

毛细管气相色谱法测定复方麝香草酚搽剂的含量

戴幼琴¹, 卓开华² (1. 浙江省宁波市第二医院, 浙江 宁波 315010; 2. 浙江省宁波市药检所, 浙江 宁波 315040)

[摘要] 目的 建立气相色谱 (GC)法同时测定复方麝香草酚搽剂中樟脑、麝香草酚含量的方法。方法 采用 DB-624 弹性石英毛细管柱程序升温法。结果 2 组分能很好分离; 樟脑、麝香草酚分别在 0.2087~2.087、0.1140~1.140 mg/m 浓度范围内呈良好线性关系; 平均回收率分别为 99.6% ($RSD = 0.9\%$)、99.6% ($RSD = 1.9\%$)。结论 本方法准确、灵敏, 可用于该制剂的质量控制。

[关键词] 复方麝香草酚搽剂; 樟脑; 麝香草酚; 气相色谱法

[中图分类号] R927 **[文献标志码]** A **[文章编号]** 1006-0111(2010)01-0048-02

Content determination of compound thymol liniment by GC

DAI Youqin¹, ZHUO Kaihua² (1. Ningbo Second Hospital, Ningbo 315010, China; 2. Ningbo Institute for Drug Control, Ningbo 315040, China)

[Abstract] **Objective** To establish a method of GC for determining the content of compound thymol liniment camphor and thymol. **Methods** The determination was carried out on a DB-624 capillary column with sequential increase of temperature programming. **Results** The two constituents had good resolution. The linear range of camphor and thymol were 0.2087~2.087 and 0.1140~1.140 mg/ml respectively. The average recoveries were 99.6% ($RSD = 0.9\%$), 99.6% ($RSD = 1.9\%$), respectively. **Conclusion** The method is simple, sensitive, accurate and can be applied to the quality control of the preparation.

[Keywords] compound thymol liniment; camphor; thymol; GC

复方麝香草酚搽剂^[1]主要由樟脑、麝香草酚等组成, 具有消炎止痒的作用, 临床用于夏季皮炎、痱子、皮肤瘙痒等皮肤病, 疗效显著。但质量标准中只有鉴别, 而无含量测定。笔者采用毛细管气相色谱法同时测定樟脑、麝香草酚 2 组份的含量, 操作简便, 定量准确, 结果令人满意, 可作为复方麝香草酚搽剂的质量控制。

1 仪器与试剂

Agilent 6890 气相色谱仪, FID 检测器; Chemstation 工作站; 樟脑 (批号: 747-200106)、麝香草酚 (批号: 100508-200301) 对照品均由中国药品生物制品检定所提供; 复方麝香草酚搽剂为医院自制制剂 (共 4 批)。其他试剂为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱为 DB-624 弹性石英毛细管柱 (30 m × 0.53 mm, 3.0 μm, Agilent 公司), 固定液为 (6% 氰丙基苯基) 二甲基聚硅氧烷; 载气为氮气; 流速为 4.0 mL/min, 分流比为 5:1; 进样口温度为 250 °C;

柱温为程序升温, 初始温度为 150 °C, 保持 5 min, 以 5 °C/min 升温速率升温至 230 °C, 保持 2 min。检测器为氢火焰离子化检测器 (FID); 检测器温度为 280 °C; 进样体积为 1.0 μL。在此条件下, 测得的对照品混合溶液各组分理论板数均大于 27 000, 各组分间分离良好, 见图 1。

2.2 线性关系 精密称取樟脑、麝香草酚对照品各适量置同一量瓶中, 加乙醇制成每 1 mL 含樟脑 2.0 mg、麝香草酚 1.0 mg 的溶液, 摇匀, 作为对照品贮备液。精密量取贮备液 1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL 置 10 mL 量瓶中, 用乙醇稀释至刻度, 摇匀, 按“2.1”项下色谱条件测定。以峰面积 (A) 与浓度 C (mg/mL) 作线性回归, 得回归方程为:

樟脑: $A = 3126.3C + 6277.9$, $r = 1.000$ (浓度范围: 0.2087~2.087 mg/mL);

麝香草酚: $A = 3460.7C - 1654$, $r = 1.000$ (浓度范围: 0.1140~1.140 mg/mL);

2.3 阴性对照试验 按处方制备不含樟脑、麝香草酚的阴性对照溶液, 按“2.1”项下方法测定, 结果表明样品中其它成分对测定无干扰。

2.4 定量限测定 将对照品贮备液逐级稀释, 测定当信噪比为 10 时, 樟脑、麝香草酚的最低检出浓度分别为 2.09、2.28 μg/mL。

[作者简介] 戴幼琴 (1964), 女, 副主任药师。Tel: 13957808151, E-mail: dyq2041@yahoo.com.cn.

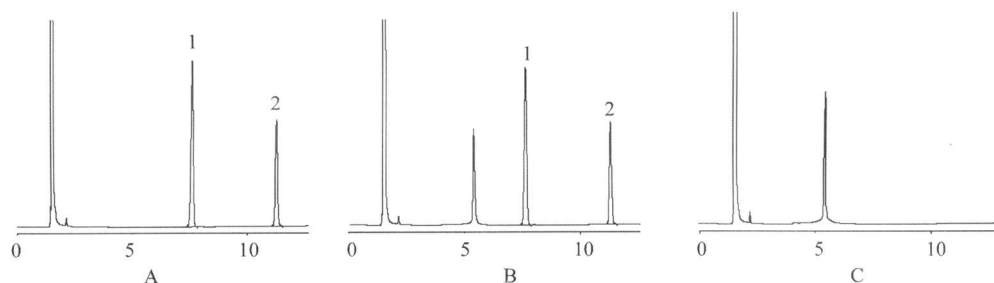


图 1 对照品 (A)、样品 (B) 和空白 (C) 的气相色谱图
1: 樟脑; 2: 麝香草酚

2.5 精密性试验 精密量取对照品贮备液 4.0 Q 5.0 Q 6.0 ml 置 10 ml 量瓶中, 用乙醇稀释至刻度, 摇匀, 按“2.1”项下色谱条件分别重复进样 6 次, 结果樟脑、麝香草酚峰面积的 *RSD* 均 < 1.0%。

2.6 重复性试验 精密量取同一批号样品 (批号: 090116) 6 份, 按 2.9 项下的方法制备供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件测定, 樟脑、麝香草酚含量的 *RSD* 分别为 0.8%、0.9%。

2.7 稳定性试验 取“2.9”项下供试品溶液, 室温

下放置 1、2、4 及 12 h 分别测定, 结果樟脑、麝香草酚的峰面积 *RSD* 分别为 1.8%、1.6%。表明溶液在 12 h 内稳定。

2.8 回收率试验 按处方制备不含樟脑、麝香草酚的阴性对照溶液, 精密量取“2.2”项下对照品贮备液 4.0 Q 5.0 Q 6.0 ml 各 3 份, 分别置 10 ml 量瓶中, 用阴性对照溶液稀释至刻度, 按 2.1 项下色谱条件测定, 结果见表 1。

表 1 回收率试验结果

编号	樟脑					麝香草酚				
	理论浓度 ($\mu\text{g/ml}$)	实测浓度 ($\mu\text{g/ml}$)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	<i>RSD</i> (%)	理论浓度 ($\mu\text{g/ml}$)	实测浓度 ($\mu\text{g/ml}$)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	<i>RSD</i> (%)
1	834.8	830.9	99.53			456.0	451.97	99.11		
2	1043.5	1038.5	99.52	99.61	0.9	570.0	571.17	100.2	99.51	1.7
3	1252.2	1249.33	99.77			684.0	678.73	99.23		

2.9 样品含量测定 精密量取复方麝香草酚搽剂 5.0 ml 置 100 ml 量瓶中, 用乙醇稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。精密量取对照品贮备液 5.0 ml 置 10 ml 量瓶中, 用乙醇稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。按 2.1 项下色谱条件测定, 按外标法以峰面积计算, 结果见表 2。

表 2 复方麝香草酚搽剂样品含量测定结果 (处方量%, $n=2$)

批号	樟脑	麝香草酚
081103	87.7	106.9
081203	86.6	88.9
081226	85.8	96.7
090116	103.3	91.4

注: 樟脑、麝香草酚处方量分别为 20 mg/ml、10 mg/ml。

3 讨论

3.1 4 批样品的含量测定结果表明, 采用本法能同时测定樟脑、麝香草酚的含量, 方法简便、准确, 有利于制剂的质量控制。

3.2 利用样品与对照品的保留时间一致, 可同时对樟脑、麝香草酚进行气相色谱鉴别。

3.3 色谱条件经过摸索与优化, 以此程序升温方法较佳, 既有较合适的分析时间, 又可以满足各组分的分离度要求。

【参考文献】

[1] 浙江省食品药品监督管理局. 浙江省医疗机构制剂规范 (2005 年版) [M]. 杭州: 浙江科学技术出版社, 2006: 313.

[收稿日期] 2009-03-19

[修回日期] 2009-08-31