

# 高效液相色谱法测定咽喉舒胶囊中甘草酸的含量

林生文,陈浩桢(广东省药品检验所,广州 510180)

**摘要:**目的 采用反相高效液相色谱法测定咽喉舒胶囊中甘草酸的含量。方法 以甲醇-1%醋酸(64:36)为流动相, Kromasil C<sub>18</sub>柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm)为固定相, 流速为 1 mL/min, 检测波长为 254 nm。结果 甘草酸的测定在 0.78 ~ 3.9 μg/mL 范围内线性关系良好, 平均回收率为 101.1%, RSD 为 2.28%。结论 方法简单、灵敏度高, 可用于咽喉舒胶囊中甘草酸的含量测定。

**关键词:**咽喉舒胶囊;甘草酸;反相高效液相色谱法;含量测定

中图分类号: R283.6; R917.101

文献标识码: B

文章编号: 1007-7693(2003)04-0294-02

## Determination of Glycyrrhizic acid in Yanhoushu capsule by RP-HPLC

LIN Sheng-wen, CHEN Hao-zhen (Guangdong Institute for Drug Control, Guangzhou, 510180, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE** To develop an RP-HPLC method for the assay of Glycyrrhizic acid in Yanhoushu capsule. **METHOD** Separation was performed on a Kromasil C<sub>18</sub> (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) column. The mobile phase consists of CH<sub>3</sub>OH:1%CH<sub>3</sub>COOH (64:36). The flow rate was 1 mL/min. The UV detection was set at 254 nm. **RESULTS** Glycyrrhizic acid had a good linear relation in the range of 0.78 ~ 3.9 μg/mL, the average recovery was 101.1% and the RSD was 2.28%. **CONCLUSION** The method was simple, sensitive and rapid and it can be applied to the content determination of Yanhoushu Capsule.

**KEY WORDS:** Yanhoushu capsule; glycyrrhizic acid; RP-HPLC; determination of content

咽喉舒胶囊是一种清咽利喉、养阴生津的中药复方制剂,具有消肿止痛、祛痰的功效,主要用于咽喉肿痛、声音嘶哑、喉痛、口舌生疮、急性慢性咽喉炎、扁桃体炎、口腔溃疡、口腔炎等。其主药为甘草、玄参,辅以桔梗、虎杖等多味中药。制剂中成分复杂,本实验采用 RP-HPLC 法<sup>[1-4]</sup>测定甘草中甘草酸的含量,探讨该方的质量控制方法,为制剂的质量保证奠定了基础。

### 1 实验材料

#### 1.1 仪器

岛津 LC-10AT 高效液相色谱仪;岛津 SPD-10A 紫外检测器;岛津 CTO10A 柱温箱;AC120, AE163 电子天平。

#### 1.2 试剂

甲醇为色谱醇;其它试剂均为分析纯;甘草酸铵对照品(中国药品生物制品检定所),纯度为 87.72%。

### 2 方法和结果

#### 2.1 色谱条件

色谱柱:Kromasil C<sub>18</sub>柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相:甲醇-1%醋酸(64:36);流速:1.0 mL/min,检测波长:254 nm,柱温:40℃,进样量:20 μL。

#### 2.2 色谱行为

在实验确定的色谱条件下甘草酸的保留时间为 18 min,与其它组分均能达到基线分离,无其他主分干扰,结果见图 1。

#### 2.3 标准曲线

取甘草酸铵对照品约 10 mg,精密称定,置 50 mL 容量瓶中,加入体积分数为 50%乙醇,溶解并稀释至刻度作为对照

品溶液。精密吸取对照品溶液适量,用乙醇稀释成浓度分别为 0.039, 0.078, 0.117, 0.156, 0.195 mg/mL 的一系列对照溶液,分别吸取上述溶液 20 μL 注入液相色谱仪,测定峰面积,以对照品浓度为横坐标(X),峰面积作为纵坐标(Y),得线性回归方程为  $Y = 11\,713\,202.56X - 6\,159.4$ ,  $r = 0.9998$ ,线性范围为 0.78 ~ 3.9 μg/mL。

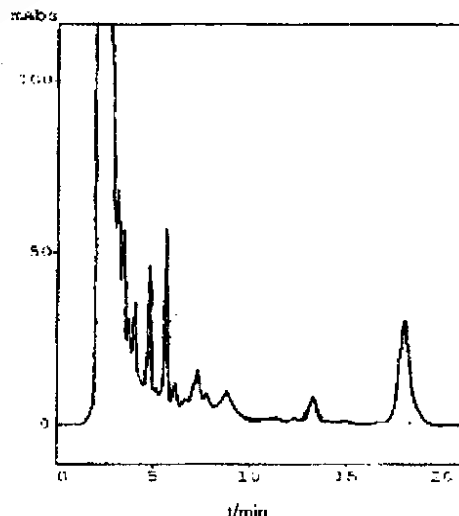


图 1 咽喉舒胶囊含量测定液相色谱图

Fig 1 HPLC chromatogram of Yan Hou Shu capsule

#### 2.4 精密度试验

取甘草酸铵对照品溶液(0.117 μg/mL),重复进样 5 次,测定峰面积值, RSD = 0.74%, 可见进样精密度良好。

## 2.5 阴性对照试验

称取处方中除甘草外其余中药,按处方量配制,照含量测定项下操作,记录色谱图,见图2。另取甘草酸铵对照品,按含量测定项下配制成浓度为0.1 mg/mL的溶液,取20 $\mu$ L注入液相色谱仪,记录色谱图,见图3。实验结果表明,制剂中其他成分不会干扰甘草酸的测定。

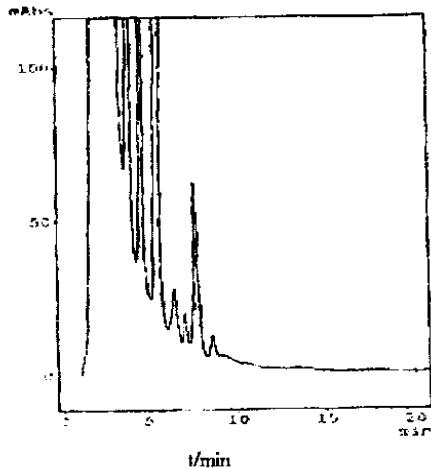


图2 阴性对照液相色谱图

Fig 2 chromatogram of sample without Glycyrrhizic acid

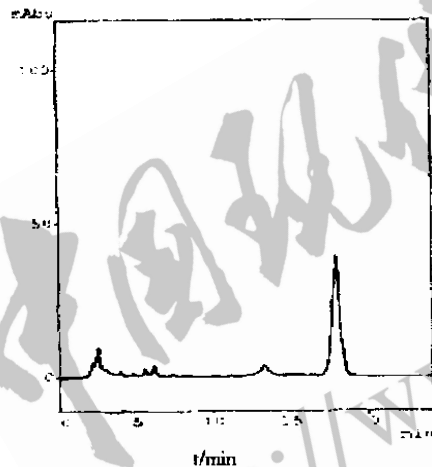


图3 甘草酸对照品液相色谱图

Fig 3 chromatogram of Glycyrrhizic acid

## 2.6 稳定性试验

取同一份供试品溶液(0.118 $\mu$ g/mL),每隔20 min进样1次( $n=5$ ),测定甘草酸峰面积, RSD=1.5%,表明供试品在100 min内稳定性良好,方法可靠。

## 2.7 重现性试验

取同一批供试品,照样品含量测定项下方法测定5次,测定甘草酸峰面积, RSD%=1.6%,表明重现性良好,方法可行。

## 2.8 回收率试验

取同一批已知含量的咽喉舒胶囊,分别精密加入一定量甘草酸铵对照品,按上述色谱条件测定,平均回收率为101.1%, RSD为2.28%,结果见表1,可见本法具有良好的回收率。

表1 回收率测定结果

Tab 1 Results of recovery

实验次数	样品中甘草酸的量(mg)	加入甘草酸的量(mg)	测出甘草酸的量(mg)	回收率(%)	RSD(%)
1	6.42	7.52	12.79	98.74	
2	6.84	7.40	13.31	103.18	
3	6.43	7.10	12.63	102.99	2.28
4	6.40	7.57	12.72	98.44	
5	6.66	7.61	13.24	102.01	

## 2.9 样品含量测定

取本品内容物1g,精密称定,加入0.1 mol/L氨水25 mL,超声处理1h,放冷,用1%醋酸无水乙醇溶液定容至50 mL。另取甘草酸铵对照品适量,精密称定,用体积分数为50%乙醇溶液溶解,制成每1 mL约含0.1 mg的溶液,摇匀,即得。在上述色谱条件下分别取20 $\mu$ L注入液相色谱仪,记录峰面积,用外标法计算含量,结果见表2。

表2 样品测定结果

Tab 2 Sample assay results( $n=2$ )

批号	甘草酸量(mg/粒)
990901	1.04
990902	1.04
990903	1.03

## 3 讨论

本品为一多种中药配制而成的中药复方制剂,成分较为复杂,其中甘草、虎杖为方中主药,故测定甘草中甘草酸的含量可以作为本品的质量控制方法之一。在实验过程中发现,处方中其它几味中药的主要成分在色谱图中与甘草酸的主峰没有干扰,由此可见,本实验所选择的色谱系统可用于咽喉舒胶囊中甘草酸的含量测定。甘草酸在氨水碱性条件下成盐而溶于水,在酸性条件下游离出来以甘草酸形式存在而易溶于体积分数为50%乙醇,故而选定0.1 mol/L氨水作提取溶媒,然后用1%醋酸无水乙醇定容。提取方法选择了超声处理1h,时间适宜,提取完全,减小含量测定的系统误差。

## 参考文献

- [1] 杨义芳,管志强,王晖,等. RP-HPLC法测定胖大海口含片中绿原酸和甘草酸的含量[J]. 中国中药杂志,1998,23(7):412.
- [2] 杨吉田,邵长风,孙家莉,等. 止痛胶囊中甘草酸含量测定方法[J]. 化学通报,1994(12):39.
- [3] 陈承英. 加味逍遥片中甘草酸含量测定[J]. 中成药,1994,16(12):16.
- [4] 曹爱兰,常思明,张建民等. 甘草中甘草酸的含量考察[J]. 西北药学杂志,1998,13(6):280.

收稿日期:2002-03-14