

甘草酸亚铁的制备及含量测定的研究

★ 刘燕华 胡旻 刘文琴 徐坚 (江西中医学院 南昌 330006)

★ 李鹄 (江西财经大学职工医院药剂科 南昌 330006)

关键词:甘草酸亚铁;制备方法;含量测定

中图分类号:TQ 461 文献标识码:B

铁是形成血红蛋白所必需的物质,人体摄入铁不足或损失过多,导致血红蛋白合成减少,引起缺铁性贫血。治疗这类贫血宜用铁制剂,尤以口服铁剂为主。甘草酸亚铁是一种口服铁制剂,本文对其制备方法及其含量测定进行了探讨。

1 甘草酸亚铁的制备

1.1 甘草酸的提取

中药材甘草中含甘草酸(又称甘草皂苷或甘草甜素)约7%~10%。甘草酸难溶于水,但甘草酸的铵盐易溶于水,因此用1% NH_4OH 经渗漉法将甘草中的甘草酸以铵盐的形式提取出来。

苎麻根及叶具有广泛的生物活性,不仅止血和安胎效果优良,而且有防治心脑血管疾病和治疗肝、肺疾病的药效作用。此外,苎麻含有超氧化物歧化酶(SOD)、多酚和绿原酸等活性成份,具有抗衰老、抗癌、抗病毒等功能,可开发成具有自主知识产权的单一或复合型医疗保健药品,也可研制高级美容护肤化妆品,投放市场,潜力巨大。目前市场上用苎麻制成的药物很少,仅见苎麻根粉、孕康口服液两种,近年来台湾绿益康生物科技公司利用转基因技术培育出具有特殊基因种源的苎麻品种,动物试验表明,这种苎麻根的提取物具有治疗肝病、清除自由基的效果,经高雄医学院临床试验后,产品已进入批量生产,并成功地将其半成品外销到国际市场。

苎麻以根、叶入药,资源极其丰富,但其所含化学成分复杂,影响了药效的充分发挥。因此,提取分离其单一有效成分,或对某些活性成分进行结构改造,制成新型医疗保健药品将有着广阔的市场前景。苎麻作为一种药用植物资源,应予以足够重视,深入研究与开发,这对于促进中药材的合理利用、发展社会经济具有重要现实意义。

参考文献

[1]李文武,丁立生,李伯刚.苎麻根化学成分的初步研究[J].中国

提取方法:取甘草 300 g 粉碎成粗粉,放入有盖容器内,加适量 1% NH_4OH 溶液润湿,放置过夜(约 12 小时)。然后装入渗漉筒中,用 1% NH_4OH 溶液渗漉,控制渗漉速度 3~4 mL/min,收集渗漉液 1 500 mL,即得。

1.2 甘草酸亚铁的制备

取渗漉液 350 mL,用 5% H_2SO_4 溶液酸化,加新鲜配制的饱和 FeSO_4 溶液 50 mL,边加边搅拌,即有甘草酸亚铁沉淀生成。将溶液转移到具塞锥形瓶中(溶液转移到具塞锥形瓶中时,尽可能装满,减少锥形瓶中的空气,以防止 Fe^{2+} 氧化成 Fe^{3+})^[1],放

中药杂志,1996,21(7):427~428

[2]赵立宁,臧巩固,李育君,等.苎麻绿原酸和黄酮含量测定[J].中国麻业,2003,25(2):62~64

[3]曾冬铭,刘又年,蒋云清.从苎麻叶中制取叶绿素铜钠[J].湖南化工,1999,25(5):18~19

[4]李严巍,邹昌洪.苎麻天然绿色素的研制[J].食品科学,1993,1:46~48

[5]朱方,赵春,顾洪璋.苎麻根止血作用的实验观察[J].辽宁中医杂志,1995,22(1):41~42

[6]盛忠梅.苎麻根化学成分及其抗菌作用研究[J].中国兽医杂志,1984,10(5):36~38

[7]盛忠梅.苎麻根黄酮对子宫肌作用的研究[J].中国兽医科技,1988(11):10~13

[8]盛忠梅.苎麻叶的止血成分及其止血作用研究[J].中国兽医杂志,1987,7(10):16~18

[9]朱桃顺.苎麻汤治疗习惯性流产及其致不孕 105 例临床小结[J].湖南中医杂志,1994,10(4):18~19

[10]金来英.70 例胎盘粘连大出血的临床观察[J].实用中西医结合杂志,1997,10(16):1 628

[11]谢孝东,王益谦.中药灌肠治疗下消化道出血 32 例[J].江苏中医,1997,18(3):24~25

[12]禹健捷,江红涛.苎麻金沙汤治疗急性荨麻疹 42 例[J].新中医,1997,29(增)91~92

[13]夏道恒,郭月莲.新鲜野苎麻叶摩擦法治花斑癣[J].中国乡村医生,1999,6(3):29

(收稿日期:2005-10-12)

置冰箱中过夜,使沉淀完全。

然后用离心机离心,倾出上清液,沉淀用蒸馏水洗涤3~4次(用蒸馏水洗涤沉淀时,用 BaCl_2 试液检查洗液,洗至无 SO_4^{2-})^[2],沉淀置真空干燥箱中,40~50℃干燥至恒重,得棕黑色甘草酸亚铁(取少量的干燥的甘草酸亚铁粉末,加适量水,在沸水浴上加热,放冷后,用亚铁氰化钾和硫氰酸铵检查 Fe^{3+} ,用铁氰化钾和邻二氮菲溶液检查 Fe^{2+} ,应呈 Fe^{2+} 反应,不应有 Fe^{3+} 反应。)^[3]。

2 甘草酸亚铁含量测定

2.1 标准溶液的制备

准确称取1.726 g硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 。加 $2.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 15 mL及水15 mL,溶解后定量转移到500 mL容量瓶中,加 $2.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 150 mL。加水稀释至刻度,摇匀。临用时,精密取50 mL至500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度摇匀,即得。含Fe 40.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2.2 供试品溶液的制备

精密称取甘草酸亚铁样品0.1413 g,置150 mL烧杯中,加水约20 mL,10% H_2SO_4 10 mL。小火加热,放冷滤过,滤液置1 000 mL容量瓶中,充分洗涤烧杯和滤渣,洗液和滤液合并。加HAC-NaAC缓冲溶液(pH=4.5)100 mL。0.2%邻二氮菲溶液400 mL(因 Fe^{2+} 溶液不稳定,很容易氧化成 Fe^{3+} ,因此在制备甘草酸亚铁储备液时,即加入邻二氮菲溶液,使与 Fe^{2+} 络合,增加的 Fe^{2+} 稳定性)^[4],摇匀,加水至刻度,再摇匀,即得储备液。

测定前,精密吸取10 mL置100 mL容量瓶中,加HAC-NaAC缓冲溶液(pH=4.5)10 mL,加水至刻度并摇匀。

2.3 最大吸收波长

邻二氮菲和 Fe^{2+} 在酸度为pH 2~9的溶液中生成稳定的橙红络合物,用光度法测定时, $\lambda_{\text{max}} = 510 \text{ nm}$,浓度在 $5.0 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 以内呈直线关系。具高灵敏性和选择性。

2.4 标准曲线的绘制

取洁净的5只25 mL容量瓶,依次加入0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 mL标准铁溶液,各加入10%盐酸羟胺溶液0.5 mL,混匀。放置2分钟后,各加入0.2%邻二氮菲溶液1.0 mL和 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 乙酸钠溶液2.0 mL,加水至刻度,摇匀。以试剂空白溶液作为参比,在波长510 nm处测定各溶液的吸光度。以铁的浓度(C,单位: $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)对吸光度(A)进行回归,得回归方程为: $C = 5.747A - 0.379$

$3(n=5), r=0.9996$;线性范围:0.8~4.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2.5 精密度试验

精密吸取2.1标准溶液制备项下的铁标准溶液1.0 mL,置25 mL容量瓶中,照该项下的方法操作,重复测定5次吸光度值。结果表明本法精密度为 $RSD = 0.13\%$ ($n=5$)。

2.6 稳定性试验

取2.2项下的供试品的溶液,同法,每隔0.5小时测定一次吸光度,连续测定7次,结果表明,供试品溶液在3小时内测定结果稳定, $RSD = 0.16\%$ 。

2.7 样品测定

将2.2项配制的供试品溶液在510 nm波长处,以试剂空白溶液为参比,测定吸光度值,重复测定3次,取平均值。同法测定3批样品的含量,平均亚铁含量为16.43%, $RSD = 0.46\%$ 。

2.8 加样回收率试验

2.8.1 硫酸亚铁溶液的配制 精密称取 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1195 g,置150 mL烧杯中,加约50 mL H_2O 溶解,定量转置1 000 mL容量瓶中,加HAC-NaAC缓冲溶液(pH=4.5)100 mL,0.2%邻二氮菲溶液400 mL,摇匀。加水至刻度再摇匀,即得储备液。

测定前,精密吸取10 mL置100 mL容量瓶中,加HAC-NaAC缓冲溶液(pH=4.5)10 mL,加水至刻度并摇匀,即得, Fe^{2+} 浓度为2.4 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

将配制好的硫酸亚铁溶液在波长510 nm处测定,以试剂空白溶液为参比,测定吸光度值,重复测定5次,取平均值。硫酸亚铁含量为99.76% ($RSD = 0.13\%$)。

2.8.2 回收率试验 取样品0.14 g,精密称定,共5份,照2.2项下方法制备储备液。分别精密吸取此储备液5.0 mL及硫酸亚铁储备液5.0 mL,置100 mL量瓶中,加HAC-NaAC缓冲溶液(pH=4.5)10 mL。加水至刻度并摇匀。照2.7样品含量测定项下的方法操作,测定吸光度值,计算加样回收率。结果平均回收率为99.29%, $RSD = 0.061\%$ 。

参考文献

- [1]徐坚,金英才,饶喧喧.甘草酸铜的制备[J].中国药学杂志,1993,28(5):289
- [2]徐坚,金英才.甘草酸铜含量测定方法和条件探讨[J].江西医学院学报,1991,3(2):47
- [3]肖崇厚.中药化学[M].上海:上海科技出版社,1997.413
- [4]蔡炳新,陈贻文.基础化学实验[M].北京:科学出版社,2001.320

(收稿日期:2006-03-16)