

# 气相色谱法测定止痛药膜中 $\alpha$ -蒎烯、 异龙脑、龙脑、薄荷醇的含量

杜守颖 吴 清 张玉杰 马长华 (北京中医药大学 100029)

**摘要** 采用气相色谱法对止痛药膜中  $\alpha$ -蒎烯、异龙脑、龙脑、薄荷醇的含量进行了测定,其保留时间分别为 3.03、8.60、9.08、9.55min,平均加样回收率分别为 99.83%、98.73%、98.50%、100.11%,*RSD* 分别为 1.78%、0.65%、0.57%、0.80%。

**关键词** 止痛药膜  $\alpha$ -蒎烯 异龙脑 龙脑 薄荷醇 气相色谱法

## Determination of $\alpha$ -Pinene, Isoborneol, Borneol and Menthol in Anodyne Medicated Membrane by GC

*Du Shouying, Wu Qing, Zhangyujie, Ma Changhua (Beijing University of TCM, 100029)*

**Abstract:** The content of  $\alpha$ -pinene, isoborneol, borneol and menthol in anodyne medicated membrane were determined by GC. Their retention times were 3.03, 8.60, 9.08, 9.55 (min). Their recovery were 99.83%, 98.73%, 98.50%, 100.11%, and *RSD* 1.78%, 0.65%, 0.57%, 0.80%.

**Key words:** anodyne medicated membrane,  $\alpha$ -pinene, isoborneol, borneol, menthol, GC

止痛药膜为一纯中药制剂,主要由川芎、白芷、冰片、薄荷脑、松节油组成,经药理实验证明具有明显的止痛作用。为控制其内在质

量,对其中的  $\alpha$ -蒎烯、异龙脑、龙脑、薄荷醇用气相色谱法进行含量测定。对冰片、薄荷醇用气相色谱法进行含量测定已有报道<sup>[1,2]</sup>,本

文选用毛细管柱对复方中  $\alpha$ -蒎烯、异龙脑、龙脑、薄荷醇与其他成分均达到完全分离。实验表明回收率及重现性、精密度都较好,方法可靠准确。

1 仪器与药品

GC-15A 型气相色谱仪,C-R4A 数据处理机(日本岛津);薄荷醇(分析纯,中国医药公司北京采购供应站,归一化法测定含量为 99.78%; $\alpha$ -蒎烯(分析纯,北京化学试剂厂,归一化法测定含量为 98.32%);冰片(中国药品生物制品检定所,归一化法测定异龙脑为 36.84%,龙脑为 61.81%);正十一烷(色谱纯,中外合资绿色特种化学品公司);止痛药膜(自制);试剂均为色谱纯。

2 实验与实验结果

2.1 色谱条件 OV-101 毛细管柱,柱长 25m,内径 0.2mm;检测器:氢焰;柱温 95℃;气化室:150℃;氮气流速 50ml/min。

2.2 内标物的选定 按选定条件分别记录供试液及供试液加内标物的色谱图,在正十一烷处无供试液杂质峰的干扰,正十一烷与相邻成分分离度大于 1.5,因此正十一烷可作为内标物。色谱分离情况见图 1。

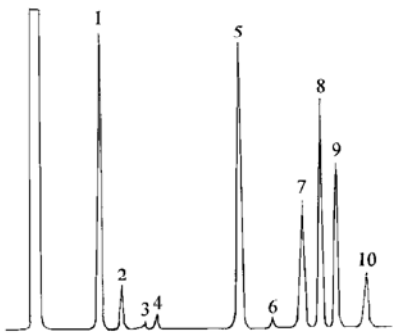


图 1 止痛药膜 GC 色谱图

1  $\alpha$ -蒎烯  $t_R$ :3.03min 5 正十一烷  $t_R$ :6.97min  
7 异龙脑  $t_R$ :8.70min 8 龙脑  $t_R$ :9.08min  
9 薄荷醇  $t_R$ :9.55min 2、3、4、6、10 未知峰

2.3 标准溶液的配制 精密称取冰片 105.88mg、薄荷醇 109.46mg、 $\alpha$ -蒎烯 0.1ml,分别置10ml容量瓶中,用乙酸乙酯稀释至刻

度。浓度分别为 10.588mg/ml,10.946mg/ml,10 $\mu$ l/ml。吸取正十一烷 0.5ml 置 50ml 容量瓶中,用乙酸乙酯稀释至刻度。浓度为 0.01ml/ml,为内标溶液。

2.4 样品溶液的制备 精密称取 1g 样品,加入 5ml 乙酸乙酯,精密称定后,超声提取 30min,再称重,补充溶剂至提取前重量,过滤,弃去初滤液,精密量取 1ml,加入内标溶液 0.4ml,用乙酸乙酯定溶于 2ml 容量瓶中,备用。

2.5 标准曲线的绘制 精密量取  $\alpha$ -蒎烯标准溶液 0.10,0.15,0.20,0.25,0.30ml;冰片标准溶液 0.20,0.30,0.40,0.50,0.60ml;薄荷醇 0.10,0.15,0.20,0.25,0.30ml;置 5 个 2ml 容量瓶中,分别精密加入 0.4ml 内标溶液,用乙酸乙酯稀释至刻度。精密吸取上述各溶液 1 $\mu$ l 进样,按 2.1 项色谱条件测定各标准品、内标物的峰面积,以标准品的峰面积与内标物的峰面积之比为纵坐标,以标准品的浓度为横坐标,回归处理,得回归方程, $\alpha$ -蒎烯为  $Y=2.5902x+0.0441,r=0.9999$ ,线性范围 1~3 $\mu$ l;异龙脑为  $Y=1.0248x+0.0315,r=0.9998$ ,线性范围 0.7698mg~2.3094mg;龙脑为  $Y=1.7286x+0.0571,r=0.9999$ ,线性范围为 1.2280mg~3.8640mg;薄荷醇为  $Y=2.9924x+0.0699,r=0.9992$ ,线性范围 1.0946~3.2838mg。

2.6 精密度试验 精密吸取同一样品连续进样 5 次, $A_s/A_i$  的值如表 1。

表 1 精密度试验结果

|              | $A_s/A_i$ |        |        |        |        | $\bar{x}$ | RSD% |
|--------------|-----------|--------|--------|--------|--------|-----------|------|
| $\alpha$ -蒎烯 | 0.5590    | 0.5584 | 0.5622 | 0.5603 | 0.5611 | 0.5602    | 0.28 |
| 异龙脑          | 0.4532    | 0.4458 | 0.4451 | 0.4482 | 0.4501 | 0.4485    | 0.74 |
| 龙脑           | 0.7605    | 0.7562 | 0.7538 | 0.7585 | 0.7543 | 0.7545    | 0.39 |
| 薄荷醇          | 0.6872    | 0.6852 | 0.6811 | 0.6848 | 0.6835 | 0.6844    | 0.33 |

2.7 重现性试验 精密称取同一批样品 5 份,按 2.4 样品溶液制备项下操作,吸取 1 $\mu$ l,进样,结果见表 2。

表2 重现性试验结果

|              | $x(\text{mg/g})$ |       |       |       |       | $\bar{x}(\text{mg})$ $RSD(\%)$ |      |
|--------------|------------------|-------|-------|-------|-------|--------------------------------|------|
| $\alpha$ -蒎烯 | 13.06            | 13.06 | 13.25 | 13.26 | 12.97 | 13.12                          | 0.98 |
| 异龙脑          | 7.60             | 7.36  | 7.64  | 7.54  | 7.86  | 7.60                           | 2.3  |
| 龙脑           | 13.05            | 13.59 | 13.58 | 12.93 | 12.92 | 13.21                          | 2.5  |
| 薄荷醇          | 8.00             | 7.75  | 7.75  | 8.11  | 8.09  | 7.94                           | 2.2  |

**2.8 样品测定** 精密称取每批样品各3份,按2.7重现性试验项下操作,结果见表3

**2.9 加样回收率试验** 精密称取已知含量的样品5份,每份0.5g,精密加入 $\alpha$ -蒎烯、冰片、薄荷醇标准品适量,按样品溶液的制备方法制备,进样1 $\mu\text{l}$ ,结果见表4。

表3 样品测定结果(mg/g)

| 批号     | 测定物          | $x$   |       |       | $\bar{x}$ | $RSD(\%)$ |
|--------|--------------|-------|-------|-------|-----------|-----------|
| 960305 | $\alpha$ -蒎烯 | 13.06 | 13.25 | 12.97 | 13.09     | 1.09      |
|        | 异龙脑          | 7.60  | 7.36  | 7.64  | 7.53      | 2.0       |
|        | 龙脑           | 13.05 | 13.59 | 13.43 | 13.35     | 2.1       |
|        | 薄荷醇          | 8.00  | 7.75  | 8.11  | 7.95      | 2.3       |
| 960322 | $\alpha$ -蒎烯 | 13.54 | 13.87 | 13.97 | 13.79     | 1.63      |
|        | 异龙脑          | 8.32  | 8.56  | 8.34  | 8.40      | 1.56      |
|        | 龙脑           | 14.50 | 14.68 | 14.35 | 14.51     | 1.10      |
|        | 薄荷醇          | 7.64  | 7.82  | 7.69  | 7.72      | 1.2       |
| 960412 | $\alpha$ -蒎烯 | 9.38  | 9.53  | 9.48  | 9.46      | 0.81      |
|        | 异龙脑          | 7.30  | 7.57  | 7.45  | 7.44      | 1.82      |
|        | 龙脑           | 12.69 | 12.96 | 12.61 | 12.75     | 1.44      |
|        | 薄荷醇          | 7.64  | 7.82  | 7.66  | 7.71      | 1.28      |

注: $\alpha$ -蒎烯为 $\mu\text{l/g}$

表4 加样回收率试验结果

|              | 加入量<br>mg/ml |      |      |      |      | 测得量-原有量<br>mg/ml |      |      |      |      | 回收率<br>% |        |        | $\bar{x}$<br>% | $RSD$<br>% |        |      |
|--------------|--------------|------|------|------|------|------------------|------|------|------|------|----------|--------|--------|----------------|------------|--------|------|
| $\alpha$ -蒎烯 | 6            |      |      |      |      | 5.97             | 5.90 | 6.12 | 6.08 | 5.88 | 99.50    | 98.33  | 102.00 | 101.33         | 98.00      | 99.83  | 1.78 |
| 异龙脑          | 3.84         | 3.88 | 3.92 | 3.53 | 3.84 | 3.77             | 3.83 | 3.90 | 3.46 | 3.81 | 98.18    | 98.71  | 99.49  | 98.01          | 99.24      | 98.73  | 0.65 |
| 龙脑           | 7.52         | 7.56 | 7.64 | 7.34 | 7.52 | 7.42             | 7.44 | 7.56 | 7.28 | 7.36 | 98.67    | 98.41  | 98.95  | 99.18          | 97.87      | 98.50  | 0.57 |
| 薄荷醇          | 4.32         | 4.45 | 4.28 | 4.05 | 4.82 | 4.33             | 4.50 | 4.30 | 4.04 | 4.77 | 100.23   | 101.12 | 100.47 | 99.75          | 98.96      | 100.11 | 0.80 |

## 参考文献

- 1 罗燕燕,刘瑞玲,吴玢,等. 药物分析杂志,1992,12(4):240

- 2 吴清,杜守颖. 中国实验方剂学杂志,1996,2(4):45

(收稿:1996-12-24)