

舒痉胶囊中甘草次酸的含量测定研究

张莲珠,李海松,吕雪峰,李海日,王本祥(吉林天药科技股份有限公司天然药物研究所,吉林 长春 130012)

摘要:目的 建立舒痉胶囊中甘草次酸含量测定的方法。方法 采用 HPLC,色谱条件:流动相:甲醇-0.05%磷酸(90:10),检测波长:250nm。结果 含量测定平均回收率为 98.6% ($n=5$),RSD为 0.53%。结论 建立的方法用于舒痉胶囊中甘草次酸含量测定,快速,准确,重现性好。

关键词:舒痉胶囊;甘草次酸;含量测定;高效液相色谱法

中图分类号:R927.2 文献标识码:B 文章编号:1007-7693(2005)04-0313-02

Determination of glycyrrhetic acid in Shujing capsule by HPLC

ZHANG Lian-zhu, LI Hai-song, Lü Xue-feng, LI Hai-ri, WANG Ben-xiang (Jilin Natural Medicine and Technology Stock. Co., Ltd., Natural Medicine Institute, Changchun 130012, China)

ABSTRACTS: OBJECTIVE To establish a method for determination of glycyrrhetic acid contents in Shujing capsule. **METHODS** HPLC was used, using methanol-0.05% phosphoric acid (90:10) as mobile phase, detected at 250nm. **RESULTS** The average recovery was 98.6%, and the RSD was 0.53% ($n=5$). **CONCLUSION** The method is accurate and can be used in the determination of glycyrrhetic acid in Shujing capsule.

KEY WORDS: Shujing capsule; glycyrrhetic acid; determination; HPLC

舒痉胶囊由中药甘草、芍药经提取纯化精制而成,具有解痉、止痛、镇静、抗炎等作用,主要用于治疗妇女月经痛,以及胃肠道等腹部平滑肌痉挛痛。甘草提取物为舒痉胶囊主要成分之一,其中的甘草次酸(glycyrrhetic acid, GA)具有解除痉挛的作用。本实验建立了舒痉胶囊中甘草次酸的含量测定方法,用于质量控制。

1 仪器与试剂

仪器:Agilent 1100型高效液相色谱仪,可变波长紫外检测器 G1314A,自动进样器 G1313A, Agilent HPLC工作站。

试剂:甲醇为色谱纯试剂,水为经 0.45 μ m 滤膜滤过的超纯水,其他试剂均为分析纯。甘草次酸对照品(中国药品生物制品检定所,批号:723-200109),舒痉胶囊(吉林天药科技股份有限公司天然药物研究所,批号 011115, 011120, 011122)。

2 实验方法

2.1 色谱条件与系统适应性试验

Hypersil ODS C_{18} 柱(4.0mm \times 250mm, 5 μ m),流动相:甲醇-0.05%磷酸(90:10);流速:1mL/min,检测波长为 250nm,柱温为室温,理论塔板数以甘草次酸计应不低于 2000。阴性对照试验表明其他组分不产生干扰,见图 1。

2.2 对照品溶液的制备

取甘草次酸对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1mL 中含甘草次酸 25 μ g 的溶液,作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备

作者简介:张莲珠(1971~),女,吉林省长春市人,主管药师,医学硕士。从事中药活性成分及新药研究工作。电话:0431-5541874,传真:0431-5541889, E-mail: zlzcy0@163.com 或 zlz@tianyao.com.cn

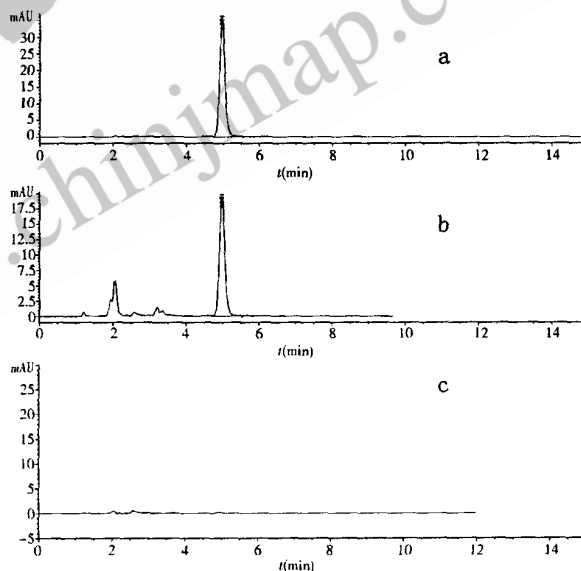


图 1 甘草次酸对照品及样品色谱图

Fig 1 HPLC chromatograms

a 甘草次酸对照品色谱图, b 样品色谱图, c 阴性对照色谱图

a. glycyrrhetic acid, b. sample, c. blank

取本品内容物 0.1g,精密称定,置 100mL 量瓶中,加甲醇 70mL,超声提取(功率 100W,频率 50kHz) 5min,放冷,加甲醇至刻度,摇匀。精密吸取 1mL,置 10mL 量瓶,加甲醇稀释至刻度,摇匀,静置,取上清液,微孔滤膜(0.45 μ m)滤过,

取续滤液,作为供试品溶液。

2.4 样品测定

分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ L,注入液相色谱仪,按照上述色谱条件,测定,外标法计算,结果见表 1。

表 1 样品含量测定结果 ($n=3$)

Tab 1 Contents of samples($n=3$)

批号	甘草次酸含量 (%)	RSD (%)
011115	30.80	1.22
011120	30.33	1.45
011122	30.67	1.06

3 结果

3.1 线性范围考察 分别精密吸取对照品溶液 2, 6, 10, 14, 18 μ L,进样,测定,以甘草次酸进样量为横坐标,峰面积积分为纵坐标,绘制标准曲线, $r=0.99999$,表明甘草次酸在 0.05 ~ 0.45 μ g 范围内线性关系良好,结果见表 2。

3.2 精密度测定

将同一对照品溶液重复进样 5 次,峰面积分别为 359.1, 358.7, 356.9, 358.4, 360.2, RSD = 0.17%。

3.3 稳定性测定

表 2 甘草次酸对照品进样量与峰面积关系

Tab 2 Linear calibration curve of glycyrrhetic acid

进样量 (μ g)	峰面积 (平均值)
0.05	71.57
0.15	214.16
0.25	359.08
0.35	501.11
0.45	647.58

同一样品溶液在室温下放置,于 0, 1, 3, 7, 15, 24h 进样测定,结果表明,其峰面积分别为 549.34, 547.06, 552.01, 546.58, 545.83, 552.03, RSD = 0.50%,基本稳定。

3.4 重复性测定

取本品同一批内容物,按上述方法测定 5 次,甘草次酸含量分别为 88.3, 88.4, 88.1, 88.4, 88.4mg/粒 ($n=3$), RSD 为 0.15%。

3.5 回收率测定

采用加样回收试验法,取甘草次酸对照品适量,加甲醇配制成 5.0mg/mL 的溶液,精密称定已知甘草次酸含量的舒痉胶囊内容物 50mg,分别定量加入甘草次酸对照品溶液 1.0 mL,按供试品溶液制备项下方法操作,测定甘草次酸含量,结果见表 3。

表 3 回收率试验结果

Tab 3 Results of the recovery test

实验次数	样品已知含量 (mg)	对照品加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	5.16	5.0	10.11	99.00		
2	5.17	5.0	10.07	98.00		
3	5.14	5.0	10.06	98.40	98.6	0.53
4	5.17	5.0	10.13	99.20		
5	5.13	5.0	10.04	98.20		

4 讨论

4.1 文献报道测定甘草次酸多采用薄层色谱扫描法,笔者建立的高效液相色谱法测定舒痉胶囊中甘草次酸含量,结果准确而且操作简单,样品不需特殊处理,且甘草次酸与其他成分分离较好,分析快速,可以作为舒痉胶囊中甘草次酸的质量控制方法。

4.2 针对供试品溶液的制备比较了超声处理 (5, 10, 15 min) 和回流提取 (30 min, 1 h) 的提取效果,结果表明超声处理 (功率 100W, 频率 50kHz) 5 min 和回流提取 30 min 效果相近,完全能够将被测物提取充分,两者比较选择超声处理,方便而且节约时间。另外由于流动相主要为甲醇而且甘草次酸在甲醇中溶解良好,因此选择甲醇作为提取溶剂。

参考文献

- [1] 李健,周燕文,杨玉芳.反相高效液相色谱法测定胃乐胶囊中甘草次酸的含量[J].广西医科大学学报,2002,19(4):589.
- [2] 张国刚,徐绥绪,金凤环,等.高效液相色谱法测定气滞胃痛冲剂中甘草次酸的含量[J].沈阳药科大学学报,1999,16(1):65.