

703 树脂可反复使用。

3 有效成分(大黄酸和大黄素)的分离⁸⁾

2.1 项中的乙醚提取液首先用等体积的 5% KHCO_3 溶液提取。 KHCO_3 提取液加浓 HCl 直至有棕黄色沉淀生成,静置,过滤,水洗至中性,少量乙醇-丙酮(1:1)洗涤,干燥,得深黄色粉状物的粗大黄酸,得率约为 0.45%。在索氏提取器内用二氧六环回流提取大黄酸,直至提取液近无色,蒸出二氧六环至原体积的 1/2,冷后有红棕色针状晶体析出,反复过滤,直至母液中无大黄酸析出,干燥后称重,大黄酸得率 0.25%~0.35%。测得熔点 318~320,与大黄素标准品一致。

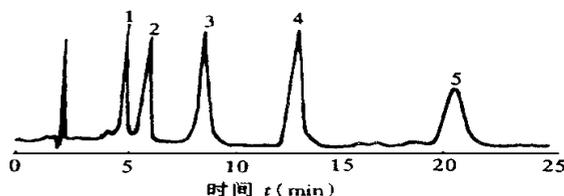
KHCO_3 提取后的乙醚液再用等体积的 5% Na_2CO_3 溶液提取,加浓 HCl 直至黄色沉淀生成,静置,过滤,水洗至中性,少量丙酮洗涤,干燥,得黄色粉末状的精制大黄素,得率约为 0.25%。氯仿反复重结晶后得深黄色针状体的大黄素,得率 0.1~0.15%, mp 250~252,与大黄素标准品一致。

4 HPLC 分析

反相高效液相色谱法:10 μm YWG C_{18} 柱(4.6 mm \times 200 mm);流动相为甲醇-水-氯仿-冰醋酸(500:80:25:2),流速 1.2 mL/min;紫外检测波

长 254 nm。

标准品与待测样品均用甲醇-二氧六环(9:1)配制,色谱图见图 1。



1-芦荟大黄素 2-大黄酸 3-大黄素 4-大黄酚 5-大黄素甲醚

图 1 大黄游离蒽醌 HPLC 色谱图

经测定所提取的总游离蒽醌中大黄素 25.4%, 大黄素 13.1%, 芦荟大黄素 4.7%, 大黄酚 7.9%, 大黄素甲醚 2.9%。总药用有效部位为 54.0%。

参考文献

- 1 江苏新医学院. 中药大辞典(上册). 上海: 上海人民出版社, 1975: 179
- 2 曹元成. 中药材, 1990, 13(11): 47
- 3 刘庆增. 中草药, 1987, 18(1): 41
- 4 黎磊石. 发明专利公报, 1998, 14(18): 36
- 5 刘志红, 黎磊石, 胡伟新, 等. 肾脏病与透析肾移植杂志, 1992, 1(1): 27
- 6 郝淑清, 王汝龙, 何丽一. 中草药, 1984, 15(2): 15
- 7 万海龙. 中成药研究, 1984, 增(1): 17
- 8 袁倚盛, 赵飞浪. 发明专利公报, 1999, 15(4): 33

(1999-08-30 收稿)

薄层扫描法测定洁阴洗液中苦参碱的含量

广西区药品检验所(南宁 530021) 谢 东*

广西区人民医院 路 玫 蒙大平

摘要 目的: 采用双波长薄层扫描法测定洁阴洗液中苦参碱的含量。方法: 用反射式锯齿扫描法测定, 测定波长 $\lambda_s = 520 \text{ nm}$, 参比波长 $\lambda_r = 640 \text{ nm}$; 展开剂为: 氯仿-甲醇-氨水(30:1:0.5), 显色剂为稀碘化铋钾试液。结果: 点样量在 0.613~3.064 μg 范围内呈良好的线性关系, 平均回收率为 99.54%, RSD 为 1.35% ($n = 6$)。结论: 该法分离效果好, 简便、快速、结果准确, 适用于该制剂的质量控制。

关键词 洁阴洗液 薄层扫描法 苦参碱

TLCS Determination of Matrine in Jieyin Xiye

Guangxi Institute for Drug Control (Nanning 530021) Xie Dong

Department of Pharmacy, the People's Hospital of Guangxi Lu Mei and Meng Daping

Abstract To determine the content of matrine in Jieyin Xiye, a lotion for cleaning the pudenda, by TLCS. Dual wavelength reflection zigzag scanning was performed at $\lambda_s = 520 \text{ nm}$, and $\lambda_r = 640 \text{ nm}$. A mixed solvent system of chloroform, methanol, and aqueous ammonia (30:1:0.5) was used as the developer; the visualizing agent was dilute potassium iodobismuthate TS. The average recovery was 99.54% with RSD= 1.35%. This method was simple and accurate. It is suitable for the quality control of

* Address: Xie Dong, Guangxi Institute for Drug Control, Nanning
谢 东 男, 大学本科, 理学学士, 主管药师, 主要从事药品检验与中药质量控制和药品质量标准研究及新药开发研究。

the preparation.

Key words Jieyin Xiye (a lotion for cleaning the pudenda) TLCS matrine

洁阴洗液是由苦参、地肤子、薄荷油、蛇床子等中药经加工而成的外用液体制剂,具有清热燥湿、杀虫止痒功能,临床上用于湿热带下,皮肤瘙痒症的治疗。为了有效控制洁阴洗液的内在质量,对其主药苦参中苦参碱的含量测定方法进行了研究。本文采用薄层扫描法对苦参碱含量进行了测定,方法重现性好,简便,可靠,为洁阴洗液的质量控制提供了实验依据。

1 仪器与试药

1.1 仪器:薄层色谱扫描仪:CS-9301PC 双波长飞点扫描仪(岛津);定量点样毛细管(岛津);薄层自动铺板器(瑞士 CAMAG 公司)。

1.2 试药:硅胶 G(青岛海洋化工厂);苦参碱对照品(购于中国药品生物制品检定所);洁阴洗液样品(广西右江制药厂);中性氧化铝(上海新诚精细化工有限公司,层析用 100~200 目);所用试剂均为分析纯。

2 溶液制备

2.1 对照品溶液的配制:精密称取苦参碱对照品适量,加甲醇制成 0.6 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。

2.2 供试品溶液的配制:精密量取样品 20 mL,置分液漏斗中,加氨试液调 pH 值至 9~10,加氯仿提取 4 次,每次 20 mL,合并氯仿液,加在中性氧化铝柱上(内径 1.5 cm,装高 5 cm,流速 1~2 滴/秒),收集过柱氯仿液,再用氯仿-甲醇(7:3) 20 mL 洗脱,收集洗脱液,合并,置 60℃ 水浴上蒸干,残渣用无水乙醇使溶解并定容至 10 mL,摇匀,滤过。精密吸取续滤液 5 mL,置 25 mL 量瓶中,加无水乙醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

3 实验条件及考察

3.1 色谱条件:薄层板:硅胶 G-0.5% CMC-Na 板,105℃ 活化 1 h;展开剂:氯仿-甲醇-氨水(30:1:0.5);显色方式:喷稀碘化铋钾试液。

3.2 扫描参数的选定:将层析显色后的斑点于 CS-9301(PC)双波长薄层扫描仪上在可见光区进行光谱扫描,选定 $\lambda_s = 520 \text{ nm}$, $\lambda_R = 640 \text{ nm}$;灵敏度:中;狭缝:0.4 mm × 0.4 mm;线性化参数: $S_x = 3$ 。

3.3 稳定性考察:对同一薄层板的同一斑点依法测定,每隔 20 min 测定一次,结果表明,斑点在 2 h 内稳定, RSD 为 0.92% ($n = 6$)。

3.4 线性关系考察:分别精密吸取对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5 μL , 点于同一硅胶 G 薄层板上,依法展开,显色,扫描测定。以点样量为横坐标,峰面积值为纵坐标绘制标准曲线。结果表明:苦参碱点样量在 0.623~3.064 μg 范围内,与峰面积值呈线性关系,其回归方程为:

$$Y = 3.9456 \times 10^{-4} X + 0.1642, r = 0.9993$$

直线不通过原点,因此用外标两点法计算含量。

3.5 精密度试验:精密吸取苦参碱对照品溶液 1 μg , 点于同一薄层板上,共 6 点,依法展开,显色,扫描测定,6 个点测定结果的 RSD 为 1.40%。

3.6 重现性试验:取同一批号的样品,按上述方法测定苦参碱的含量,共测定 6 次,平均为 1.82 mg/mL, RSD 为 0.64%。

3.7 干扰因素的考察:取缺苦参的阴性对照样品,按供试品溶液的制备方法制成空白对照液,依法点样,展开,显色,扫描测定。结果在苦参碱相应的色谱位置处无吸收,表明其它组分对苦参碱的测定无干扰。

3.8 加样回收率试验:精密量取已测定含量的样品 20 mL,精密加入适量苦参碱对照品,依法提取测定,计算回收率,平均回收率为 99.54%, RSD 为 1.35%。

3.9 样品测定:精密吸取供试品溶液 2 μL 与对照品溶液 1 μL , 2 μL , 分别交叉点于同一薄层板上,展开,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试液,在薄层板上覆盖同样大小的玻璃板,周围用胶布固定,依法扫描测定,依据外标二点法公式计算,结果 3 批样品中苦参碱的含量为 2.03 mg/mL, 2.01 mg/mL, 1.82 mg/mL。

4 讨论

4.1 苦参碱的测定方法近年来有采用薄层扫描法^[1,2]、气相色谱法^[3]和 HPLC 法^[4]。本文用薄层扫描法,比较了在硅胶 G-0.5% CMC-Na 薄层板各种展开系统,最后选用氯仿-甲醇-氨水,经试验多种比例,以 30:1:0.5 的混合溶液展开的分离效果好,斑点清晰。

4.2 本试验用氯仿提取后过中性氧化铝柱,杂质少,效率高,展开显色后色谱清晰。

4.3 显色时应注意显色均匀,实验时以喷湿整块板为宜。显色前,要将板用热风吹干或置烘箱中烘 10

min, 以尽可能除去板中的氨, 否则在喷显色剂后易发生褪色现象, 导致显色不稳定, 影响测定。

4. 4 展开剂应临用时配制, 展开前应饱和展开缸约 30 min, 并应在缸壁贴滤纸, 以使展开缸较快饱和, 并减少边缘效应, 使得展开较平, 斑点圆整。

参考文献

- 1 陈 勇, 甄汉深, 石勇新, 等. 中成药, 1998, 20(7): 13
- 2 张 斌, 王丽娜, 肖延斌, 等. 中国实验方剂学杂志, 1998, 4(2): 38
- 3 刘丛威, 刘文英, 盛龙生, 等. 中草药, 1993, 24(8): 405
- 4 许家鸾, 王京霞. 中国现代应用药学, 1998, 15(5): 56

(1999-08-17 收稿)

益肾养肝合剂质量标准研究

天津中医学院第一附属医院(300193) 李翠华* 郭 伟 阎雪梅

摘 要 目的: 建立益肾养肝合剂的质量控制方法。方法: 用薄层色谱法对该制剂中黄芪、山茱萸进行了定性鉴别, 用双波长薄层扫描法测定了黄芪甲苷的含量。结果: 黄芪甲苷在范围为 1.013 ~ 7.091 μg 内具有良好的线性关系 ($r = 0.9996$)。结论: 本方法简便、可靠, 可作为该制剂的质量控制方法。

关键词 益肾养肝合剂 薄层扫描法 黄芪甲苷

益肾养肝合剂是由我院著名的中医专家石学敏院士经多年的临床经验研制的一种新的中药制剂。该制剂是由黄芪、山茱萸等多味中药组成, 具有补气、健脾、益肾养肝、强筋健骨之功效。为控制产品的质量, 我们采用双波长薄层扫描法对该制剂中的主要有效成分黄芪甲苷进行了含量测定。采用薄层色谱法对该制剂中黄芪、山茱萸进行了定性鉴别。

1 仪器与试剂

CS-9000 型薄层扫描仪(日本岛津)。

黄芪甲苷、熊果酸对照品(中国药品生物制品检定所); 硅胶 G、硅胶 H(青岛海洋化工厂); 所用试剂均为 AR 级。

2 定性鉴别

2.1 黄芪的鉴别: 取本品 20 mL, 照含量测定供试品溶液制备方法制备供试品溶液, 另取缺黄芪的模拟制剂同法制备, 作为阴性对照液。精密称取黄芪甲苷对照品 10.13 mg, 用甲醇溶解并定容至 10 mL 容量瓶中, 制成 1 mL 含 1.013 mg 的溶液, 作为对照品溶液。吸取上述溶液各 4 μL , 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以氯仿-甲醇-水(30:10:1)为展开剂, 展开、取出晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 在 105

烘约 7 min, 日光或置紫外光灯(365 nm)下检视: 供试品色谱中在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点或荧光斑点, 阴性对照无干扰, 见图 1-A。

2.2 山茱萸的鉴别: 取本品 20 mL, 置水浴上蒸干, 残渣加无水乙醇 2 mL 使溶解, 作为供试品溶液, 另取熊果酸对照品, 加无水乙醇制成 1 mL 含 1 mg 的溶液, 作为对照品溶液; 再取缺味配制的模拟制剂, 同法制备, 作为阴性对照溶液。吸取供试品溶液、阴性对照溶液各 10 μL 熊果酸对照品溶液 1 μL , 分别点于同一硅胶 H 板上, 以环己烷-氯仿-乙酸乙酯(8:2:6)为展开剂, 展开、取出、晾干, 喷以 1% 香草醛乙醇溶液, 于 105 烘至斑点显色, 日光下检视: 供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上显一个相同的粉红色斑点, 阴性对照无干扰, 见图 1-B。

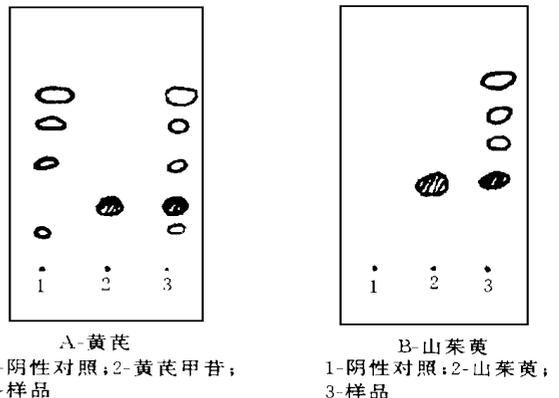


图 1 样品 TLC 图

3 黄芪甲苷含量测定

* Address: Li Cuihua, First Affiliated Hospital, Tianjin College of Traditional Chinese Medicine, Tianjin