

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%,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。

金山,栽培品,经南京中医药大学谢辉鉴定为蔷薇科植物石楠 *Photinia serrulata* Lindl. 的叶;晒干,备用),硅胶 G(青岛海洋化工厂产品),试剂均为分析纯。

2 实验条件

2.1 薄层色谱条件:硅胶 G 薄层板:取硅胶 G 加 3 倍量 0.5% CMC-Na 溶液,混匀、涂布、晾干、活化、备用。展开剂:环己烷-氯仿-醋酸乙酯(20:5:8);显色剂:10%硫酸乙醇溶液;显色条件:110℃下烘约 5 min,显色后在薄层板上即覆同样大小的玻璃板,周边用胶布固定。

2.2 色谱扫描条件:双波长反射锯齿扫描,测定波长 $\lambda_s = 520\text{ nm}$,参比波长 $\lambda_R = 430\text{ nm}$, $S_x = 3$,扫描速度 20 mm/min。

3 实验方法

3.1 对照品溶液的制备:精密称取熊果酸标准品,加甲醇配成每毫升中含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。

3.2 标准曲线的制备:精密吸取熊果酸对照品溶液 1、2、3、4、5 μL ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以上述条件展开,显色,扫描,测定各斑点吸收峰面积,结果见表 1。

表 1 标准曲线测定结果

点样体积(μL)	1	2	3	4	5
点样量(μg)	0.96	1.93	2.89	3.86	4.82
吸收峰面积	12027	22954	33195	46471	56629

以点样量(μg)为横坐标,吸收峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,在线性范围 1 μg ~4.82 μg 内,回归方程为 $Y = 11681X + 472.6$, $r = 0.9992(n = 5)$ 。

3.3 供试品溶液的制备:取石楠叶,粉碎过 40 目筛。精密称取约 1 g,置索氏提取器中以石油醚(30℃~60℃)50 mL 回流 2 h,弃去石油醚液,将样品中的石油醚挥尽,再以乙醚

50 mL 索氏提取 4 h,提取液回收乙醚至干,残留物以甲醇溶解,定量移至 10 mL 容量瓶中,作为供试品溶液。

3.4 稳定性试验:吸取熊果酸对照品溶液点于薄层板上,展开,显色,每隔 15 min 测定 1 次。结果在 2 h 内显色斑点峰面积积分值基本稳定, $RSD = 1.89\%$ 。

3.5 精密度试验:吸取熊果酸对照品溶液,在同一硅胶 G 薄层板上点相同量的样品 6 个点,展开,显色后测定,结果 $RSD = 2.16\%$ ($n = 6$)。

3.6 重现性试验:在 6 块硅胶 G 薄层板上分别点相同量的供试液,展开,显色后扫描测定,计算 $RSD = 2.39\%$ ($n = 6$)。

3.7 样品测定:取样 3 次,分别制得供试液。精密吸取供试液 5 μL ,对照液 2、4 μL ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,展开,显色后扫描测定,计算样品中熊果酸的含量。结果 $\bar{x} = 0.41\%$, $RSD = 1.40\%$ ($n = 3$)。

3.8 加样回收试验:取石楠叶粉适量,精密称定,将一定量熊果酸标准品加入其中混合,按“供试品溶液制备”项下方法提取,点样,展开,显色,测定,结果平均回收率为 99.0%, $RSD = 1.46\%$ ($n = 5$)。

4 讨论

本实验结果表明,石楠叶中含有含量较高的熊果酸。实验所用的药材石楠叶系采自江苏南京,考虑到石楠叶在国内分布较广,产地较多^[3],不同产地与不同采收期石楠叶中熊果酸的含量定有差异。对此,笔者将另文进一步研究探讨。

参考文献

1 李景天. 内蒙古中医药,1985,(3):28
2 国外医药. 中医中药分册,1987(9):101
3 郭亚健,等. 中国中药杂志,1995,20(10):591
(1997-05-22 收稿)