

# 气相色谱-质谱联用法检测 滴眼液中冰片的含量

No.GCMS-051

**摘要：** 本文建立了一种用GCMS测定滴眼液中冰片的含量的方法。标准曲线方程为： $Y = 1927.344X + 14647.49$ 。 $R^2 = 0.9997$ 。冰片在浓度范围内线性良好。对10 mg/L的冰片标准溶液进行精密度实验，保留时间的相对标准偏差为RSD%=0.007 (n=6)，峰面积相对标准偏差为RSD%=4.690 (n=6)，系统精密度良好。本法简便、准确，可用于含冰片的滴眼液中冰片的含量分析。

**关键词：** GCMS 冰片 滴眼液

珍珠明目滴眼液的主要成份为珍珠液、冰片等，具有清热泻火，养肝明目，缓解视力疲劳，治疗慢性结膜炎等功效。由于冰片为主要成分，应用GCMS法对其进行测定，以龙脑和异龙脑面积计算冰片的峰面积，测定珍珠明目滴眼液中冰片含量。该方法简便、准确，可用于含冰片的滴眼液中冰片的含量分析。

## ■ 实验部分

### 1、仪器条件

仪器：Shimadzu GCMS-QP2010

进样口温度：200℃

载气：He (纯度99.999%)

色谱柱：Rtx-5ms (30m × 0.25mm × 0.25 μm)

柱温：60℃ (1min) 15℃/min 180℃ (3min)

柱流量：1.2ml/min

进样方式：分流 (分流比20)

进样体积：1 μL

接口温度：230℃

离子源：EI源

离子源温度：200℃

溶剂延迟时间：1.8min

扫描方式：SCAN

全扫描范围：80~150m/z

### 2、标准品溶液的配制及样品处理

**标准品的配制：** 精确称取冰片标准物质0.0250g于25 mL容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并定容到刻度，摇匀，配制成1000 mg/L的储备液，放于0~4℃冰箱中储存。使用时用乙酸乙酯逐级稀释成浓度为1，10和100mg/L的工作液。

**供试液：** 取珍珠明目滴眼液倒出内容物，精密量取5mL于10mL容量瓶中，用异丙醇稀释至刻度，摇匀。

## ■ 实验结果与讨论

### 1、冰片标样的色谱图

10 mg/L标样的色谱图见图1：

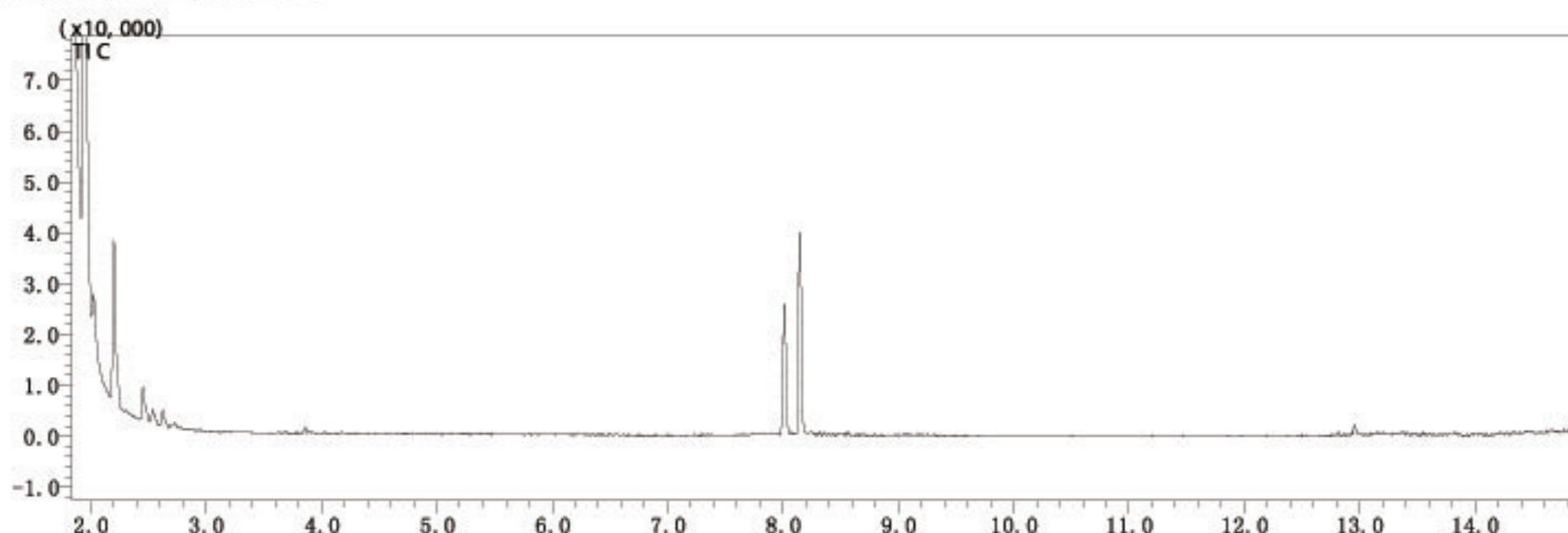


图1 10 mg/L的标准品色谱图

## 2、线性关系

将标准系列溶液（1mg/L，10mg/L，100mg/L和1000mg/L）按照上述条件分析，以浓度为横坐标、峰面积为纵坐标，计算冰片的线性回归方程为： $Y = 1927.344X + 14647.49$ 。  $R^2 = 0.9997$ 。标准曲线见图2。标样峰面积及浓度见表1。

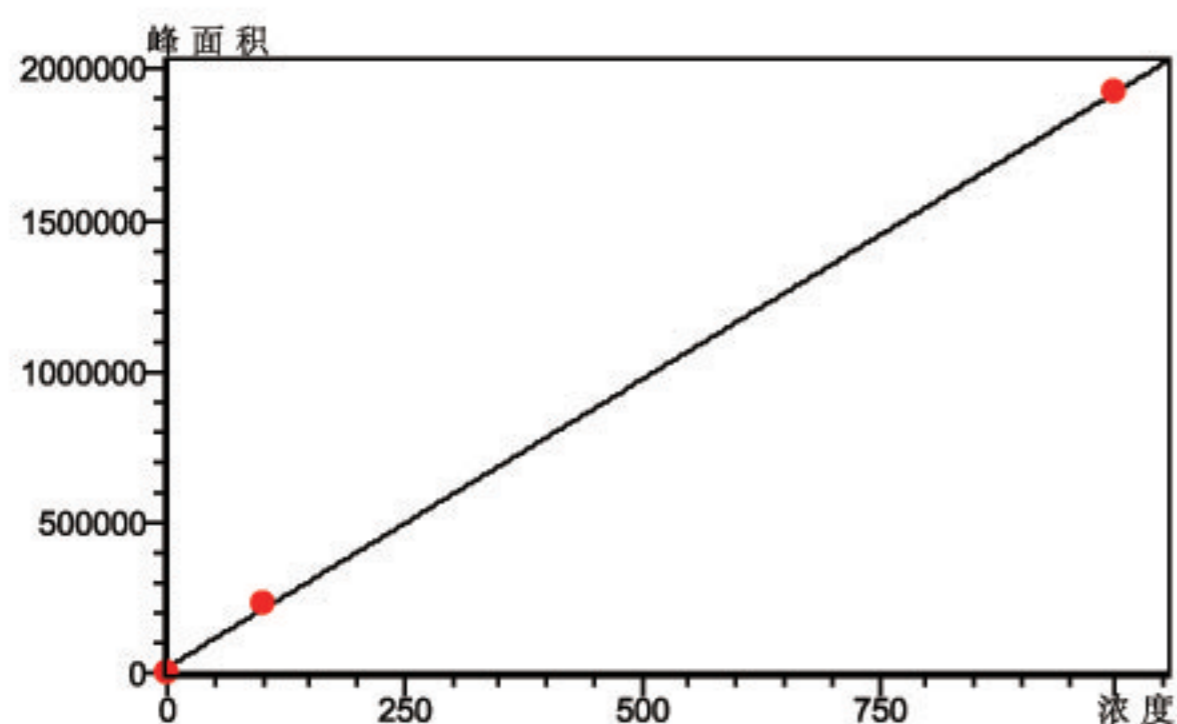


图2 冰片的标准曲线

表1 标准品的浓度及峰面积

Conc. (mg/L)	Area
1	3914
10	23739
100	232636
1000	1939581

## 3、精密度实验

将1000mg/L的标样连续测定6次，以考察方法的精密度。冰片色谱图见图3，保留时间和峰面积的RSD%结果见表2。

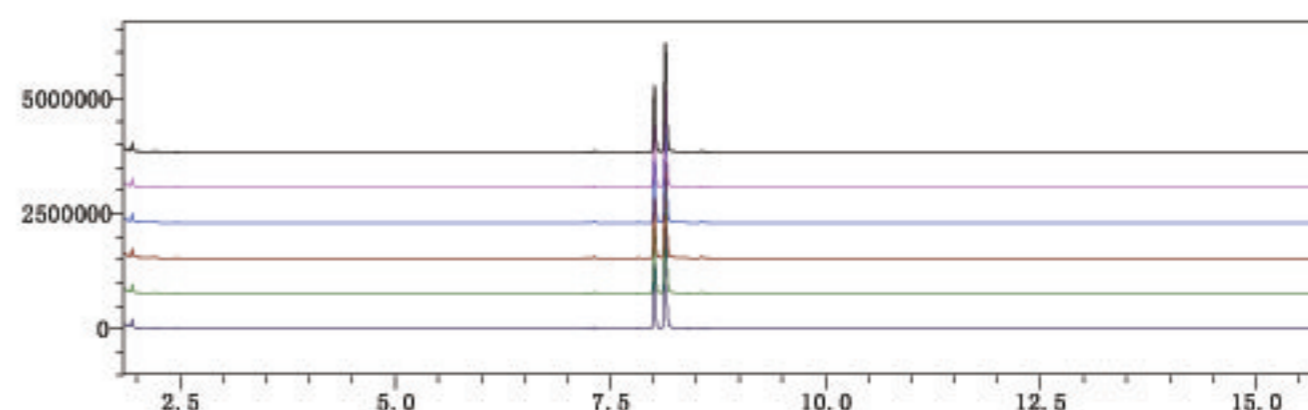


图3 1000 mg/L的冰片标样连续6次分析的色谱图

表2 冰片的重现性数据

No.	RT(min)	Area
n=1	8.145	2, 023, 469
n=2	8.145	1, 855, 819
n=3	8.144	1, 860, 418
n=4	8.144	1, 812, 164
n=5	8.145	2, 019, 955
n=6	8.144	1, 894, 591
Ave.	8.144	1, 911, 069
RSD%	0.007	4.690

## 4、实际样品测试

按照1.2.2处理珍珠明目滴眼液样品，得到稀释后的样品的含量为159.115mg/L，则滴眼液中冰片的含量为318.230 mg/L。检测色谱图如图4所示。

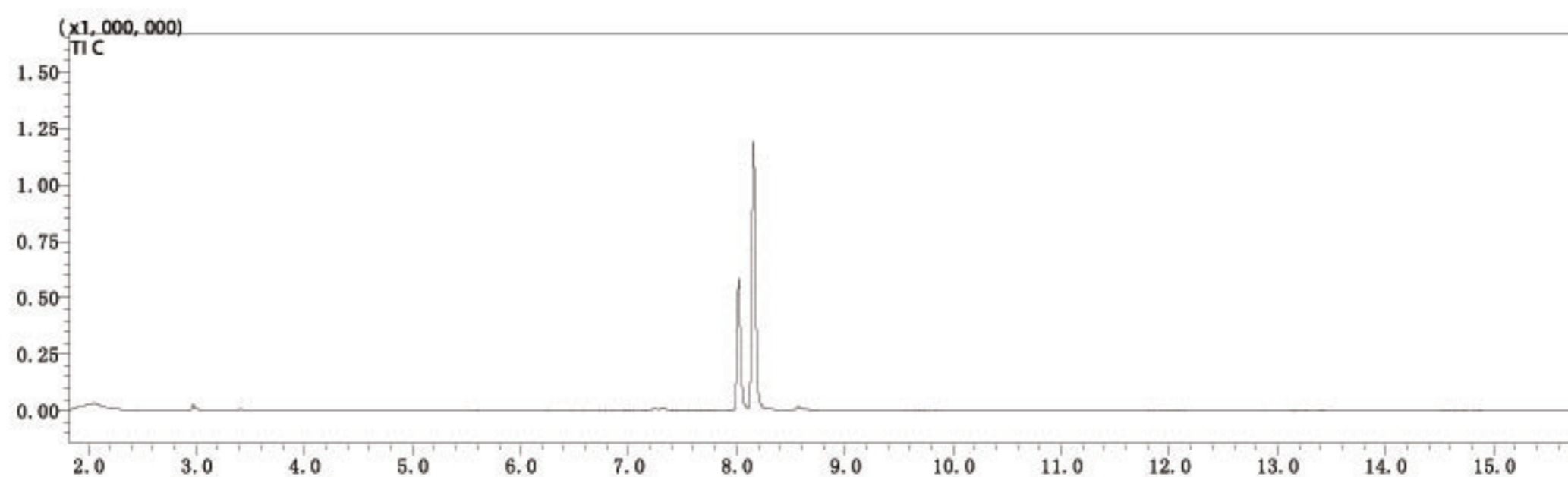


图4 珍珠明目滴眼液的色谱图

## 结论

本文采用GCMS测定滴眼液中冰片的含量。标准曲线方程为： $Y = 1927.344X + 14647.49$ 。  $R^2 = 0.9997$ 冰片在浓度范围内线性良好。保留时间和峰面积相对标准偏差分别为0.007%和4.690%。对实际样品进行分析，得到滴眼液中冰片的含量为318.230 mg/L。本法简便、准确，可用于含冰片的滴眼液中冰片的含量分析。