

一洗消中苦参碱的含量测定

贵阳中医学院制剂教研室(550002) 刘 文*

贵阳中医学院二附院 孙 欣

摘要 用薄层扫描法对一洗消中苦参碱进行了含量测定研究。方法简便、精确、快速,重现性好,回收率100.38%, CV = 0.93%。

关键词 一洗消 苦参碱 薄层扫描法

一洗消是用于治疗痔痛的洗浴液,同时具有较好的消炎、止痒作用,由苦参、蛇床子等多种药物组成,方中苦参为君药,用量较大,为控制产品质量,今采用薄层扫描法测定了苦参碱的含量。

1 仪器与试药

日本岛津CS-920型薄层扫描仪,定容毛细管(10 μ l,美国);硅胶G(薄层分析用),青岛海洋化工厂;苦参碱对照品,中国药品生物制品检定所;一洗消,贵州妙灵医健新技术有限公司提出;其它试剂均为分析纯。

2 实验条件

2.1 薄层层析条件:吸附剂:硅胶G-0.3%CMC-Na(3:1)搅拌均匀后涂布于(10 \times 20)玻璃板上,厚度0.25mm,阴干,105 $^{\circ}$ C活化30min后置干燥器内备用。展开剂为氯仿-甲醇-氨水(5:0.6:0.2),显色剂为改良碘化铋钾。

2.2 薄层扫描条件:采用反射式锯齿扫描, $\lambda_s = 512\text{nm}$,线性化参数 $S_x = 3$,AZS = ON,光束狭缝1.2 \times 1.2mm。

3 标准曲线的绘制

精密称取苦参碱对照品用氯仿配制成0.6mg/ml的标准溶液,分别吸取10、20、30、40、50 μ l点于硅胶G薄层板上,按实验条件展开,显色,扫描测定。以面积积分值对苦参碱浓度绘制标准曲线,得回归方程: $Y = 1234 + 629.87X$, $r = 0.9988$ ($n = 5$),样品浓度在6~30 μ g范围内呈良好线性关系。

4 稳定性实验

取苦参碱标准品液10 μ l,点于硅胶G板上,展开显色后,每隔一定时间扫描一次,结果在15~60min内稳定, CV = 2.8% ($n = 6$)。

5 精密度实验

在同一硅胶G板上点3个相同量的苦参碱标准品液,按实验条件扫描测定,结果 CV = 1.1%,说明精密度较好。

6 样品测定

精密吸取一洗消10ml于分液漏斗中,用氨水调pH = 11,加氯仿60ml分4次萃取,每次15ml并振摇10min,合并4次萃取液,水浴挥去氯仿,残留物用氯仿溶解,转移至10ml容量瓶中,加氯仿稀释至刻度,作为供试品液。

*Address: Liu Wen, Department of Pharmaceutics, Guiyang College of Traditional Chinese Medicine, Guiyang

取供试品液10 μ l点于硅胶G板上,并在两边各点10 μ l、20 μ l的苦参碱标准品液,按实验条件展开,测定苦参碱含量,结果见表。

7 加样回收率试验

精密吸取一定量的一洗消液,分别定量加入苦参碱对照品,以未加对照品的一洗消为对照,按样品测定的方法测定苦参碱的含量,结果回收率为100.38%,CV=0.93%。

8 讨论

用薄层扫描法测定了一洗消中苦参碱的含量,此法样品处理简便,迅速,结果准确,精密度高,可作为一洗消的质量控制标准。

(1994-08-23收稿)

表 一洗消中苦参碱的含量测定结果

批号	含量(mg/ml)	CV(%)	n
930104	2.41	2.0	3
930412	2.11	1.8	3
930614	2.56	2.5	3
930716	2.54	2.4	3
930805	2.75	1.6	3

(上接第343页)

7.02 (1H, d, J=2Hz, C₂'-H), 7.19 (1H, br, s, C₈-H), 7.33 (1H, d, J=2Hz, C₃'-H), 8.23 (1H, d, J=10Hz, C₄-H); MS m/z (%): 270 (2), 202 (100), 174 (33), 145 (4), 118 (4), 89 (4), 69 (46)。综上分析并与文献对照^[7, 8]确定晶Ⅲ为异欧前胡素。

晶Ⅳ: 无色针状, mp 185~187°C (乙醇)。异羟肟酸铁反应阳性。UV $\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$ nm, 221, 249, 267, 310; IR $\nu_{\text{max}}^{\text{KBr}}$ cm⁻¹: 3140, 3010, 1725, 1622, 1575, 1465, 1353, 1213, 1155, 1119, 895, 833, 756; MS m/z (%): 216 (100), 201 (33), 188 (11), 173 (62), 145 (27), 89 (16)。综上分析并与文献^[9]及Sadtlter红外标准图谱^[10]对照,确定晶Ⅳ为佛手柑内酯。

晶Ⅴ: 白色片状, mp 139~141°C (石油醚-醋酸乙酯), 薄层层析与 β -谷甾醇标准品处同一位置, 混合熔点不下降。由此确定晶Ⅴ为 β -谷甾醇。

致谢: 本所仪器室代测各种光谱。

参 考 文 献

- 1 单人骅, 等. 植物分类学报, 1986, 26(4): 308
- 2 Nishino H, et al. Kyoto-furiitsu Ika Daigaku Zasshi, 1987, 96: 391
- 3 Saiki Y, et al. Chem Pharm Bull, 1974, 22(6): 1227
- 4 陈政雄, 等. 药学报, 1979, 14(8): 486
- 5 Okuyama T, et al. Planta Med, 1981, 42: 89
- 6 Lee KH, et al. J Pharm Sci, 1969, 58(6): 675, 681
- 7 张涵庆, 等. 药学通报, 1980, 15(9): 386
- 8 Sasaki H, et al. Chem Pharm Bull, 1980, 28(6): 1847
- 9 Sadtlter Research Laboratories Inc. The Standar Spectra IR Grating "59028 k"
- 10 昆明制药厂. 中草药通讯, 1976, 6(1): 18

(1993-09-20收稿)