**实验九 气相色谱法测定合成冰片的含量**

【目的与要求】

 1．掌握气相色谱法测定中药制剂中成分含量的方法和原理。

 2．熟悉气相色谱仪进行含量测定的操作过程。

【基本原理】

  冰片为龙脑和异龙脑的混合物，具挥发性。因此本实验采用GC法，对合成冰片所含龙脑进行测定，并用内标法计算含量。

【仪器与试药】

1．安捷伦气相色谱仪(FID)、微量进样器。

2．水杨酸甲酯（内标）、醋酸乙酯(AR)。

3．龙脑对照品(中国药品生物制品检定所)。

 4．合成冰片(市售品)。

【操作步骤】

1．色谱条件

   采用DB-1  毛细管色谱柱（弱极性），柱长15m，内径0.53mm，液膜厚度0.5μm，不分流进样0.2μL；柱温：初始温度50℃，保持1min，以10℃ / min升至180℃，保持0.01min；后进样口温度为200℃；前检测器温度为300℃；载气为N2，柱前压1kPa左右；H2 50kPa；空气50kPa；FID检测器。理论塔板数按龙脑峰计算不低于十万；RS＞1.5；对称性因子T=0.95。预实验：后进样口温度：220℃，柱温:180℃，前检测器温度：220℃，柱前压力：0.125Mpa，运行时间：5min。

 2．校正因子测定内标溶液配制

取水杨酸甲酯125mg，置25mL量瓶中，加醋酸乙酯至刻度，制成每lmL含5mg的内标溶液。对照溶液配制取龙脑对照品5mg，精密称定，置10mL量瓶中，加内标溶液至刻度，摇匀，作为龙脑对照溶液。测定校正因子取龙脑对照液1μL注入气相色谱仪，测定至少5次，计算校正因子。

 3．测定法取合成冰片50mg，精密称定，置10mL量瓶中，加入内标溶液使冰片溶解并稀释至刻度，摇匀，吸取1μL，注入气相色谱仪，测定。按内标法计算含量。

【注意事项】

1．实验前，必须对气相色谱仪整个气路系统进行检漏。如有漏气，及时处理。

2．开机前先通气，实验结束，先降温、关机，后关气。

3．由于样品中挥发性成分较多，样品干燥时，要注意方法和温度。

【思考题】

1．在建立一个中药制剂的测定方法时，如何进行方法学考察？

2．薄层色谱鉴别对照物选择有哪几种？

3．研究和设计中药制剂的分析方法时，应根据哪几方面内容？