

• 研究报道 •

肤阴康洗液的定性定量研究

张 湛(北京顺义中医院 北京 101300)

何 斌(北京顺义药品检验所 北京 101300)

肤阴康洗液是北京西岳制药有限公司生产的外用中成药,主要由黄柏、黄连、苦参、赤芍、大青叶、当归、花椒等十一味中药组成。基本生产工艺如下:当归、花椒提挥发油,提油后的水蒸馏液及药渣与黄柏、黄连等九味药材水煎,浓缩成膏,醇溶,浓缩后加水灌装。肤阴康洗液为棕红色液体,气香,味苦、辛。具有清热燥湿、杀虫止痒的功效,适用于阴痒、阴蚀、带下属湿热下注证型者。对细菌性阴道炎、霉菌性阴道炎、滴虫性阴道炎等症有一定的防治作用。为了保证产品质量,我们选择了黄柏、黄连、苦参、赤芍进行了定性鉴别,用正丁醇的提取物含量作为定量指标,进行了定性定量研究。

1 实验用样品、试剂

苦参对照药材经北京市药品检验所中药室鉴定为药典规定品种。苦参碱,盐酸小檗碱、盐酸巴马汀,芍药甙对照品均购自中国药品生物制品鉴定所。肤阴康洗液由北京西岳制药有限公司生产,批号:940501。所用试剂均为分析纯。

2 定性鉴别

2.1 苦参的鉴别 取样品及缺苦参样品各20ml,加浓氨溶液0.5ml和氯仿30ml萃取2次,氯仿液蒸干,残渣加乙醇2ml溶解,作为供试液。另取苦参对照药材1g加氨水润湿,加乙醇10ml,加热回流1h,滤过,浓缩滤液至5ml,即为对照液。照薄层层析法^[1]试验,吸取上述3种溶液各10 μ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以氯仿-甲酸-氨水(5:0.6:6滴)下层液为展开剂,展开,取出,晾干,以

碘蒸气显色,供试品溶液在与对照液相对应的位置上显黄色斑点。如图1所示。

2.2 黄连、黄柏的鉴别 取样品及缺黄连,缺黄柏样品各10ml,分别水浴蒸干,残渣加甲醇5ml溶解,滤过,滤液作为供试品溶液。另取盐酸小檗碱与盐酸巴马汀对照品,加甲酸制成每1ml各含0.5mg的混合液,作为对照液。照薄层层析法^[1]试验,吸取上述4种溶液各10 μ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正丁醇-冰醋酸-水(7:1:2)上层液为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光灯下(365nm)检视,供试品溶液在与对照品溶液相对应的位置上显黄色荧光斑点。如图2所示。

2.3 赤芍的鉴别 取样品及缺赤芍的样品各30ml,分别水浴蒸干,残渣加乙醇2ml使溶解,滤过,滤液作为供试品溶液。另取芍药甙对照品加乙醇制成1ml含1mg的溶液,作为对照液,照薄层层析法^[1]试验,吸取上述3种溶液各10 μ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以氯仿-甲醇-醋酸乙酯(8:4:1)为展开剂,在氨蒸汽饱和下,展开,取出,晾干,喷以硫酸溶液(1 \rightarrow 10),于100 $^{\circ}$ C烘约5min,供试品溶液在与对照品溶液相对应的位置上显兰紫色斑点。如图3所示。

3 定量研究

3.1 定量方法 精密量取10ml药液,用水饱和正丁醇分3次萃取(15ml,10ml,5ml),充分振摇,分取醇层,放于已干燥至恒重的蒸发皿中,在水浴上蒸干,于105 $^{\circ}$ C干燥3h,移置干燥器中,冷却30min,迅速精密称定重

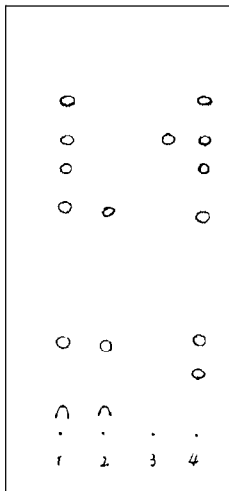


图1 鉴别苦参的 TLC 图

1. 样品
2. 缺苦参样品
3. 苦参碱对照品溶液
4. 苦参对照药材提取液

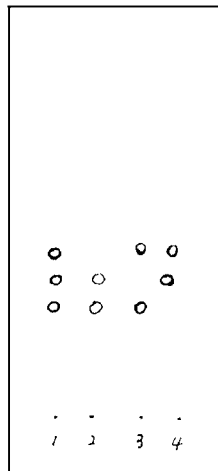


图2 鉴别黄连黄柏的 TLC 图

1. 样品
2. 缺黄连样品
3. 缺黄柏样品
4. 盐酸小檗碱、盐酸巴马汀对照品溶液

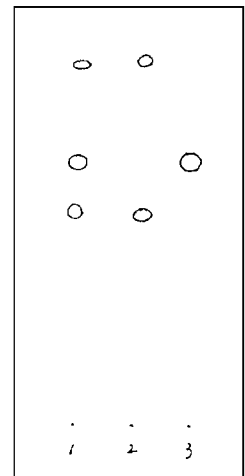


图3 鉴别赤芍的 TLC 图

1. 样品
2. 缺赤芍样品
3. 芍药甙对照品溶液

量,计算出每毫升药液中正丁醇提取物的含量。

3.2 样品测定 我们对 12 批药液进行了测量,分别用了 3 种实验方法,即:取 10ml 药液,第 1 种方法用 30ml 正丁醇萃取 1 次,第

2 种方法 30ml 正丁醇分 2 次(每次 15ml)萃取,第 3 种方法 30ml 正丁醇分 3 次(15ml, 10ml, 5ml)萃取,再分别蒸干,干燥至恒重,称量,最后结果如表所示。

表 三种实验方法正丁醇提取物含量测定结果的比较

批号		940501	940502	940503	940504	940601	940602	940603	940604	940701	940702	940703	940704	平均值
正丁醇 提取物 含 量 (mg/ml)	方法 1	22.1	20.0	23.3	21.8	21.1	23.1	22.0	21.7	24.4	23.1	21.9	21.4	22.2
	方法 2	24.8	22.8	25.9	24.0	22.9	25.5	24.1	23.5	25.2	25.0	24.1	23.9	24.3
	方法 3	25.5	22.8	26.3	24.4	23.7	25.6	24.8	24.0	25.8	26.1	26.3	23.9	24.9

4 讨论

4.1 定性鉴别要求方法简便、快速、灵敏、专属。我们按照这一原则,根据本品处方组成,结合原药材的研究以及生产工艺的具体操作,利用目前常用的薄层层析法,分别通过苦参对照药材、苦参碱,盐酸小檗碱、盐酸巴马汀;芍药甙的对照,定性鉴别方中之苦参,黄连、黄柏、赤芍,结果比较理想。

4.2 由于本品是外用洗剂,所含组分较多、较复杂,我们根据实际情况,以正丁醇提取物的含量作为控制本品质量的定量指标。

4.3 从三种实验方法测定的正丁醇提取物含量结果可以看出,方法 1 结果偏低,提取不完全,方法 3 比方法 2 结果稍高,但很接近,

有的甚至相等,说明方法 3 的正丁醇提取基本完全。因此我们确定了方法 3 作为本品正丁醇提取物的测定方法。根据 12 批药液的测定结果确定:肤阴康洗液的正丁醇提取物含量暂定不得低于 20mg/ml。

4.4 虽然利用正丁醇提取物含量的测定可以控制肤阴康洗液的内在质量,但是显得比较简单、笼统。如果用某个单一成分的含量作为肤阴康洗液内在质量的控制指标,还有待于进一步研究。

参考文献

[1] 中华人民共和国药典一部 1990: 附录 57