

• 论著 •

薄层扫描法测定复方冬凌草含片中甘草酸的含量

袁珂 翟剑波 胡润淮 曹振玉* 敬林林* 和殿峰*

(河南中医学院中药系 郑州 450003)

摘要 采用薄层扫描法测定了复方冬凌草含片中甘草酸的含量。该法简便快速、准确灵敏、结果稳定、重现性好,回收率为98.14%。

关键词 复方冬凌草含片 甘草酸 薄层扫描

Determination of Glycyrrhizic Acid in Compound Herba**Rabdosiae Rubescentis Tablet by TLC Scanning**

Yuan Ke, Zai Jianbo, Hu Runhuai, Cao Zhenyu, Jing Linlin, He Dianfeng

(Henan College of TCM, Zhengzhou, 450003)

Abstract: The content of glycyrrhizic acid in compound Herba Rabdosiae Rubescentis tablet was determined by TLC scanning method. This method was simple, rapid, accurate and sensitive, and its result was stable and with high reproducibility. The rate of recovery was 98.14%.

Key words: compound herba rabdosiae rubescentis tablet, glycyrrhizic acid, TLC scanning

复方冬凌草含片是由冬凌草、甘草、桔梗、薄荷4味药材组成,具有疏风散热、解毒利咽、消肿止痛之功效,临床上用于治疗急性咽喉炎。方中的甘草具有甘平、清热解毒、缓急止痛、调和药性之功能。甘草酸为甘草中的主要有效成分。本文对复方冬凌草含片中甘草酸的含量进行了薄层扫描测定。本法可排除处方中其它成分的干扰,快速简便,准确性好。

1 仪器、样品及试剂

CS-9301 双波长薄层扫描仪(日本岛津),微量分析天平(EETTLER AE 240 瑞士),三用紫外线分析仪(江苏省江阴市申港电光仪器厂生产)。点样定量毛细管(Drummond Scientific CO USA),薄层自动铺板器(重庆南岸新力实验电器厂),硅胶 GF₂₅₄(青岛海洋化工厂生产),所用试剂均为分析纯。

甘草酸单铵盐对照品由中国药品生物制品检定所提供。复方冬凌草含片(批号951001)由河南省焦作市第二中药厂提供。

2 实验方法与结果

2.1 对照品溶液的配制 精密称取甘草酸单铵盐对照品4.80 mg/ml,置2ml容量瓶中,加50%乙醇溶解并稀释至刻度,为2.40mg/ml。

2.2 样品溶液的制备^[1] 取含片5片,精密称量,研细后加入10倍量水煎煮1h,过滤,滤液加浓硫酸放置,过滤,将不溶物水洗至中性,烘干,用50%乙醇溶解不溶物,定容至1ml容量瓶中。

2.3 薄层层析条件^[2] 吸附剂:硅胶 GF₂₅₄-0.5%CMC-Na(3:1)搅拌均匀后涂布于(10×20)cm玻璃板上,厚度为0.5mm,室温至干后于105℃活化1h,置干燥器中备用。展开剂:正丁醇-冰醋酸-水(4:1:2),展开方式:上行,

* 本院中药系毕业实习生

展距 18cm(展开前饱和 30min)。取出,晾干,置紫外灯(254nm)下定位, R_f 值在 0.5 左右。

2.4 薄层扫描条件 采用反射法双波长锯齿扫描法,狭缝(0.4×0.4)mm,线性参数 $SX=3$,扫描宽度 14mm,灵敏度中等,测定波长 $\lambda_s=256\text{nm}$,参比波长 $\lambda_R=240\text{nm}$ 。

2.5 标准曲线的绘制 用定量毛细管吸取上述对照品溶液 2.0, 4.0, 6.0, 8.0 μl 点于同一块硅胶 GF_{254} 薄层板上,以展开剂展开,取出,晾干,在紫外灯(254nm)下定位,放置 30min 后进行扫描。以甘草酸单铵盐(μg)为横坐标,斑点峰面积积分为纵坐标绘制标准曲线,求得回归方程 $Y=59.1x+69.8$ $r=0.9997$ ($n=4$),见表 1。结果表明甘草酸单铵盐在 4.8~19.2 μg 范围内,浓度与其峰面积积分值呈一不通过原点的直线,故用外标两点法定量。

表 1 甘草酸单铵盐点样量与峰面积积分值的关系

编号	标准品点样量(μg)	测得峰面积积分值
1	4.8	356.6
2	9.6	638.4
3	14.4	908.7
4	19.2	1212.1

2.6 稳定性试验 在同一硅胶 GF_{254} 薄层板上,点甘草酸单铵盐对照品溶液 4 μl ,展开,取出晾干后,分别于 30, 60, 90, 120min 进行扫描,结果 2h 内斑点面积积分值基本不变。

2.7 精密度试验 用定量毛细管吸取对照品溶液 4 μl ,点相同浓度的 5 个点于同一块薄层板上,展开,取出晾干后进行扫描,结果斑

点积分面积平均值 $\bar{x}=629.505$, $RSD=1.54\%$,说明精密度尚好。

2.8 样品的含量测定 吸取样品溶液 6 μl 点于硅胶 GF_{254} 薄层板上,平行点对照品溶液 2 μl 和 4 μl ,展开,取出晾干后扫描,用外标两点法计算样品中甘草酸的含量,结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果

编号	含量	\bar{x}	RSD
1	0.13	0.13	1.53
2	0.13		
3	0.13		
4	0.12		

2.9 加样回收率试验 精密称取本品 10g(将含片研成细粉),精密加入甘草酸单铵盐对照品(2.40mg/ml)0.5ml,按样品测定法进行扫描测定,计算结果,平均回收率为 98.14%, $RSD=1.70\%$ ($n=5$)。

3 小结

本实验采用双波长薄层扫描法测定复方冬凌草含片中甘草酸的含量,操作简便,不用显色剂即可在紫外灯(254nm)下定位,色斑清晰,显紫红色斑点。实验方法灵敏可靠,重现性及专属性好,回收率为 98.14%。

参考文献

- 肖崇厚,陆蕴如. 中药化学. 上海:上海科学技术出版社,1987. 315
- 袁珂,胡润淮,曹振玉,等. 复方冬凌草含片中甘草的薄层层析鉴别. 河南中医药学刊,1996,11(6):16

(收稿:1997-03-10)