

消痤洁肤面膜中盐酸小檗碱的含量测定

北京市中医研究所(100010) 曾祖平* 何 薇

摘 要 采用荧光薄层扫描法测定了中药复方涂膜剂消痤洁肤面膜中盐酸小檗碱的含量,样品平均回收率为 98.9%, $RSD=0.96\%$ ($n=5$)。

关键词 消痤洁肤面膜 盐酸小檗碱 荧光薄层扫描法

消痤洁肤面膜主要成分为野菊花、连翘、黄连、苦参,具有清热解毒、消肿散结之功效,主治寻常痤疮。我们曾对制剂的相对密度、pH 值及方中野菊花等药味进行了检查、鉴别^[1],现采用薄层荧光扫描法测定了其中盐酸小檗碱的含量,灵敏度高,重现性好。

1 仪器与试剂

CS-9000 薄层扫描仪 CQ-250 超声波清洗器,929 薄层制板器,1 μ L 定量毛细管。

盐酸小檗碱(中国药品生物制品检定所),消痤洁肤面膜(青岛永盛制药有限公司生产,北京市中医研究所研制),硅胶 G(青岛海洋化工厂),中性氧化铝(上海五四化工厂),其余试剂均为分析纯。

2 实验条件与结果

2.1 层析条件^[2]:薄层板:硅胶 G 自制板,厚度 0.3 mm。展开剂:苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(6:3:1.5:1.5:0.5),展开方式:展开箱一侧槽中加入展开剂,另侧槽加入与展开剂等体积的浓氨试液共同预平衡 15 min;展距:8 cm。显色:置紫外灯(365 nm)下检视。

2.2 扫描条件^[3]:反射式线性扫描;激发光源为汞灯,滤光器选择“3”,激发波长为 365 nm。

2.3 供试液制备:取本品 6 g,精密称定,涂于洁净玻璃板上,成膜后将药膜揭下、剪碎、

加甲醇 100 mL 浸泡过夜,超声处理 20 min,取出上清液,残渣同上法依次超声处理 1、2、3 次。合并 4 次提取液,回收甲醇,残渣甲醇溶解后上柱($\varnothing$ 1.5 cm,中性氧化铝 4 g),甲醇洗脱 30 mL,洗脱液回收甲醇,残渣用甲醇定容于 10 mL 容量瓶中。

2.4 对照品溶液制备:精密称取干燥至恒重的盐酸小檗碱对照品 2.6 mg,置 50 mL 容量瓶中,加甲醇使溶解并稀释至刻度,摇匀,即得(浓度为 0.052 μ g/mL)。

2.5 标准曲线绘制:分别吸取对照品溶液 1、2、3、4、5 μ L 点于同一薄层板上,按上述层析条件展开、取出、晾干,按上述扫描条件测定,得出盐酸小檗碱的量在 0.052 μ g~0.26 μ g 之间与斑点面积积分值成线性关系,回归方程为 $Y = 792.555 + 1636.685X$, $r = 0.9993$,用外标二点法计算含量。

2.6 稳定性试验:对同一薄层板上的同一斑点依法每隔 30 min 扫描 1 次,共持续 2 h,测得峰面积积分值,计算 $RSD = 2.76\%$ ($n = 4$),盐酸小檗碱在本实验条件下 2 h 内测定即可。

2.7 精密度试验:对同一薄层板上同一斑点连续扫描 7 次,测得峰面积积分值,计算 $RSD = 0.37\%$;对同一薄层板上 6 个同量斑点进行扫描测定; $RSD = 2.04\%$;扫描不同薄层板上同量斑点, $RSD = 2.70\%$ ($n = 6$)。

* Abberess, Zeng Zuping, Beijing Institute of Traditional Chinese Medicine, Beijing

曾祖平 1987 年毕业于北京中医学院中药系,获学士学位。现为助理研究员,主要从事中药制剂的研究和中药新药的开发工作。曾参与多项市、局级科研课题和中药三类新药及中药保健品的开发,发表论文 10 篇,《祛斑增白面膜的研制及临床与实验研究》获 1993 年北京市中医管理局科技成果一等奖。

2.8 样品含量测定:在同一薄层板上交叉点对照溶液 1、3 μL 和供试液 1 μL 各 3 点,依法展开、扫描,采用外标二点法计算,分别测定 3 批消痤洁肤面膜,结果见表 1。

2.9 回收率试验:取同批样品(批号 950829)照供试液制备操作至“加甲醇 100 mL 浸泡过夜”,加入对照品溶液 10 mL,超声处理 20 min,其余操作同供试液制备。在同一薄层板上交叉点对照品溶液 1、3 μL 和回收率试验溶液 1 μL 各 3 点,依法展开、扫描、计算,结果平均回收率为 98.9%, $\text{RSD}=0.96\%(n=5)$ 。

表 1 样品含量测定($n=3$)

批 号	盐酸小檗碱含量(mg/g)	RSD(%)
950829	0.1045	2.54
951030	0.1036	2.88
960214	0.0968	2.09

3 讨论

供试品制备时曾尝试过样品直接上氧化

铝柱洗脱、硅藻土分散后索氏提取器提取等方法,但皆因面膜中高分子成膜基质的干扰而失败。现采用成膜后超声处理,避免了成膜基质的干扰,只是需用溶剂量较大,否则易造成提取不完全,中性氧化铝柱经甲醇洗脱后除去大部分杂质,同时也可保证对盐酸小檗碱的柱回收率达 98%^[4]。

本实验的定量方法采用《中国药典》1995 版中的荧光薄层扫描法,灵敏度高,专属性强。采用现行的层析条件,层析效果较好,扫描结果令人满意。

参考文献

1 曾祖平,等. 中草药,1996,27(9):529
2 中华人民共和国药典中药薄层色谱彩色图谱. 广州:广东科技出版社,1993. 70
3 中华人民共和国药典. 一部. 北京:化学工业出版社,1995. 273
4 何 薇,等. 中成药,1995,17(12):46

(1997-06-09 收稿)

石楠叶中熊果酸的含量测定研究

南京中山制药厂(210012) 郭 莉* 王玉玺 庄 炜

摘 要 采用薄层扫描法对石楠叶中有效成分熊果酸进行了定量研究。结果表明,方法准确,重现性好,可为评价药材质量提供可行依据。

关键词 石楠叶 熊果酸 薄层扫描法 含量测定

石楠叶为华东地区较常用的药材,曾收载于《中国药典》1977 年版,有祛风、益肾、通络的功效。临床上用于风湿痹痛,腰背酸痛,足膝无力,效果较好;用于治疗荨麻疹,补肾壮阳,调经助孕,亦可收到很好的疗效^[1]。有报道从石楠叶甲醇提取物中分离得熊果酸,可认为是石楠叶的镇痛活性成分^[2]。以往未见有对石楠叶中熊果酸定量研究的报道。我们建立了薄层扫描法测定石楠叶中熊果酸的

含量,为石楠叶药材质量的评价提供了一个可靠的手段。

1 仪器与材料

仪器:CS-930 型薄层扫描仪(日本岛津),定量毛细管(美国 Drummond 产品),SPU-I 喷雾显色器(日本岛津),薄层自动铺板器、混浆器(重庆南岸新力实验电器厂)。

材料:熊果酸标准品(购自中国药品生物制品检定所),石楠叶(1996-06 采自南京紫

* Address:Guo Li,Nanjing Sun Yat-sen Pharmaceutical Factory,Nanjing
郭 莉,女,1993 年毕业于南京中医药大学中药学院并获学士学位,现于南京中山制药厂新产品技术部新药室任职,助理工程师。从事新药的研究与开发,先后参与了本厂三类新药 4 个,四类新药 2 个的研究或开发有关工作。在国内外公开刊物上发表论文 4 篇。