

薄层扫描法测定金黄涂膜剂中小檗碱的含量

天津市中医药研究院(300020)

天津市药品检验所(300070)

徐永庆 王冬梅 张 洁

付 明

如意金黄散为明·陈实功所创,其著《外科正宗》曰:“凡外科一切诸般顽恶肿瘤,随手用之,无不效,诚为疮家良便方也。”^[1]至今仍是疮科常用中成药之一^[2,3]。我国药典(1995年版)收载该方由黄柏、大黄、姜黄、天花粉等10味药材组成。功能:消肿止痛,用于疮疡肿痛,丹毒流注,跌扑损伤^[4]。现代药理研究证明:本方具有抗炎、抗菌、抗真菌、抗病毒、镇痛、抗过敏作用^[2]。临床常取适量以酒、醋、油、蜜及植物汁调敷^[5],不仅使用不便,质量也不规范。为此将其提取成浸膏,用白芨胶等成膜材料,制成涂膜剂,以薄层扫描法测定制品中有效成分小檗碱的含量,从而控制产品质量。现报道如下:

1 仪器与试剂

CS-9301 PC 双波长薄层仪(日本岛津),定量毛细管(Drummond. Sci. Co. USA),不锈钢 959 型薄层制板器(重庆贝尔法仪器技术厂);盐酸小檗碱对照品(中国药品生物制品检定所),硅胶 G(青岛海洋化工厂),金黄涂膜剂(自制)其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备:精密称取盐酸小檗碱对照品,用甲醇溶解并制成 0.5 mg/mL 的对照品溶液。

2.2 供试品溶液的制备:精密称取金黄涂膜剂 1.004 6 g,分 3 次各加盐酸-甲醇(1:100)100 mL,超声 20 min,离心 10 min(2 000 r/min),合并离心液,水浴浓缩后,用甲醇定容于 5 mL 量瓶中,制成供试品溶液。

2.3 板层条件:薄层板:硅胶 G 加 3 倍 0.5% CMC-Na 调浆制板,晾干,110 °C 活化 1 h,干板厚度为 0.25 mm;展开剂:正丁醇-冰醋酸-水(7:1:2)。

2.4 扫描条件:双波长反射法锯齿扫描 $\lambda_s = 427$ nm, $\lambda_R = 650$ nm,狭缝 0.4 mm × 0.4 mm,线形化参数 $S_X = 3$ 。

2.5 线形关系实验:用定量毛细管分别点样于同一薄层板上,在上述条件下,展开,晾干,扫描测定。以斑点的峰面积对盐酸小檗碱的含量做标准曲线,得回归方程 $Y = 842.74X - 5.53$ ($r = 0.999$),结果表

明:盐酸小檗碱在 0.5~3 μ g 的范围线形关系良好,

2.6 精密度实验:在同一薄层板上点相同量的盐酸小檗碱对照品溶液($n=5$)测定其峰面积积分值,结果 $RSD=1.92\%$ 。

2.7 稳定性实验:取供试品溶液点于薄层板上,每 15 min 扫描一次,连续扫描 180 min,峰面积基本不变, RSD 为 1.58%($n=5$)。

2.8 供试品的含量测定:取上述供试品溶液 8 μ L,对照品溶液 2,3,4 μ L 分别点于同一薄层板上,依上述条件展开,扫描测定供试品溶液中盐酸小檗碱的含量,结果见表 1。

表 1 供试品盐酸小檗碱的含量测定($n=5$)

样品	含量(mg/g)	RSD(%)
1	2.304	1.1
2	2.151	0.9
3	2.319	1.5

2.9 回收率实验:精密量取已知盐酸小檗碱含量的同一样品,精确加入盐酸小檗碱对照液(0.5 mg/mL)一定量,依法测定,并计算加样回收率为 98.4%, $RSD=1.34\%$ ($n=5$)。

3 讨论

3.1 涂膜剂是外用中药新剂型之一,白芨胶为天然的成膜材料^[6],具有收敛止血,消肿生肌作用^[7]。将处方中药材经提取后与白芨胶等制成涂膜剂,并对其主要有效成分进行含量测定,制定了质控标准。

3.2 君药黄柏主要成分小檗碱的含量测定,由于中药复方制剂成分复杂,干扰较多,经实验比较,薄层扫描法,操作简便,结果准确,重复性好,能作为该制剂的质量控制标准。

致谢:本实验承蒙朱晨老师指导,特此感谢。

参考文献

- 1 陈时功. 外科正宗. 北京:人民卫生出版社,1964:12
- 2 谭成邦. 中医外用杂志,1999,8(3):32
- 3 李 竞主编. 中国疮疡大全. 天津:天津科学技术出版社,1992:131
- 4 中国药典. 一部,1995:491
- 5 顾伯华主编. 实用中医外科学. 上海:上海科学技术出版社,1985:644
- 6 卢金清,张亚东. 中成药,1996,18(12):2
- 7 黄泰康主编. 常用中药成分与药理手册. 北京:中国医药科技出版社,1994:736

(2000-01-25 收稿)