



GCMTI RD-2:2020

政府中藥檢測中心方法



利用氣相色譜法檢測外用中藥藥油中的
冰片含量

利用氣相色譜法檢測外用中藥藥油中的冰片含量

安全預防措施：本檢測方法涉及危險物品，處理有關物品時，檢測人員應採取適當的防護措施，戴上護眼及護手用具，並在有需要時在抽氣櫃進行檢測工作。

1. 引言

本方法載列檢測外用中藥藥油中的冰片(天然冰片或合成冰片)所涉的程式。樣本提取後以乙醇稀釋，利用氣相色譜氫火焰離子化檢測器測定法(GC-FID)配合內標校準，定性及定量測定冰片的成分。^{1, 2}

本方法對冰片的最低適用水平為 10 毫克／克。

2. 試劑

除非另有說明，否則必須使用分析純級別或同等級別的試劑。

2.1. 乙醇

2.2. 氮氣：純度最少 99.999 %。

2.3. 內標物：萘，純度最少 95 %。

2.4. 冰片標準品，純度最少 95 %。

2.5. 標準儲備溶液 Std-Stock(10 000 毫克／升)

準確地稱出冰片標準品(2.4)約 100 毫克，放進 10 毫升的容量瓶(3.2)，並加入乙醇(2.1)至刻度。

¹ 本方法不能用於區分天然冰片(*d*-冰片)和合成冰片(冰片的異構體)。

² 本方法旨在提供一種可靠的測試方法，作為含有松節油、桉葉油、樟腦、薄荷醇、水楊酸甲酯及／或冰片為主要有效成分的中藥藥油的質量控制方法。在採用本方法時，使用者有責任評估其中藥藥油產品是否適用於本測試方法，特別是其產品中的其他成分或輔料是否含有選定的6種化學指標的任何一種或多種，以及其他中藥材或中藥材提取物的影響。

(標準儲備溶液可於室溫下妥當儲存 3 個月而不會出現降解跡象。)

2.6. 萘內標溶液 Std-IS(10 000 毫克／升)

準確地稱出萘內標物(2.3)約 100 毫克，放進 10 毫升的容量瓶(3.2)，並加入乙醇(2.1)至刻度。

2.7. 標準中間溶液 Std-Int(400 毫克／升)

用移液器把 0.8 毫升的標準儲備溶液 Std-Stock(2.5)放進 20 毫升的容量瓶(3.2)，並加入乙醇(2.1)至刻度。

2.8. 校準標準溶液 Std-AS

用移液器把 0.2 毫升的萘內標溶液 Std-IS(2.6)和 5 份不同體積的標準中間溶液 Std-Int(2.7)分別放進 5 個 10 毫升的容量瓶，以乙醇(2.1)稀釋，配製一共 5 份校準標準溶液，覆蓋的校準範圍分別為 20 至 160 毫克／升(冰片)及 200 毫克／升(萘內標物)。

3. 器具

3.1. 分析天秤，感量為 0.1 毫克

3.2. 10 和 20 毫升容量瓶

3.3. 移液器

3.4. 超聲波清洗器

3.5. 0.45 微米聚四氟乙烯過濾薄膜

3.6. 聚乙二醇固定相的熔融石英毛細管色譜柱(30 米 x 0.25 毫米 x 0.25 微米)或交聯 5%二苯基甲基硅氧烷固定相的熔融石英毛細管色譜柱(60 米 x 0.25 毫米 x 0.25 微米)。

3.7. 配備氫火焰離子化檢測器的氣相色譜儀。

4. 程序

4.1. 配製樣本

準確地稱出約 0.1 克樣本，把樣本放進 10 毫升的容量瓶溶解（必要時可藉助超聲波清洗器），並加入乙醇至刻度。必要時用乙醇進一步稀釋。用移液器把 2 毫升所得溶液和 0.2 毫升的萘內標溶液 Std-IS(2.6)放進 10 毫升容量瓶中，並加入乙醇至刻度，溶解後再以 0.45 微米聚四氟乙烯過濾薄膜過濾而得出樣本溶液。

4.2. 氣相色譜分析

參照儀器說明書，裝配氣相色譜氫火焰離子化檢測器系統。使用兩種色譜柱(3.6) 的任何一種，按照以下條件注入校準標準溶液 Std-AS(2.8)和樣本溶液(4.1)：

進樣量：1 微升

進樣模式：分流模式，分流比 50:1

流速：1.5 毫升／分鐘

升溫程序：

柱 (3.6)	聚乙二醇固定相 (30 米 x 0.25 毫米 x 0.25 微米)	交聯 5%二苯基甲基硅氧烷 固定相 ³ (60 米 x 0.25 毫米 x 0.25 微米)
升溫程序	初始 40℃，保持 15 分 鐘後，以每分鐘 20℃ 升至 190℃，保持 4 分 鐘 (總運行時間 26.5 分 鐘)	初始 65℃，保持 5 分鐘後， 以每分鐘 1℃升至 80℃，保 持 0 分鐘；再以每分鐘 20 ℃升至 190℃，保持 3 分鐘 (總運行時間 28.5 分鐘)

³ 雖然在使用低極性的色譜柱(即交聯 5%二苯基甲基硅氧烷固定相)進行分析時，含有薄荷油的中成藥會出現干擾峰，但使用高極性的色譜柱(即聚乙二醇固定相)可以對含有薄荷油的中成藥中的冰片進行定量。

5. 校準

以冰片相對於萘的峰面積比與校準標準溶液 Std-AS 的相應濃度繪畫圖表，從而得出冰片的 5 點校準曲線。從校準曲線得出斜率 (m)、截距(I)和相關係數(r^2)的平方。

$$\text{峰面積比} = \frac{\text{冰片的峰面積}}{\text{內標物的峰面積}}$$

6. 鑒別及計算

按下列方程式計算冰片的相對保留時間：

$$\text{相對保留時間} = \frac{\text{冰片峰的保留時間}}{\text{萘峰的保留時間}}$$

與校準標準溶液 Std-AS 色譜圖中冰片峰的相對保留時間比較，鑒別樣本溶液色譜圖中的冰片峰。上述兩種色譜圖中的冰片峰的相對保留時間不應相差多於 0.5 %。

按下列方程式計算樣本溶液中冰片的濃度(毫克/升)：

$$\text{冰片的濃度} = \frac{\text{峰面積比} - I}{m}$$

峰面積比 = 樣本溶液中冰片的峰面積比

I = 5 點校準曲線截距

m = 5 點校準曲線斜率

按下列方程式計算樣本中冰片(毫克/克)的成分：

$$\text{冰片成分(毫克/克)} = \frac{C \times V / 1000 \times D}{W}$$

C = 樣本溶液中冰片的濃度(毫克/升)

D = 稀釋因數

V = 樣本溶液最後製成體積(毫升)

W = 用以配製樣本溶液的樣本的重量(克)

7. 參考資料

- 7.1. 國家藥典委員會：《中華人民共和國藥典》2015 年版一部，中國醫藥科技出版社。
- 7.2. E. Gonzalez-Penas, M. Lopez-alvares, F. Martinez de Narvajas, A. Ursua Simultaneous. (2000). GC Determination of Turpentine, Camphor, Menthol and Methyl Salicylate in a Topical Analgesic Formulation (Dologex). *Chromatographia*(52), pp. 245-248.
- 7.3. 國家食品藥品監督管理局：《國家藥品標準·活絡油》WS3-868(Z-166)-2005(Z)-2009。

附件

(規範)

外標校準

本方法亦可以外標校準代替內標校準來檢測樣本溶液中冰片的濃度。如採用外標校準，則可使用不添加萘內標溶液 **Std-IS** 的校準標準溶液 **Std-AS** 和樣本溶液。

以冰片的峰面積(**A**)與相應的校準標準溶液 **Std-AS** 濃度作圖，從而得出 5 點校準曲線。從校準曲線得出斜率(**m**)、截距(**I**)和相關係數(r^2)的平方。

按下列方程式計算樣本溶液中冰片的濃度(毫克/升)：

$$\text{冰片成分} = \frac{A - I}{m}$$

A = 樣本溶液中冰片的峰面積

I = 5 點校準曲線截距

m = 5 點校準曲線斜率