

# 薄层扫描法测定复方甘草合剂中甘草酸的含量

牟秀英 程林忠 吕小开<sup>1</sup>(长治 046000 山西长治医学院附属和平医院; <sup>1</sup>太原 030000 山西省人民医院)

在复方甘草合剂的调配中,质量的控制一直是个模糊的问题。甘草酸作为复方甘草合剂的主要成份其含量直接影响着疗效,故应将甘草酸含量定为本品的主要定量指标。以往都是以流浸膏中甘草酸含量为指标,控制其加入量来控制成品的质量,但是最终成品中真实的甘草酸含量一直是个未知数。

如何从复方甘草合剂中分离并测得甘草酸的含量就是我们此篇所要探讨的问题。

甘草酸又称甘草皂苷,它是由甘草次酸及 2 分子葡萄糖醛酸所组成。甘草皂苷可以钾盐或钙盐形式存在于甘草中,其盐易溶于水,于水溶液中加稀酸即可析

出游离的甘草酸。这种沉淀又极易溶于稀氨水中。甘草皂苷与 5% 稀  $H_2SO_4$  在加压下,  $110 \sim 120^\circ C$  进行水解,生成 2 分子葡萄糖醛酸及 1 分子甘草皂苷元,后者又称甘草次酸。

甘草次酸有两种构型,一为  $18-\alpha H$  型,另一种为  $18-\beta H$  型两者均易溶于乙醇或氯仿。

根据上述甘草酸的性质,采用加稀酸沉淀法将复方甘草合剂中的甘草酸充分分离出来,然后再用薄层扫描法测定其含量,采用这种方法测定甘草酸含量,排除了其它物质的干扰,数据准确可靠。现将此法介绍如下,以供参考。

## 1 仪器与试剂

CS-90型薄层扫描仪(日本岛津);PBQ-I型薄层自动铺板器(重庆新力实验电器厂);微量进样器(上海医用激光仪器厂);甘草酸对照品(中国药品生物制品检定所);硅胶G(青岛海洋化工厂);正丁醇、冰醋酸等试剂均为分析纯。

## 2 方法

### 2.1 制板

取硅胶G<sub>254</sub> 35g,用0.3% CMC-Na水溶液100ml研匀后,用0.25mm铺板器铺成10×15cm薄层板,晾干,105℃活化1h,即为硅胶GF<sub>254</sub>薄层板。

### 2.2 展开剂

展开剂为正丁醇-冰醋酸-水(6:1:3),先置分液漏斗中振摇后静置,取上清液。

### 2.3 标准曲线

精密称定甘草酸单铵盐标准品10.0mg置10ml量瓶中,加50%乙醇溶解后稀释至刻度,摇匀。用微量进样器分别吸取1,2,3,4和5 $\mu$ l点于硅胶GF<sub>254</sub>板上。放入预先用展开剂正丁醇-冰醋酸-水(6:1:3)饱和的层析缸中上行展开9cm。取出挥干溶剂,置薄层扫描仪中,用仪器所带的紫外灯确定斑点位置。在252nm波长处直接扫描。以斑点面积积分值与点样量绘制标准曲线。2h内斑点面积积分值相对稳定,并成线性;直线回归方程为:Y=55.3+1049.5X,r=0.9987。

### 2.4 样品液的制备

精确吸取20ml样品液置100ml烧杯中,加0.5mol/L盐酸液至无沉淀产生为止(约50ml)。置磁力搅拌器上搅拌5min后静置沉淀,将清液滤掉,将沉淀中加入

50%乙醇80ml,并用5%的碳酸氢钠调pH=7。回流提取2h,反复提取2次。放冷后用垂熔玻璃漏斗抽滤,50%乙醇洗涤抽滤器。洗液与滤液合并。置200ml量瓶中,加50%乙醇至刻度,摇匀,即为样品液。

### 2.5 样品测定

2.5.1 方法:用微量进样器精密吸取甘草酸单铵盐标准液2 $\mu$ l与样品液4 $\mu$ l,交替点于上述方法制备的同一块硅胶GF<sub>254</sub>薄层板上,以下步骤同标准曲线项下操作,以外一点法扫描测定含量。

2.5.2 测定结果:不同批号样品按上述条件进行测定,结果见表1。

表1 样品测定结果

编号	面积积分值	含量(%)	RSD(%)
1	3833.500	0.900	2.35
2	4236.508	0.996	3.67
3	3984.628	0.936	2.08

## 3 回收率试验

含0.90%甘草酸的样品制剂中加入一定量的甘草酸单铵盐对照品制成混合物,与对照品及已知含量样品一同点于同一薄层板上,每一样品2点,共6点,每点2 $\mu$ l,按样品测定方法进行回收率试验,结果平均回收率为98.16%,RSD=2.33%。

## 4 讨论

4.1 甘草酸是复方甘草合剂中的主要成份,具有镇咳祛痰作用,其含量高低与本品疗效有密切关系,故可将甘草酸含量作为本品的定量指标。

4.2 本法简便,灵敏度高,可达控制本品质量之目的。