

表 2 含量测定结果

药材	成分	类别	含量(%)			转移率(%)	
			絮凝液	醇沉液	水煎液	絮凝液	醇沉液
金银花	绿原酸	有机酸	2.082	1.412	2.186	95.24	64.59
当 归	阿魏酸	有机酸	0.048	0.029	0.052	92.31	55.77
黄 芪	黄芪多糖	多 糖	14.63	4.91	19.02	76.92	25.81
白茅根	多 糖	多 糖	5.657	4.467	6.598	85.74	67.70
麻 黄	麻黄碱	生物碱	0.0603	0.0609	0.061	98.85	99.84
	伪麻黄碱	生物碱	0.0268	0.0275	0.0281	95.37	97.86
黄 柏	小檗碱	生物碱	0.0734	0.0756	0.08	91.75	94.50
大青叶	靛玉红	生物碱	0.00088	0.0024	0.002	44.00	120.00
淫羊藿	淫羊藿苷	黄酮苷	0.077	0.08	0.083	92.77	96.39

参 考 文 献

4 伊凡·海耳布伦·汉译海氏有机化合物辞典·第三册·北京:科学出版社,1965:14

1 王燕伟,等. 浙江中医学院学报,1995,19(2):30
2 唐青华,等. 中成药,1997,19(6):38
3 张文青,等. 华东理工大学学报,1996,22(1):108

(1998-08-20 收稿)

HPLC 法测定克尔迈口服液中甘草酸的含量

正大青春宝药业有限公司(杭州 310013)
浙江省医学科学院

邵国良* 傅 君
毛丽珍 徐世芳

摘 要 采用反相高效液相色谱法和离子抑制技术测定克尔迈口服液中甘草酸的含量,方法简便,数据稳定,重现性好,平均回收率为 98.72%。
关键词 克尔迈口服液 甘草酸 高效液相色谱法

克尔迈口服液是根据传统医学临床实践经验组方,以牡蛎、甘草、枸杞子、山药等中药为主要原料,用科学合理的工艺加工制成。具有抗疲劳和免疫调节作用,适合易疲劳者、体质虚弱者及免疫功能低下者,特别适用于防治男、女更年期综合征。为了控制产品质量,选以处方中甘草的有效成分甘草酸为质控指标,探讨了高效液相的定量方法^[1,2],结果满意。

1 仪器与试药

仪器:Waters 高效液相色谱仪,包括 510 高压泵,U6K 进样器,484 紫外检测器,Shimadzu-R2A 数据处理机。

试剂:色谱纯甲醇,分析纯 36%醋酸,二

次蒸馏水。
对照品:甘草酸单铵盐由中国药品生物制品检定所提供(高效液相归一化测得含量为 95.14%)。

克尔迈口服液及不含甘草的阴性对照样品由正大青春宝药业有限公司提供。

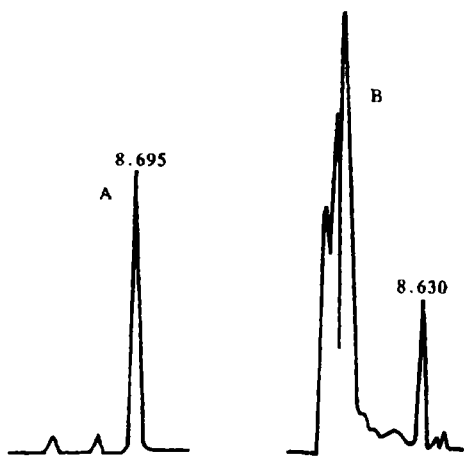
2 色谱条件

色谱柱:大连依利特公司装 Spherisorb C₁₈(5μ)不锈钢柱,150 mm×5 mm。

流动相:甲醇-水-36%醋酸(68:32:0.5),流速 1 mL/min,检测波长 254 nm,检测灵敏度 0.04AUFs,纸速 2 mm/min,柱温 30℃。经测定,柱效为 3 000 以上,在供试品色谱中,甘草酸峰同邻近的杂质峰已达到基

* Address: Sao Guoliang, Zhengda Qingchunbao Pharmaceutical Co. Ltd., Huangzhou

线分离,甘草酸的保留时间为 8.6 min,见色谱图 1。



A-甘草酸对照品 B-样品

图 1 样品色谱图

3 实验方法

3.1 对照品溶液的制备:精密称取经 80℃真空干燥至恒重的甘草酸单铵盐 2 mg,置 10 mL 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。精密吸取 2 mL,置 5 mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。

3.2 供试品溶液的制备:精密吸取本品 1 mL,置 10 mL 量瓶中,加流动相至刻度,摇匀。用 0.45 μm 微孔滤膜滤过,取续滤液作为供试品溶液。

3.3 阴性对照溶液的制备:取缺甘草的阴性对照样品,按“供试品溶液的制备”项下处理,作为阴性对照溶液。

分别取对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液适量,注入色谱仪,记录色谱图(图 1-A、B)。从图中可以看出,甘草酸峰形好,干扰少,分离度符合要求。在相同色谱条件下,不含甘草的阴性对照样品的色谱在 8.6 min 附近没有峰出现,说明阴性对照对样品测定无干扰。

4 结果

4.1 线性关系:精密吸取对照品溶液 2,4,

6,8,10 μL,按上述色谱条件进样,测定峰面积。以进样量为横坐标,峰面积为纵坐标绘制标准曲线,甘草酸进样量在 0.1904~0.9520 μg/mL 范围内呈良好的线性关系。回归方程 $Y=250893X+2477$, $r=0.9996$ 。

4.2 精密度及重现性试验:取同一样品,重复进样 6 次,测得 RSD 为 1.61%。取同一批号(980107)样品 6 份,依前法制备供试溶液,在上述色谱条件下,测得 RSD 为 1.51%。

4.3 回收率试验:精密吸取同一批号(980107)已测定含量的本品口服液 0.5 mL,置 10 mL 量瓶中,共 5 份,分别加入甘草酸单铵盐对照品适量,按本法测定,测得平均回收率为 98.72%, $RSD=1.45\%$ ($n=5$)。

5 样品测定

取 3 批样品,依法测定,结果见表 1。

表 1 样品测定结果

批号	含量(mg/100 mL)	RSD(%)	n
980107	61.74	1.51	6
980114	61.62	1.96	3
980206	59.99	0.17	3

6 讨论

6.1 流动相中的醋酸是离子抑制剂,使被测成分以甘草酸的形式存在。流动相中甲醇与水的比例对样品的分离度和保留时间影响很大,本实验的比例是根据实际样品选定的。

6.2 以水(加入少量醋酸)作溶剂进行样品前处理时,色谱峰不正常,出现负峰,改用流动相作溶剂后,峰形正常,峰面积值准确、稳定。当然,出现负峰的原因很多,但供试品溶液所用溶剂尽可能与流动相一致,以免由于溶剂系统不同所带来的干扰与误差。

6.3 实验结果表明,本法的回收率高,重现性好,结果稳定,操作简便,测定迅速,适用于该产品的质量控制。

参考文献

1 阎东海. 药物分析杂志,1993,13(6):381
2 李章万,等. 药物分析杂志,1992,12(1):15
(1999-03-02 收稿)