰片、薄荷脑对照品各适量,加内标溶液制成每毫升含冰片、薄荷脑各 0.8 mg 的混合溶液,即得。

2.5 专属性实验 按照本品处方及生产工艺分别制备缺冰片、缺薄荷脑以及冰片和薄荷脑的空白样品,同“2.3”项下制备法制得空白对照溶液。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,空白对照在冰片、薄荷脑对照品色谱峰相应的保留时间处没有出峰。结果表明样品中冰片、薄荷脑峰与其他组分色谱峰达到分离效果,空白样品中色谱峰对测定无干扰。见图 1。

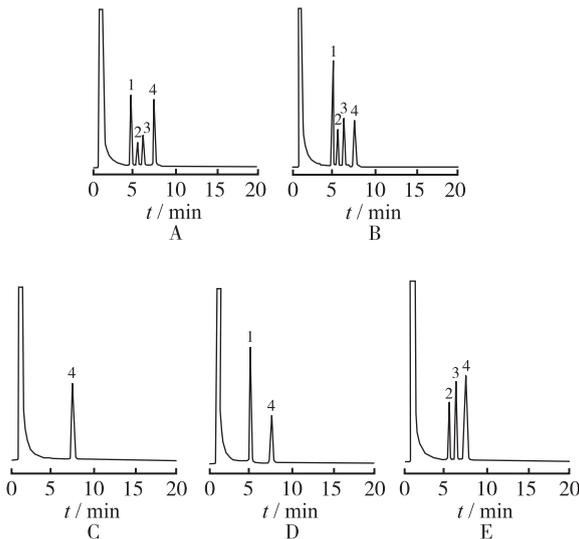


图 1 5 种溶液的 GC 色谱图

A. 对照品; B. 样品; C. 冰片、薄荷脑空白; D. 冰片空白; E. 薄荷脑空白; 1. 薄荷脑; 2. 异龙脑(+); 3. 龙脑(-); 4. 萘

Fig. 1 GC chromatograms of 5 kinds of solution

A. reference substance; B. sample; C. borneol and menthol blank control; D. borneol blank control; E. menthol blank control; 1. menthol; 2. isoborneol(+); 3. borneol(-); 4. naphthalene

2.6 线性关系考察 精密称取冰片对照品 102.1 mg、薄荷脑对照品 104.7 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。精密吸取该

储备液 0.5, 1, 2, 3, 4, 5 mL 分别置 10 mL 量瓶中,用内标溶液稀释至刻度,摇匀,分别吸取 1 μL 注入气相色谱仪。以对照品浓度为横坐标(X),对照品峰面积与内标物峰面积比为纵坐标(Y),绘制标准曲线。冰片回归方程为: $Y=1\ 805.6X+713.4$, $r=0.999\ 9$ ($n=6$);薄荷脑: $Y=2\ 511.8X-201.7$, $r=0.999\ 8$ ($n=6$)。结果表明冰片、薄荷脑浓度分别在 0.26 ~ 2.55 及 0.26 ~ 2.62 $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 范围内,有良好的线性关系。

2.7 精密度实验 取“2.6”项下的 3 号溶液 1 μL ,注入气相色谱仪,重复进样 6 次,以冰片、薄荷脑与内标物峰面积比计算 RSD。结果冰片 RSD 为 0.81%,薄荷脑 RSD 为 0.73%,表明精密度良好。

2.8 稳定性实验 取檀香通脉胶囊(批号:100520)适量,按“2.3”项下制备的供试品溶液,在相同色谱条件下分别于 0, 2, 4, 6, 8 h 测定,以冰片、薄荷脑与内标物峰面积比计算 RSD,结果冰片 RSD 为 0.55%,薄荷脑 RSD 为 0.74%,表明供试品溶液在 8 h 内基本稳定。

2.9 重复性实验 取檀香通脉胶囊(批号:100520),按“2.3”项下制备方法平行制备 6 份,照供试品测定方法测定其含量。结果冰片、薄荷脑含量分别为 75.4, 81.3 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$, RSD 分别为 0.83%, 1.16%,说明本法重复性良好。

2.10 回收率实验 精密称取冰片对照品 125.1 mg、薄荷脑对照品 121.7 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。精密称取已知含量的供试品(批号:110520,冰片、薄荷脑含量分别为 75.4, 81.3 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$) 0.25 g 共 6 份,分别精密加入对照品储备液 3.0 mL,按“2.3”项下方法操作,测定并计算回收率。结果见表 1。冰片平均回收率为 97.5% (RSD = 1.77%),薄荷脑平均加样回收率 96.8% (RSD = 1.28%)。

2.11 样品含量测定 取不同批号(批号分别为 100520, 100711, 101124)的檀香通脉胶囊,按照“2.3”项下方法进行制备并按拟订色谱条件测定并计算含量。结果见表 2。

3 讨论

笔者参考文献[3-5]方法,比较 10% 聚乙二醇-20M 的填充柱及岛津 CBP-M25-025 毛细管柱(25 m \times 0.22 mm, 0.25 μm)。结果表明,填充柱不能达到各组分的分离效果,毛细管柱分离效果良好,且柱效高,保留时间较短,达到快速分析的目的。

柱温是色谱峰分离的一个重要参数,直接影响分离效果和分析速度。文献中测定冰片和薄荷脑的含量

表 1 冰片和薄荷脑加样回收实验结果

Tab. 1 Recovery test results of borneol and menthol

取样量/ g	原有量	加入量	测得量	回收率/ %
冰片				
0.250 3	18.87	18.76	36.88	96.0
0.271 7	20.49	18.76	39.13	99.4
0.259 7	19.58	18.76	37.81	97.2
0.246 2	18.56	18.76	36.95	98.0
0.261 1	19.69	18.76	37.96	97.4
0.254 3	19.17	18.76	37.19	96.1
薄荷脑				
0.250 3	20.35	18.26	38.13	97.4
0.271 7	22.09	18.26	39.57	95.7
0.259 7	21.11	18.26	38.54	95.5
0.246 2	20.02	18.26	38.05	98.7
0.261 1	21.23	18.26	39.08	97.8
0.254 3	20.67	18.26	38.19	95.9

表 2 3 批样品含量测定结果

Tab. 2 Results of content detection in 3 batches of samples

批号	冰片含量	薄荷脑含量
100520	75.1	80.9
100711	81.0	82.5
101124	82.7	78.9

采用程序升温的方法^[6-7]。本实验比较一系列程序升温条件,结果发现采用程序升温方法色谱峰的拖尾因子较高,重复性差,采用 130 ℃ 恒温时可以达到各色谱峰基线分离,且分离度>1.5,峰形对称,重复性高。

实验中的内标物质曾选用萘^[7]、环己酮^[8]、水杨酸甲酯^[9-10]作为内标物,综合考虑分子量、沸点及出峰情况等因素,选定萘为内标物,且供试品溶液在萘峰的位置上没有出现色谱峰,对实验没有干扰。

提取用的溶剂曾经选用乙酸乙酯^[11]、三氯甲烷、

无水乙醇^[12]等,综合考虑溶剂出峰时间、提取效率、使用的安全性以及溶剂极性对毛细管色谱柱的影响,最终选定乙酸乙酯作为提取溶剂。

参考文献

- [1] 黄卫东,吕武清. 冰片的研究进展[J]. 中国药业,2008,17(4):64-66.
- [2] 宋希明. 植物精油的药用价值与特性[J]. 海峡药学,2007,19(5):88-91.
- [3] 刘杰,董文玲. 4 种中药橡胶膏剂中冰片、薄荷脑、冰片和水杨酸甲酯含量的气相色谱法测定[J]. 中成药,2004,26(10):795.
- [4] 张水龙,王红梅,叶基荣. 气相色谱法测定虎标万金油中薄荷脑及冰片的含量[J]. 中国药品标准,2003,4(2):44.
- [5] 何强. 气相色谱法测定皮炎平软膏中冰片、薄荷脑的含量[J]. 广东药学,2003,13(6):13.
- [6] 谢周涛,胡进. 气相色谱法测定复方冰片搽剂中冰片、薄荷脑和樟脑的含量[J]. 中国医院药学杂志,2008,28(23):2063-2064.
- [7] 刘翔,孙飞. 气相色谱法测定麝香壮骨膏中樟脑、薄荷脑、冰片、水杨酸甲酯含量[J]. 中成药,2009,31(2):231-234.
- [8] 王伟炳,朱华军. 气相色谱法测定风痛灵中薄荷脑、冰片和樟脑的含量[J]. 中国中药杂志,2007,32(21):2319-2320.
- [9] 田永庆. 气相色谱法测定关心膏中樟脑、冰片和薄荷脑的含量[J]. 药物鉴定,2008,17(8):36-37.
- [10] 黄开合,田华,陈黎,等. 气相色谱法测定甲冰缓释膜冰片的含量[J]. 医药导报,2010,29(11):1491-1493.
- [11] 胡艳鹏,云筠筠,韩世伟,等. 气相色谱法测定西瓜霜润喉片中冰片和薄荷脑的含量[J]. 湖南师范大学学报,2007,4(3):27-30.
- [12] 王晓娟,谢浙裕,钟宁远. 气相色谱法测定活血通脉片中冰片含量[J]. 医药导报,2010,29(7):945-946.

DOI 10.3870/yydb.2012.04.032

《医药导报》杂志加入万方数据库等的声明

《医药导报》杂志已加入“万方数据资源系统化期刊群”、中国学术期刊(光盘版)和“中国期刊网”、中国生物医学期刊引文数据库、维普数据库。凡被本刊录用的文章,均将纳入以上网络,且本刊所付稿酬均包含以上网络稿酬。若不同意,请在投稿时注明或另投他刊。