

高效液相色谱法测定甘草甜素搽剂中的甘草甜素含量

陈文, 江发寿, 李岩芬(石河子大学药学院, 新疆 石河子 832002)

摘要:目的 建立甘草甜素搽剂中甘草甜素的含量测定方法。方法 用高效液相色谱法测定甘草甜素搽剂中甘草甜素的含量, 色谱柱: Zorbax ODS C_{18} 柱; 流动相: 甲醇-0.2 mol·L⁻¹ 醋酸铵-冰醋酸(67:33:1); 检测波长: 250 nm。结果 在 20~200 μg/mL 内, 浓度与峰面积呈良好线性($r=0.9998$), 甘草甜素的平均加样回收率为 99.58%, RSD 为 2.69% ($n=5$)。结论 本法简便、准确、重现性好, 可用于甘草甜素搽剂的质量控制。

关键词: 甘草甜素; 搽剂; 质量控制

中图分类号: R917.701; R758.3

文献标识码: B

文章编号: 1007-7693(2004)06-0480-02

Determination of glycyrrhizic acid in glycyrrhizim liniments preparation by HPLC

CHEN Wen, JIANG Fa-shou, LI Yan-fen(College of Pharmacy, Shihezi University, Shihezi 832002, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To determine glycyrrhizim content in liniments by HPLC. **METHOD** The content of glycyrrhizim in the preparation were measured by HPLC. HPLC analysis was carried out with C_{18} column, the mobile phase: methanol-0.2 mol/L CH_3COONH_4 - CH_3COOH (67:33:1), the detection wavelength was set at 250 nm. **RESULTS** From the range of 20~200 μg/mL, there was an excellent linear shape between the concentration and the area. The mean recovery rate of glycyrrhizim was 99.58%, and RSD was 2.69% ($n=5$). **CONCLUSION** The method is simple accurate and good reproducibility. It can be used as quality control of glycyrrhizim liniments.

KEY WORDS: glycyrrhizim; liniments; quality control

甘草甜素(glycyrrhizim, GL)是从药用植物甘草根、茎中提取的一种有效活性成分,具有高甜度、低热量、安全无毒的特点。甘草甜素具有类固醇的骨架结构,有激素样活性而无激素的不良反应,外用安全有效,国内有医院将其制成霜剂,用于治疗湿疹、荨麻疹、皮炎及瘙痒性皮肤病,临床效果良好。我们进行了甘草甜素搽剂的研制,确定了处方的组成及制备工艺,并对其含量测定和稳定性进行了研究,现报道如下。

1 仪器与试剂

HP1100 高效液相色谱仪(惠普公司)。甘草甜素对照品(Sigma 公司),甘草甜素样品(兵团医药公司),甲醇、醋酸铵、冰醋酸,均为分析纯,95%乙醇(药用)。

2 方法与结果

2.1 甘草甜素搽剂的制备

2.1.1 处方组成 甘草甜素 10g,薄荷脑 2.5g,甘油 2.5 mL,95%乙醇 103 mL,加蒸馏水至 250 mL。

2.1.2 制备 用适量水溶解甘草甜素,薄荷脑用处方量的甘油、乙醇溶解,然后加入到甘草甜素水溶液中,充分摇匀,加蒸馏水使成 250 mL,摇匀即得。本品为黄色澄明液体,略

带甜味, $pH: 7 \pm 0.5$ 。

2.2 色谱条件与系统适用性试验

色谱柱: Zorbax ODS C_{18} 柱; 流动相: 甲醇-0.2 mol·L⁻¹ 醋酸铵-冰醋酸(67:33:1); 流速: 1 mL/min; 检测波长: 250 nm; 检测温度: 25 °C; 保留时间: 8.8 min; 进样量: 20 μL。理论塔板数按甘草甜素峰计算不低于 5000, 连续进样 5 次测其峰面积, 结果: RSD 为 1.9%。

2.3 阴性对照实验

依照处方比例配制空白甘草甜素搽剂 25 mL, 按“2.7”项下进行测定, 空白基质对甘草甜素的测定无干扰。

2.4 标准曲线制备与线性关系考察

以流动相为溶剂, 对照品甘草甜素在 20, 40, 80, 120, 160, 200 μg/mL 的系列浓度, 采用外标法测定甘草甜素含量, 得回归方程: $A = 10.8432C + 17.13$, $r = 0.9998$ ($n = 6$), 结果表明: 甘草甜素在 20~200 μg/mL 内线性良好。

2.5 稳定性试验

取甘草甜素搽剂, 在室温下放置不同时间按“2.8”项下进行测定, 结果测得搽剂中甘草甜素的含量在所试的 12h 内稳定, 其 RSD = 1.32% ($n = 7$)。

基金项目: 新疆兵团医药专项基金(NKB02SDXNK30XY)

作者简介: 陈文(1967-), 男, 副教授。从事药物新制剂的研究与开发。联系电话: (0993) 2057612

2.6 重复性试验

取甘草甜素搽剂 5 份, 按按“2.8”项下测定样品中甘草甜素的含量, 结果平均含量为 39.02 mg/mL, RSD = 1.21% ($n = 5$)。

2.7 回收率试验

精密移取甘草甜素搽剂 1 mL 于 25 mL 量瓶中, 加入 0.002g/mL 的对照品 5 mL, 加甲醇定容。然后从中精密量取 1 mL 于另一 25 mL 量瓶中, 用流动相定容, 摇匀, 离心后取上清液各 20 μ L, 注入液相色谱仪, 照上述色谱条件, 进行测定, 平行做 5 份。结果平均回收率为 99.58%, ($n = 5$), RSD 为 2.69%。结果见表 1。

表 1 甘草甜素的加样回收实验结果($n = 5$)

Tab 1 Recovery of glycyrrhizin ($n = 5$)

标号	样品量 (mg)	标准加入量 (mg)	测得总量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	39.01	10.00	49.39	100.91		
2	39.01	10.00	48.96	99.14		
3	39.01	10.00	48.99	100.30	99.58	2.69
4	39.01	10.00	48.67	97.66		
5	39.01	10.00	48.83	99.91		

2.8 样品含量测定

精密量取甘草甜素搽剂 1 mL 于 25 mL 量瓶中甲醇溶解、定容, 然后从中精密移取 1 mL 于另一 25 mL 量瓶中, 流动相定容, 离心, 进行测定。平行做 3 份。测定结果平均含量为 39.03 mg/mL, RSD 为 0.61%。结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果($n = 3$)

Tab 2 Determination result of samples ($n = 3$)

标号	含量 (mg/mL)	平均含量 (mg/mL)	RSD (%)
1	39.30		
2	38.84	39.03	0.61
3	38.96		

在前述色谱条件下, 分别取供试品溶液, 对照品溶液及阴性供试液各 20 μ L 进样, 色谱图见图 1。

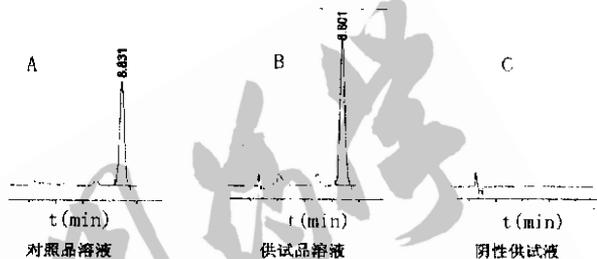


图 1 HPLC 图

Fig 1 HPLC chromatograms

3 讨论和小结

参照中国药典(一部)甘草的测定方法和有关文献而确定^[1-3], 结果证实: HPLC 测定甘草甜素搽剂线性和回收率良好, 建立的方法是切实可行。HPLC 可用于对甘草甜素搽剂的质量控制。

考虑到此制剂主要用于皮肤, 为了增强其舒适度, 我们分别加入了少量薄荷油, 初步用于临床试验表明治疗湿疹、荨麻疹、皮炎及瘙痒性皮肤病等临床效果良好。

参考文献

- [1] 王茂义, 张华安, 封卫毅, 等. 甘草酸铵霜的研究[J]. 中国药学杂志, 1997, 32(3): 147.
- [2] 闫军, 李昌生, 苏春英. 甘草酸铵凝胶剂的制备及临床应用[J]. 中国医院药学杂志, 2001, 21(1): 47.
- [3] 中国药典 2000 年版. 一部[S]. 2000: 65.

收稿日期: 2003-09-02