

洁身宝洗剂中苦参碱的薄层扫描测定

河南省药品检验所(郑州 450003) 李向阳*

河南省中医药研究院 屠万茜

摘要 采用薄层扫描法测定洁身宝洗剂中苦参碱的含量。平均回收率99.87%，变异系数1.33%

关键词 洁身宝洗剂 苦参碱 薄层扫描

洁身宝洗剂由苦参、紫花地丁、土茯苓等8味中药制成的外用水溶液剂型，具有清热燥湿、杀虫止痒的功效。为控制药物质量，我们对其主要药物苦参中的活性成分苦参碱进行了含量测定。方法重现性好，简便，可靠。

1 仪器与试剂

CS-910薄层扫描仪(日本岛津)，硅胶G(青岛海洋化工厂)。毛细点样管(Drummond美国)，CAMAG NANOMAT薄层自动点样器(瑞士)，苦参碱对照品(中国药品生物制品检定所)，洁身宝洗剂样品(河南新乡联宜制药集团药物研究所)，所用试剂均为分析纯。

2 实验条件及方法

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(20×10 cm)玻璃板上，厚度为0.25mm，室温置干，于105℃活化1h后置于干燥器内备用。展开剂：苯-丙酮-甲醇(8:2.5:0.5)，氨蒸气饱和。显色剂：改良碘化铋钾试液，喷湿润，上复盖同样大小的洁净玻璃板，周围用胶布封好。

2.2 薄层扫描条件：采用反射锯齿扫描法，狭缝1.25×1.25mm，灵敏度×1，Sx=3，由扫描光谱图确定测定波长 $\lambda_s=515\text{nm}$ ，参比波长 $\lambda_R=650\text{nm}$ ，

2.3 线性关系：取0.39mg/ml的苦参碱对照品甲醇溶液，在同一薄层板上分别点样1、2、3、4、5 μl ，按上述方法展开，测定斑点积分面积值。以点样量为横坐标，斑点积分面积为纵坐标绘制标准曲线。回归方程： $Y=2956.3+4880.8X$ ， $r=0.9996$ ($n=5$)，说明对照品在0.390~1.950 μg 的范围内呈线性关系。

2.4 稳定性试验：取苦参碱对照品溶液点样2 μl ，展开后每隔20min扫描一次，结果在2h内稳定，RSD=0.89%($n=6$)。

2.5 精密度试验：同一份样品，点相同量于同一薄层板上，展开，测定，结果RSD=1.61%($n=6$)，精密度尚好。

2.6 样品的含量测定：精密称取苦参碱对照品，加甲醇制成每ml含0.4mg的溶液，作为对照品溶液。精密吸取样品5ml，加入浓氨水2ml，摇匀，用乙醚萃取3次，每次5ml。合并乙醚萃取液，水浴挥干，残渣加甲醇使溶解并定容至5ml容量瓶中，作为供试品溶液。

吸取供试品溶液2 μl ，对照品溶液2、4 μl ，分别交叉点于同一薄层板上，依实试条件展开测定，测得4批样品，苦参碱含量为931201批为1.18mg/ml，931202批为1.14mg/ml，931203批为1.17mg/ml，931204批为1.14mg/ml。

2.7 加样回收率试验：精密吸取样品溶液3ml，准确加入已知浓度的苦参碱对照品水溶液2ml，摇匀，按样品测定方法测定，计算结果，平均回收率99.87%，RSD=1.33%($n=6$)，

(下转第445页)

*Address: Li Xiangyang, Henan Provincial Institute for Drug Control, Zhengzhou

不同季节银杏叶中总黄酮的测定

邵阳医学院化学教研室(十堰 442000)

吴红菱 刘先林* 秦 坚 屈永年

前文[1]报道了不同类别银杏叶中黄酮含量的测定结果。今又通过对不同季节、不同树龄、不同产地的银杏叶以及银杏外种皮中总黄酮含量进行测定,进一步为合理采样提供参考。并且在实验中采用以显色前就已带有色素的样品作为参比,直接消除色素等杂质在比色分析中的影响,与用平均消除法[1,2]比较,所得数据更具有科学性。

度减去稀释管的吸收度,用其差值通过标准曲线查取芦丁毫克数,计算总黄酮含量,见表1、2。

表1 不同季节银杏叶中的总黄酮含量

采样时间(月)	采样地点	总黄酮含量(%)
5	湖北随州	0.88
6	"	0.98
7	"	1.09
8	"	1.42
9	"	1.72
10	"	0.98

1 材料和仪器

银杏叶:1994-05-10采于湖北随州,由湖北省药检高等专科学校生药教研室张林碧教师鉴定,属银杏*Ginkgo biloba* L.的叶。芦丁标准品:北京药品生物制品检定所。

表2 不同产地、不同树龄等银杏叶中的总黄酮含量

材料类别	采集地	采集月份	树龄	总黄酮含量%
树叶	湖北随州	10	幼树	1.00
树叶	"	10	老树	0.44
树叶	湖北十堰	11	老树	0.50
外种皮	湖北随州	10	老树	1.59

仪器:721分光光度计(上海第三分析仪器厂)。

本实验所用试剂均为国产化学纯或分析纯;用水经去离子交换处理。

2 样品的提取

称取银杏干叶2g,置索氏提取器中用甲醇抽提至浸出液无色,浓缩提取液并转至50ml容量瓶用甲醇定容,摇匀待测。

4 讨论

表1数据显示,从5月~10月,银杏叶中的总黄酮含量基本呈上升趋势,9月最高,到10月有所回落,可能与秋天叶黄有关。从表2可见,幼树叶的总黄酮含量明显高于老树叶,而不同产地的老树叶中的总黄酮含量差别不大。值得一提的是,几乎不被利用的外种皮(银杏果实外皮)中的总黄酮含量达1.59%,与有关报道基本相符[3],外种皮也含有黄酮类化合物,与银杏叶一样具有药用价值,因此同样值得开发利用。

3 总黄酮含量的测定

3.1 标准曲线的制作:以0.157mg/ml的芦丁标准液进行比色测定[1],标样浓度和吸收度的关系用最小二乘法作线性回归,得方程: $Y_c = 0.9686X_c - 0.029$, 相关系数 $r = 0.9992$ 。

3.2 样品回收率的测定:用标准加入法测定了比色分析的回收率,结果平均为98.82%, $CV = 0.64\%$ ($n = 4$)。

3.3 样品总黄酮含量的测定:从已定容待测的50ml容量瓶中精取0.2ml,置10ml容量瓶中(显色管),按制备标准曲线同样条件显色并作比色测定,同时从50ml容量瓶中精取0.2ml置另一10ml容量瓶中(稀释管),不加显色剂,直接用30%乙醇稀释至刻度并比色,分别读数,然后用显色管的吸收

致谢:银杏叶由随州市财政局马力同志,邵阳医学院92级本科班姚维同学协助采集。

参 考 文 献

- 1 吴红菱,等.数理医药学杂志,1994,(增刊):103
- 2 庄向平,等.中草药,1992,23(3):122
- 3 龚跃新,等.中草药,1991,22(8):376

(1995-01-12收稿)

*本院卫生学教研室

(上接第405页)

3 讨论

对于苦参碱的薄层层析,亦曾比较《中国药典》90年版一部“苦参”药材鉴别3项的展开条件,结果发现,本文采用的条件有分离效果好,斑点圆整,且无需2次展开的优点,便于定量分析。

(1994-09-05收稿)

Determination of Matrine in Jieshenbao Lotion by TLC Scanning

Li Xiangyang, Tu Wanqian

TLC scanning technique was developed for the determination of matrine in Jieshenbao lotion. The method is simple, and highly sensitive, with an average recovery of 99.87% and a variation coefficient of 1.33%.

(Original article on page 405)

Antipromoting Tumor and Antioxidant Actions of G₉₃₁₅

Fu Naiwu, Liu Zhacyang, Zhang Ruyi

G₉₃₁₅ was a complex extracted from *Glycyrrhizae inflata* Batal, and consisted of 6 flavonoids with significant antioxidant effects. At 2mg dose, it showed strong antipromoting effect on two stage carcinogenesis in mouse skin induced by DMBA plus croton oil. At 10 μ g/ml dose, it inhibited the chemiluminescence (CL) of polymorphonuclear leukocyte (PMN) of Wistar rat induced by croton oil, at 20 μ g/ml, it inhibited the CL of new born Balb/c mouse epidermis and liver mitochondria induced by croton oil. It also inhibited the CL of Balb/c mouse microsome induced by CCl₄.

(Original article on page 411)

Effects of Dayecai (*Selaginella doedealeinii*) and Chinese Livistona (*Livistona chinensis*) on the activity of Protein Kinase C

Huang Cai, Qin Yanmei, Liang Nianci

Protein Kinase C (PKC) was partially purified from rat brain by DEAE-52 column chromatography, and the effects of ethanol extracts of *Selaginella doederleinii* and *Livistona chinensis* on PKC activity were investigated. In order to verify the reliability of the assay system, the effect of polymyxin B, a known PKC inhibitor, on the activity of PKC was also tested. Results showed that the ethanol extract of *S. doederleinii* strongly inhibited PKC activity with IC₅₀ 2.2 μ g/ml. The ethanol extract of *L. chinensis* (100 μ g/ml) inhibited PKC activity by 66.6%. Polymyxin B inhibited PKC activity with IC₅₀ 17.7 U/ml.

(Original article on page 414)

Effects of Big Black Ant and Its Compound Preparations on the RNA and DNA Levels in Testes of Rats

Wang Zhong, Zheng Xuexiu, Yuan Guoying, et al

80 male Wistar mice were randomly divided into 8 groups. The effects of the big black Ant preparations (alias Xuanju) obtained in different ways and their compound preparations in different dosages on the amount of RNA and DNA in the testes of mice were observed. After administration of the preparations for 21 days, the mice were decapitated and the testes were excised and weighed. The RNA and DNA in the testes were isolated and