

连蒲胶囊中冰片含量测定研究[※]

● 肖玉琴^{1*} 陈惠玲² 汪建君² 陈 洁² 江昌铭¹

摘 要 目的:进行连蒲胶囊中冰片的含量测定方法研究。方法:建立气相色谱-FID 检测法(GC-FID)测定胶囊中冰片的含量。结果:冰片在 0.01977mg/ml~0.3954mg/ml 范围内呈良好的线性关系,回归方程: $y=0.00003x-0.0012$ ($r=0.9973$, $n=6$),回收率 97.8%($RSD=1.9\%$, $n=9$)。结论:本法简便快捷、准确可靠,可以为连蒲胶囊的质量标准研究提供依据。

关键词 连蒲胶囊 冰片 含量测定

连蒲胶囊含贯叶连翘、冰片等五味药,具有清心宣窍,适用于治疗忧郁、焦虑、失眠、健忘等症。原标准无含量测定,本实验建立了冰片的含量测定方法,

冰片(Borneolum syntheticum)具有开窍醒神,清热止痛的功效,用于热病神昏、惊厥、中风痰厥等病症^[1],冰片又可改善或提高血脑屏障通透性,从而作用于中枢神经系统产生显著的镇痛、镇静作用^[2]。以冰片为对照品,采用气相色谱法测定冰片的含量,方法简便,重复性好,可作为控制连蒲胶囊质量的指标之一。方法学研究如下:

1 仪器与试药

Agilent 6890N 气相色谱仪, FID 检测器。冰片对照品由中国药品生物制品检定所提供,批号为 110743-200504(供含量测定用)。方法学实验用样品批号为 081216。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 弹性石英毛细管柱 HP-FFAP(30m

※基金项目 厦门市 2007 年度科技计划指导性项目(No: 350272007067)

*作者简介 肖玉琴,女,主任药师。中华中医药学会制剂分会委员。历年来发表有关制剂、药物分析论文 20 篇。主要从事医院制剂和药物分析工作。

•作者单位 1.厦门市中医院(361001);2.厦门市药品检验所(361012)

$\times 0.2\text{mm} \times 0.3\mu\text{m}$),以聚乙二醇(PEG)-20M 为固定相,氢火焰离子化检测器。进样口温度:180℃;检测器温度:230℃;分流进样,分流比 3:1。程序升温:初始温度 120℃,保持 14 分钟,每分钟 40℃ 升至 200℃,保持 5 分钟。理论板数按异龙脑峰计算,应不低于 5000。

在此条件下,供试品溶液中冰片能与其他成分达到较好分离。见图 1。

2.2 对照品溶液与供试品溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取冰片对照品适量,加乙酸乙酯制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液,即得。

2.2.2 供试品溶液的制备 取本品约 0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入乙酸乙酯 10ml,称定重量,浸泡过夜超声处理(功率 300W,频率 28KHz)20 分钟,再称定重量,用乙酸乙酯补足减失的重量,摇匀,离心,取上清液,即得。

2.3 准确度(以回收率表示) 同一样品,取 9 份,按 1:0.5、1:1、1:3 的比例加入冰片对照品,依上述方法进行含量测定并计算回收率,结果平均回收率为 97.8%, $RSD=1.9\%$,证明本方法准确度良好,结果见表 1。

2.4 精密度 取样品 6 份,分别按供试品溶液的制备方法提取、测定,结果冰片平均含量为 2.3105(mg/g), $RSD=2.0\%$ ($n=6$),表明本方法重现性良好,结果见表 2。

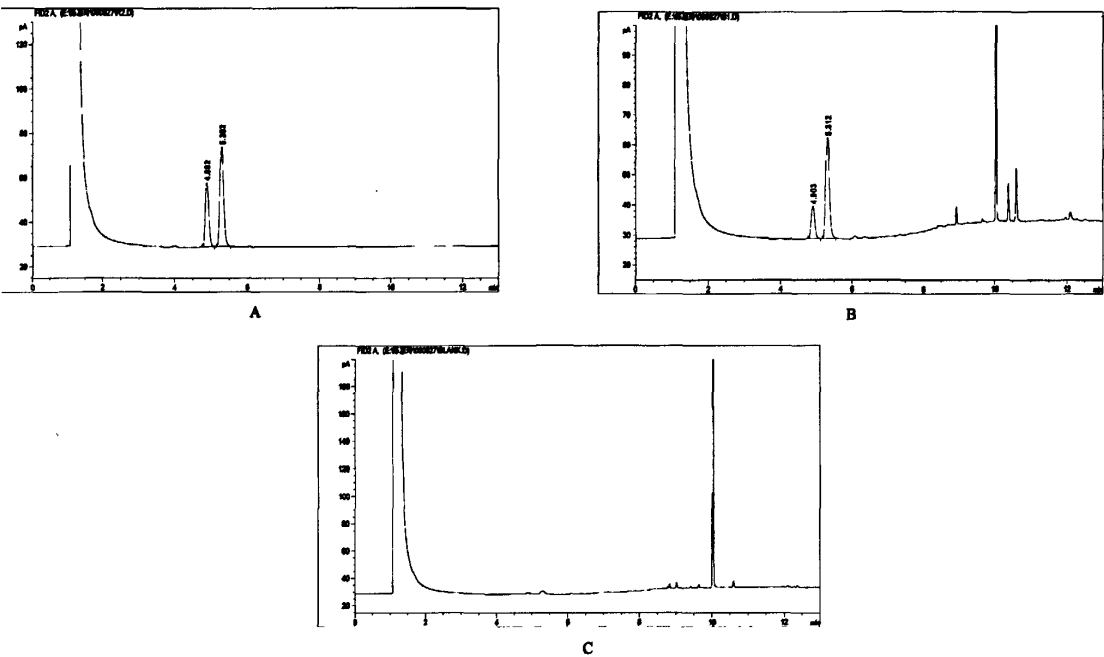


图1 连蒲胶囊气相色谱图
A. 冰片对照品 B. 连蒲胶囊样品 C. 冰片阴性样品

表1 回收率试验结果

编号	称样量(g)	样品含量 (mg)	测定值 (mg)	加样(mg)	回收率 (%)	平均回收 率(%)	RSD (%)
D1	0.241	0.5568	0.79	0.2372	98.3		
D2	0.2464	0.5693	0.8088	0.2372	100.9		
D3	0.231	0.5337	0.7632	0.2372	96.7		
Z1	0.2467	0.5561	1.0176	0.4745	97.2		
Z2	0.2343	0.5367	1.0013	0.4745	97.9	97.8	1.9
Z3	0.2523	0.5829	1.0375	0.4745	95.8		
G1	0.2528	0.5841	2.177	1.5816	100.7		
G2	0.252	0.5822	2.1092	1.5816	96.5		
G3	0.2477	0.5723	2.0976	1.5816	96.4		

表2 精密度试验结果

序号	1	2	3	4	5	6	平均	RSD(%)
含量(mg/g)	2.3071	2.4270	2.3764	2.3206	2.2666	2.2781	2.3293	2.6

2.5 专属性 取模拟的冰片阴性样品按供试品溶液制备方法制得阴性对照液,同法进样,测定,结果表明冰片阴性样品对冰片峰(异龙脑和龙脑)无干扰,证明按本方法测定冰片具有专属性。见图1-C。

2.6 线性 精密称取冰片对照品20mg,加乙酸乙酯制成每1ml含0.4mg冰片的溶液,作为对照品储备溶液。分别精密吸取储备液0.5ml,1ml,2ml,4ml,6ml,10ml,加乙酸乙酯稀释至10ml,依照上述方法测定,结

果见表 2。以 A 总—C (mg/ml) 进行线性回归,求得 0.01977mg/ml ~ 0.3954mg/ml 范围内呈良好的线性回归方程: $y = 0.00003x - 0.0012$, $r = 0.9973$ 。冰片在 关系。见图 2。

表 3 线性试验结果

A 总	84.6	160.9	289.6	559.5	801.1	1438.7
浓度 (mg/ml)	0.01977	0.03954	0.07908	0.15816	0.23724	0.3954

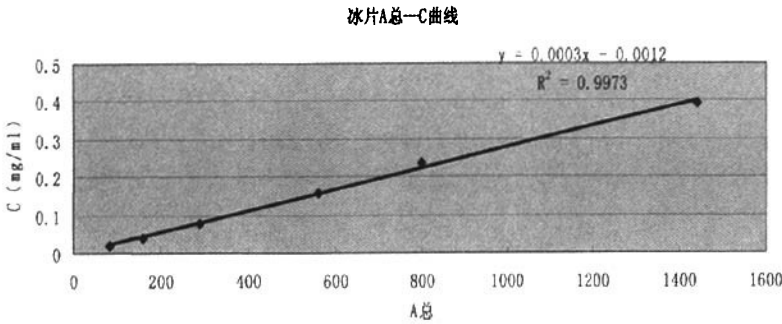


图 2 冰片含量测定线性关系图

2.7 范围 根据高低限准确度加样回收试验,结果见表 1。结果显示高、低浓度测定的准确度及精密度良好,亦在线性范围内。

2.8 耐用性

2.8.1 色谱柱的选择 考察了以下两种色谱柱对样品含量测定的影响,结果比较见表 4。

表 4 两种色谱柱的耐用性比较

色谱柱	HP-FFAP (30m×0.2mm×0.3μm)	HP-5 (30m×0.25mm×0.25μm)
含量 (mg/g)	2.3105	2.5020

2.8.2 稳定性实验 取同一供试品溶液,间隔一定时间测定一次, $RSD = 0.7\%$ ($n = 5$),结果供试品在 28 小时内基本稳定。见表 5。

表 5 稳定性试验结果

时间(小时)	4	10	16	24	28	平均	RSD(%)
A 总	428.7	421.3	424.4	421.0	422.8	423.6	0.7

2.9 样品测定 按供试品溶液的制备方法制备、测定,结果见表 6。

表 6 样品中冰片含量测定结果

批号	含量 1 (mg/g)	含量 2 (mg/g)	含量 3 (mg/g)	含量 4 (mg/g)	含量平均值	RSD (%)
071109	2.132	2.027	2.080	/	2.080	2.5
080902	1.626	1.642	1.678	/	1.649	1.6
081216	2.376	2.321	2.267	2.278	2.310	1.2

3 讨论

3.1 样品溶剂的选择 本实验曾比较无水乙醇、乙酸乙酯两种溶剂,无水乙醇对异龙脑峰存在干扰,因此选择乙酸乙酯为溶剂。

3.2 样品处理方式的选择 本实验曾比较 4 小时、8 小时的浸泡处理后超声处理 20 分钟,浸泡过夜后超

声处理 20 分钟,结果浸泡过夜后超声处理 20 分钟样品的提取效率最高,精密度最好。因此选择浸泡过夜后超声处理 20 分钟的方式。

参考文献

[1] 国家药典委员会编. 中华人民共和国药典[S]. 2005 年版,一部. 北京: 化学工业出版社, 2005: 98.
[2] 田代华, 谢宗万. 实用中药词典[M]. 北京: 人民卫生出版社 2002: 770.