

件进样测定,回收率结果见下表。

表 2 氯唑西林稳定性测定结果

放置时间(h)	峰面积	RSD(%)
0.0	3 236.2	
4.0	3 242.8	
8.0	3 250.9	
12.0	3 257.0	0.3
16.0	3 246.3	
18.0	3 262.9	
20.0	3 260.3	
平均	3 250.9	

3 讨论

溶出方法参照中国药典 2000 年版二部进行,精密量取溶出液适量,分别加水稀释成 0.1mg/mL(按

标示量计)的溶液,作为供试品溶液;精密称取氯唑西林对照品适量,加水稀释成 0.1mg/mL 的溶液,作为对照溶液;分别取对照溶液和供试品溶液,照上述色谱条件对溶出结果进行测定,同时采用自身对照分光光度法(CHP 方法)和对照品分光光度法测定,三法测定结果比较如下。

表 4 氯唑西林三法测定结果比较

编号	对照品测定(%)	自身对照测定(%)	HPLC 法测定(%)
1	96.6	103.8	81.3
2	101.0	108.5	86.0
3	100.0	107.4	86.2
4	101.8	109.3	90.6
5	101.4	109.0	87.0
6	100.7	108.2	86.1

表 3 氯唑西林回收率试验结果

编号	辅料称量(g)	原料称量(g)	浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)	加样前浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)	测得浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)	回收率(%)	平均(%)	RSD(%)
1	0.008 2	0.162 4	64.96	59.49	60.11	101.0		
2	0.010 2	0.169 7	67.88	62.16	61.94	99.6		
3	0.009 2	0.164 5	65.80	60.26	60.13	99.8		
4	0.010 8	0.241 2	96.48	88.36	88.22	99.8		
5	0.009 3	0.248 9	99.56	91.18	92.29	101.2	100.2	0.6
6	0.009 8	0.241 9	96.76	88.61	88.53	99.9		
7	0.011 0	0.325 9	130.36	119.38	119.40	100.0		
8	0.007 6	0.328 7	131.48	120.41	120.33	99.9		
9	0.008 3	0.327 3	130.92	119.90	120.11	100.2		

分光光度测定法中,辅料和空胶囊壳的吸收度值分别为 0.002 和 0.021,故采用分光光度法测定的结果均高于高效液相色谱法,并且 CHP 中选择的波长 225nm 亦不是本品紫外吸收的最大吸收波长,紫外分光光度法的专属性较低,使得测定数据明显高于含量测定结果(为标示量的 90.6%),故其准确性较低。高效液相色谱法有较高的专属性与选择性,用

于溶出度检测,排除了辅料和空胶囊壳的干扰,故其测定数据和含量测定结果相比,较为真实合理。

参考文献:

- [1] 中国药典 2000 年版[S].二部 2000:917.
- [2] USP. 24Ed. 1999:456.

收稿日期:2003-08-21

HPLC 法测定复方草玉梅含片中甘草酸的含量

陈万里¹,史 蕙¹,任渝江²(1.贵州省药品检验所,贵州 贵阳 550004;2.中国人民解放军第 44 医院,贵州 贵阳 550009)

摘要 目的:建立复方草玉梅含片的含量测定方法。**方法:**采用高效液相色谱法,反相 C_{18} 柱,以甲醇-0.2mol/L 醋酸铵溶液-冰醋酸(53:47:1)为流动相,流速:1.0mL/min;检测波长 250nm。**结果:**甘草酸单铵盐在 0.0520.468mg/mL 范围内具有良好的线性关系, $r=0.999 6$,精密度和回收率结果良好。**结论:**本法简单,方便,线性关系和重现性好,可有效地对本品进行质量控制。

作者简介:陈万里(1972-),男,汉族,主管药师。Tel:(0851)6807060-200.

关键词 复方草玉梅含片;甘草酸;HPLC

中图分类号:R917

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2004)02-0085-03

Determination of the glycyrrhizic acid in compound anemone rivularis buccal tablets by HPLC

CHEN Wan-li¹, SHI Hui¹, REN Yu-jiang². (1. Guizhou Institute for Drug Control, Guiyang 550004 China; 44th Hospital of PLA, Guiyang 550009, China)

ABSTRACT Objective: To establish a method to determine the Glycyrrhizic acid in Compound Anemone rivularis tablets. **Methods:** Using HPLC with C₁₈ column and mobile phase of methanol-0.2mol/L ammonium acetate solution - glacial acetic acid(53 : 47 : 1) with flow rate of 1.0 mL/min, the detection wavelength was 250nm. **Result:** The linear range was 0.0520.468mg/mL for ammonium glycyrrhizinate ($r=0.9996$), good linearity, precision and recovery were obtained. **Conclusion:** The method is simple, rapid and accurate and could be used for quality control of compound anemone rivularis tablets.

KEY WORDS compound anemone rivularis tablets; glycyrrhizic acid; HPLC

复方草玉梅含片由草玉梅、两面针、射干、百合、生地、玄参、岗梅根、甘草、薄荷脑九味药组成,用以治疗咽喉口腔肿痛。收载于国家中成药整顿地方标准汇编。厂方提供的质量标准无含量测定项,不利于产品质量控制。为控制产品质量,曾采用 HPLC 法测定方中齐墩果酸的含量,由于供试品溶液的制备繁琐及发现有效成分含量受药材产地和收购季节影响较大,导致试行过程中检测困难。尔后参考文献^[13],调整流动相甲醇-0.2mol/L 醋酸铵溶液-冰醋酸为(53:47:1)、流速为 1.0 mL/min,采用高效液相色谱法测定复方草玉梅含片中甘草酸的含量。

1 材料与方

1.1 仪器与试剂 岛津 LC-10vp 高效液相色谱仪,岛津 SPD-10Avp 紫外检测器,7725i 手动进样器,ANNSTAR 色谱工作站。甘草酸单铵盐对照品(中国生物制品检定所提供,批号 731-9403);复方草玉梅含片(贵州贵宝药业有限公司提供,批号为 20020129,20020131,20020306);甲醇为色谱纯,其余试剂均为分析纯。

1.2 实验方法与结果

1.2.1 实验色谱条件 十八烷基硅烷键合硅胶柱 [Diamonsil(TM)柱,5 μ m,150 \times 4.6mm,迪马公司];流动相:甲醇-0.2mol/L 醋酸铵溶液-冰醋酸(53:47:1);流速:1.0 mL/min;检测波长为 250nm;进样量 10 μ L;柱温:室温。在上述色谱条件下甘草酸单铵盐与其它组分可达到基线分离,阴性样品无干扰。(见色谱图 1、图 2、图 3)。

1.2.2 对照品溶液的制备 精密称取甘草酸单铵盐对照品适量,加流动相制成每 1mL 约含 0.2mg 的溶液(折合甘草酸 0.1959mg),即得。

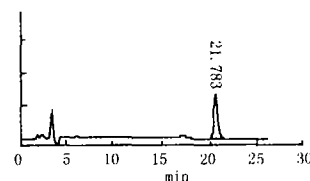


图1 甘草酸单铵盐对照品的 HPLC 色谱图

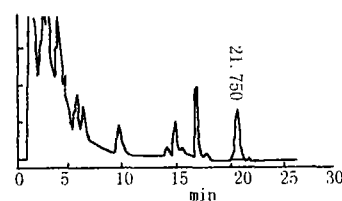


图2 样品 HPLC 色谱图

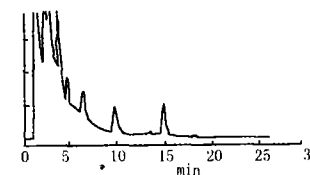


图3 阴性对照液的 HPLC 色谱图

1.2.3 供试品溶液的制备 精密称取本品约 4g,置 25mL 量瓶中,加流动相 20mL,超声处理 30min,取出,放冷,加流动相至刻度,用 0.45 μ m 的微孔滤膜滤过,即得。

2 结果

2.1 线性关系考察 精密吸取不同浓度的甘草酸单铵盐对照品溶液(0.052、0.156、0.260、0.363、0.468 mg/mL)的溶液 10 μ L 按上述色谱条件进样作色谱分析,以甘草酸单铵盐进样量为横坐标,对照品峰面积积分为纵坐标绘制标准曲线,回归方程为: $A = 34207.10 + 755691.35C$, $r = 0.9996$ 。结果表明甘草酸单铵盐在 0.052 ~ 0.468 mg/mL 浓度范围内具有良好线性关系。

2.2 精密度实验 精密吸取甘草酸单铵盐对照品

溶液(0.260 mg/mL)10 μ L,重复进样 5 次,甘草酸单铵盐峰面积积分值的相对标准偏差(RSD%)为 0.34%,表明方法精密度良好。

2.3 重复性实验 取同一批样品(批号 20020306)5 份,按供试品溶液的制备方法,在即定色谱条件下,测得含量的相对标准偏差(RSD%)为 1.78%,表明方法重复性良好。

表 1 精密度实验结果

实验次数	峰面积值	均值	RSD(%)
1	2 030 789		
2	2 016 539		
3	2 021 144	2 025 477	0.34
4	2 025 464		
5	2 033 449		

表 2 重复性实验结果

称样量(g)	峰面积值	含量测定值(%)	含量测定均值(%)	RSD(%)
4.258 9	786 096	0.059 2		
4.409 1	822 941	0.059 9		
4.874 4	937 325	0.061 7	0.060 32	1.78
4.015 7	745 409	0.059 6		
4.227 2	806 166	0.061 2		

2.4 稳定性实验 精密吸取同一样品(批号 20020306)5 份,分别在 0,2,4,8h 进样 10 μ L 考察 8h 内的稳定性,结果 RSD 为 0.39%,表明供试品溶液较稳定。

表 3 稳定性实验结果

测定时间	峰面积值	含量测定值(%)	含量测定均值(%)	RSD(%)
0	786 096	0.059 2		
2	780 420	0.058 8	0.059 0	0.39
4	785 504	0.059 2		
8	779 881	0.058 8		

2.5 加样回收率实验 精密称取已知含量的样品约 2g 共 5 份,精密加入甘草酸单铵盐对照品溶液(0.260 mg/mL)5mL,按供试品溶液制备方法,计算测得量,结果见表 4。

表 4 复方草玉梅含片中甘草酸单铵盐的回收率实验结果

原有量(mg)	加入量(mg)	实测量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1.208		2.489	98.54		
1.354		2.636	98.62		
1.412	1.3	2.716	100.31	98.89	0.99
1.294		2.564	97.69		
1.148		2.439	99.31		

2.6 样品含量测定 分别吸取甘草酸量单铵盐对照品溶液(0.260 mg/mL)与供试品溶液各 10 μ L,依上述色谱条件测定,按外标法,以下式计算本品每片中甘草酸的含量。

$$\text{含量(mg/片)} = \frac{C_{\text{对}} \times A_{\text{样}} \times 0.1959 \times \bar{W}}{A_{\text{对}} \times W / 25 \times 0.2}$$

其中 C_对:甘草酸单铵盐对照品溶液的浓度(mg/mL)

A_样:样品峰面积 W:样品称样量(mg)

A_对:对照品峰面积 W:平均片重(mg/片)

表 5 10 批样品含量

批号	含量测定值(mg/片)		含量测定均值(mg/片)	总平均值(mg/片)
	1	2		
20020107	0.826	0.816	0.821	
20020113	0.863	0.881	0.872	
20020118	0.745	0.732	0.738	
20020129	0.829	0.818	0.824	
20020208	0.816	0.813	0.814	0.813
20020115	0.803	0.808	0.806	
20020118	0.840	0.835	0.838	
20020219	0.785	0.792	0.788	
20020306	0.820	0.837	0.828	
20020312	0.796	0.810	0.803	

3 讨论

3.1 经过对 10 批样品的含量测定,结果表明,该质量标准草案的含量测定方法具有回收率好,精密度、重现性高,样品处理简便,分析快速等优点,符合《中国药典》2000 年版一部附录 VID 高效液相色谱法的各项规定。

3.2 经摸索,流动相中甲醇-0.2mol/L 醋酸铵溶液-冰醋酸的比例以(53:47:1)较为适宜,在此条件下甘草酸单铵盐与其它组分能达到基线分离,阴性样品无干扰。

参考文献:

[1] 中国药典 2000 年版.一部.[S].2000:6,10,66,134.
 [2] 卫生部药品标准.中药成方制剂.第八册[S].1993:21.
 [3] 肖培根.新编中药志.第一卷[M].北京:化学工业出版社,2002:825.

收稿日期:2003-08-25