

精密称取酮洛芬 50mg, 置 100ml 量瓶中, 按处方比例加入空白膜 75mg 加无水乙醇适量使药物充分振摇溶解后, 用无水乙醇稀释至刻度摇匀, 精密量取此模拟处方液, 用无水乙醇定量稀释成酮洛芬浓度为  $8\mu\text{g}/\text{ml}$  的溶液, 以无水乙醇为空白, 在波长  $255 \pm 1\text{nm}$  处按紫外分光光度法测定吸收度, 代入上述回

归方程中计算含量。回收率结果见表 1。

#### (四) 样品测定

取样品 20 片, 精密称定, 剪碎, 精密称取适量(约相当于酮洛芬 50mg) 置 100ml 量瓶中, 加无水乙醇适量, 摇匀, 待药物全部溶解后, 用无水乙醇稀释至刻度, 摇匀, 照回收率试验项下方法, 依法测定含量。结果见表 2。

表 1 回收率试验结果

编号	加入量 (g)	测得量 (g)	回收率(n=3) (%)	$\bar{x} \pm s$ (%)	RDS (%)
1	0.0502	0.0504	100.4	$100.7 \pm 0.8976$	0.90
2	0.0500	0.0503	100.6		
3	0.0495	0.0504	101.8		
4	0.0511	0.0508	99.41		
5	0.0489	0.0495	101.2		

表 2 样品测定结果

批号	测定结果(标示量%)	RSD(%)
970619	102.10	0.20
970626	97.48	0.47
970629	99.09	0.35

酮洛芬控释膜的含量, 基质无干扰, 方法简便、易行、准确。

#### 参考文献

[1] 陈新谦, 金有豫主编. 新编药理学. 北京: 人民卫生出版社, 第 14 版

### 三、小结

本实验证明, 采用紫外分光光度法测定

## 高效毛细管电泳法分离测定止咳合剂中甘草酸的含量

梁东升 纪松岗

(海军 401 医院药剂科 青岛 266071)

**摘要** 本文采用高效毛细管电泳法分离测定止咳合剂中甘草酸的含量, 本法具有准确、快速、简便的优点, 结果满意, 为甘草及其制剂的质量控制提供了新方法。

**关键词** 高效毛细管电泳法; 止咳合剂; 甘草酸

高效毛细管电泳法 (HPCE) 是根据组分在外加电场下电泳淌度的差异而进行分离的一种新型分析技术, 与 HPLC 相比, 具有高效、快速、低耗, 样品预处理简单等优点, 因而在药物分析领域得到广泛应用, 有着极为诱人的发展前景<sup>[1,2]</sup>。甘草是常用中药, 甘草酸是其中主要有效成分, 多采用薄层扫描法<sup>[3,4]</sup>, 高效液相法<sup>[5,6]</sup>测定其含量。本文采用 HPCE 法测定止咳合剂中甘草酸的含量,

方法准确、快速、简便, 取得令人满意的结果, 为甘草及其制剂的质量控制提供了新的方法学手段。

### 一、实验部分

#### (一) 药品和试剂

甘草酸和双氯灭痛(内标)标准对照品由中国药品生物制品检定所提供, 并用 70% 乙醇配成溶液备用, 止咳合剂为自配制剂, 其它试剂均为分析纯。

## (二)仪器和电泳条件

Waters Capillary Ion Analyzer, 空心熔融石英毛细管  $75\mu\text{m} \times 100\text{cm}$  (河北永年光纤厂), 离心沉淀器(上海手术器械厂), Branson 1200 超声振荡仪。分离用缓冲液为  $30\text{mmol/L}$  硼砂溶液, 运行电压  $25\text{kV}$ , 温度  $25^\circ\text{C}$ , 重力进样, 时间  $10\text{s}$ , 紫外检测波长  $254\text{nm}$ 。

## (三)样品测定

精取止咳合剂适量, 置于  $25\text{ml}$  容量瓶中, 加入  $70\%$  乙醇适量, 超声振荡提取  $30\text{min}$  后, 加入内标使其浓度为  $80\mu\text{g/ml}$ , 加  $70\%$  乙醇至刻度, 离心后取上清液进样, 按上述电泳条件进行分离测定。

## (四)加样回收率实验

精密量取止咳合剂适量, 置于  $25\text{ml}$  容量瓶中, 加入甘草酸对照品适量, 按样品测定的步骤进行操作, 计算回收率。

## 二、结果和讨论

### (一)分离条件的选择

在  $10\text{mmol/L}$  硼砂缓冲液中, 有其它组分干扰甘草酸, 不能有效分离, 增加硼砂的浓度, 分离逐渐得到改善, 通过实验确定使用  $30\text{mmol/L}$  硼砂缓冲液可使甘草酸与其它组分产生较好的分离, 便于测定(见图 1)。

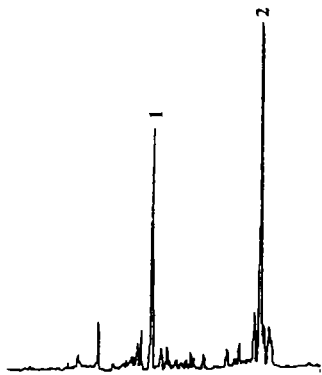


图 1 止咳合剂的毛细管电泳图

1. 内标  $16.56\text{min}$ ; 2. 甘草酸  $20.36\text{min}$

## (二)测定方法的评价

1. 线性关系考察 精取对照品溶液适量经稀释配制成以下浓度的标准溶液:  $25, 50, 100, 200, 300\mu\text{g/ml}$ , 内标浓度为  $80\mu\text{g/ml}$ 。甘草酸在此浓度范围内其与峰面积之比和浓度的线性关系良好 ( $r > 0.999$ )。

2. 精密度和加样回收率实验 对浓度分别为  $25, 100$  和  $300\mu\text{g/ml}$  的甘草酸对照品溶液进行日内和日间精密度实验, 结果其日内和日间的 RSD% 在  $1.00 \sim 2.00\%$  ( $n = 3$ ) 之间, 表明测定方法的重现性良好。其加样回收率结果见表 1。

表 1 加样回收率结果

样品	加入量(mg)	回收率(%)	RSD%(n=3)
止咳合剂	3	96.33	0.94

## (三)样品测定

利用所建立的分离测定方法, 对止咳合剂中的甘草酸进行了测定, 结果见表 2。

表 2 止咳合剂的测定结果

止咳合剂	含量(mg/ml)	RSD%(n=3)
样品 1	2.44	1.51
样品 2	2.66	1.25

## 参考文献

- [1] 关福玉. 毛细管电泳技术在药物分析中的应用. 国外医学药学分册, 1993; 20(5): 295
- [2] 孙曾培. 胶束动电毛细管色谱法在药物分析中的应用. 药物分析杂志, 1993; 13(1): 48
- [3] 冯毓秀, 高光跃. 中药甘草的质量研究. 药物分析杂志, 1991; 11(5): 269
- [4] 石力夫, 全山丛, 郭文勇. 薄层扫描法测定甘草制剂中甘草酸含量的研究. 中草药, 1993; 24(6): 296
- [5] 王荣, 杨拴喜, 胡晓丽, 等. 甘草复方制剂中甘草酸含量的 HPLC 测定研究. 中国药学杂志, 1996; 31(9): 548
- [6] 崔铨玖, 迟彦春, 金银河, 等. HPLC 测定芎芷香苏散流浸膏中甘草酸的含量. 药物分析杂志, 1996; 16(5): 323