

# HPLC 测定清凉颗粒中甘草酸的含量

李成网

(安徽省医学科学研究所, 安徽 合肥 230061)

**摘要:** 目的: 研究清凉颗粒中甘草酸的定量分析方法。方法: 采用高效液相色谱法。色谱柱: Hyersil ODS(250 × 4.6mm); 流动相: 甲醇-0.2mol/L 醋酸铵溶液-冰醋酸(67: 33: 1); 检测波长: 250nm; 流速 1.0ml/min。结果: 甘草酸含量测定的线性范围为 11.328~ 56.640 $\mu$ g/ml( $r = 0.9993$ ), 平均加样回收率为 99.42%,  $RSD$  为 1.54%。结论: 本法简便、灵敏准确, 可用于清凉颗粒的质量控制。

**关键词:** 清凉颗粒; 甘草酸; HPLC

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2003)04-0016-02

清凉颗粒为安徽省药品标准收载的品种, 已批准作为地方标准升为部颁标准的品种, 主要由地黄、玄参、麦冬、甘草等中药组成, 具有生津止渴, 清凉解热的功效, 用于咽喉肿痛, 暑热烦渴等症。原标准中未收载 TLC 鉴别方法, 定量分析方法未见报道。本

文选择甘草酸作为指标成分, 建立了清凉颗粒中甘草酸的 HPLC 测定法, 为该药的质量控制提供了定量评价方法。

## 1 仪器与试药

岛津 LC-6A 液相色谱仪 SPD-6AV 紫外检测器; 甘草酸对照品由中国药品生物制品检定所提供, 批号 073-9704; 清凉颗粒由合肥神鹿双鹤药业有限责

---

收稿日期: 2002-11-27

任公司提供, 甲醇为 HPLC 淋洗剂; 水为重蒸水; 其它试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱 Hypersil ODS 柱 (250 × 4.6mm, 5μm); 流动相: 甲醇-0.2mol/L 醋酸铵溶液-冰醋酸 (67: 33: 1); 检测波长: 250nm; 柱温 30℃; 流速 1.0ml/min。在此条件下样品中甘草酸与其它峰能达到基线分离, 阴性无干扰。

### 2.2 供试品溶液制备

**2.2.1 对照品溶液的制备** 精密称取甘草酸对照品适量, 加甲醇溶解, 制成 0.02mg/ml 的溶液, 即得。

**2.2.2 样品溶液的制备** 取本品, 研细(过 4 号筛), 精密称取 1.0g, 置锥形瓶中, 精密加入稀乙醇 25ml, 密塞, 称重, 超声处理 30min, 放冷, 称重, 用稀乙醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为样品溶液。

**2.2.3 阴性样品溶液的制备** 取缺甘草的阴性制剂, 按样品溶液的制备方法依法制备阴性样品溶液。

**2.3 标准曲线的制备** 精密吸取甘草酸对照品溶液 (0.11328mg/ml) 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0ml, 分别置 10ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 分别精密吸取 10μl, 按上述色谱条件进行测定, 以甘草酸浓度为横坐标, 相应的峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 其回归方程为  $Y = 19167X - 24811$ ,  $r = 0.9993$ 。甘草酸浓度在 11.328μg/ml ~ 56.640μg/ml 范围内呈良好的线性关系。

**2.4 精密度试验** 精密吸取样品溶液 20μl 进样, 测定, 重复 5 次, 结果 RSD 为 0.96%。证明精密度良好。

**2.5 稳定性试验** 取样品溶液依法测定, 每隔 2h 进行一次, 连续测定 6 次, 结果 RSD = 1.74%。证明样品中甘草酸在 10h 内稳定。

**2.6 重现性试验** 取同一批样品 5 份, 分别按样品测试条件测定, 计算甘草酸含量, 结果 RSD 为 2.28%。表明重现性良好。

**2.7 样品的测定** 分别精密吸取样品液 20μl 和对

照品液各 10μl, 注入液相色谱仪, 测定峰面积, 以外标法计算含量, 结果见表 1。

表 1 样品中甘草酸含量 (n = 3)

批号	010520	010528	010602
甘草酸量 (mg/g)	0.1946	0.2093	0.2196
RSD (%)	1.87	1.95	2.06

**2.8 加样回收率试验** 精密取已知甘草酸含量的样品 5 份, 分别加入一定量的甘草酸对照品, 按照样品制备方法测试条件测定, 计算回收率, 结果见表 2。

表 2 加样回收率试验

样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.1094	0.1355	0.2439	99.26		
0.1079	0.1355	0.2462	102.07		
0.1128	0.1355	0.2459	98.23	99.42	1.54
0.1011	0.1355	0.2346	98.52		
0.1332	0.1355	0.2674	99.04		

## 3 讨论

样品的提取考察了多种溶剂进行提取, 在参考文献的基础上<sup>[1,2]</sup>, 比较了分别用 10% 乙醇, 稀乙醇, 甲醇, 混合溶剂 (甲醇-醋酸-水 65: 5: 30), 流动相 (甲醇-0.2mol/L 醋酸铵溶液-冰醋酸 (67: 33: 1) 为溶剂的提取结果, 结果表明本品中甘草酸的提取以稀乙醇为溶剂, 污染小, 效率最高。经多种流动相选择, 以甲醇-0.2mol/L 醋酸铵溶液-冰醋酸 (67: 33: 1) 为最佳。

### 参考文献:

[1] 朱兰, 孔德云, 吴晓明. HPLC 法测定胃脘舒冲剂中甘草酸的含量[J]. 中草药, 1999, 30(5): 339.  
 [2] 黄丽丹, 金兵. HPLC 法测定肝康颗粒中甘草酸的含量[J]. 中成药, 2002, 4(3): 184.