

抑霉洗剂质量标准研究

伍小燕¹, 唐爱存¹, 谢臻^{2*}, 陈勇², 曾海生²

(1. 广西中医学院第一附属医院, 南宁 530023; 2. 广西中医学院药学院, 南宁 530001)

[摘要] 目的: 建立抑霉洗剂的质量控制方法。方法: 以苦参碱、氧化苦参碱为对照, 采用 TLC 法鉴别该制剂中的苦参, 并采用 HPLC 法测定制剂中苦参碱的含量。结果: 在 TLC 鉴别中能检出苦参, 供试品与对照品、对照药材色谱在相应的位置上显相同的橙红色斑点, 阴性对照无干扰。苦参碱在 0.258 4 ~ 2.584 0 μg 线性关系良好, 回归方程为 $Y = 71.2178 X - 1045.1779$ ($r = 0.9994$), 平均回收率为 97.89%。结论: 建立的制剂质量控制方法简便、可靠、准确, 可作为该制剂的质量控制方法。

[关键词] 抑霉洗剂; 氧化苦参碱; 苦参碱; 薄层色谱法; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)18-0078-03

Study on the Quality Standard for Yimei Lotion

WU Xiao-yan¹, TANG Ai-cun¹, XIE Zhen^{2*}, CHEN Yong², ZENG Hai-sheng²

(1. The First Affiliated Hospital of Guangxi Traditional Chinese Medical University, Nanning 530023, China;
2. Faculty of Pharmacy, Guangxi Traditional Chinese Medicine University, Nanning 530001, China)

[Abstract] **Objective:** To establish the quality standard for Yimei lotion. **Method:** Sophorae Flavescentis

[收稿日期] 2011-05-16

[第一作者] 伍小燕, 主任药师, 研究方向: 中药制剂与药事管理, Tel: 0771-5848631; E-mail: gzyyxb@163.com

[通讯作者] * 谢臻, 讲师, 博士, Tel: 0771-3137585, E-mail: xie_zhen@126.com

是金属铁质, 使得表面颜色变化更大, 同时生刮皮白芍肉质部位脱去较多。

煮后刮皮晒干的加工方法为亳白芍产区传统加工方法, 试验结果表明传统加工方法虽有一定的合理性, 但效果不及直接晒干效果好, 以芍药苷含量为主要评价指标, 直接晒干亳白芍中芍药苷含量最高, 有利于提高亳白芍饮片的质量。但不刮皮白芍生产出的药材和饮片外观不美观, 与人们传统用药习惯不符, 不经煮制的白芍不易干燥, 以及考虑人们用药习惯不去皮者常作赤芍用, 去皮者称白芍, 且目前由于产地采用机械去皮, 减轻了劳动强度, 增加了去皮的效率。故建议亳白芍产地加工选择煮后去皮为好。

[参考文献]

[1] 中国药典. 一部[S]. 2010: 68.

- [2] 司晓萍, 顾一炯. 不同加工方法对白芍中芍药苷含量的影响[J]. 时珍国医国药, 2004, 15(6): 36.
- [3] 杨杰, 田亚男, 万颖, 等. 不同加工炮制方法对白芍质量的影响[J]. 西北药学杂志, 2010, 25(5): 41.
- [4] 宛霞, 徐康康, 吴健, 等. 芍药采收后放置对芍药苷含量的影响[J]. 医学研究杂志, 2009, 38(10): 59.
- [5] 吴剑坤, 毛克臣, 庄志宏, 等. 不同炮制方法对亳白芍中芍药苷含量的影响[J]. 中国中药信息杂志, 2010, 17(1): 38.
- [6] 凌宁生, 孙婕, 李林. 白芍中芍药苷测定方法的比较[J]. 中草药, 2004, 35(12): 1372.
- [7] 金传山, 方成武, 王德群. 安徽白芍的采收季节与产地加工探讨[J]. 基层中药杂志, 2000, 14(3): 30.
- [8] 黄明远, 伍照万, 张兴国. 采收期与栽培年限对江淮白芍质量的影响[J]. 中药材, 2000, 23(8): 435.

[责任编辑 蔡仲德]

Radix was identified by TLC with ammothamnine and matrine as the standard. The content of matrine in Yimei lotion was determined by HPLC. **Result:** Sophorae Flavescentis Radix could be identified by TLC; The linearity of matrine was good in the range of 0.258 4 - 2.584 0 μg , regress equation was $Y = 71.217 8 X - 1 045.177 9$, $r = 0.999 4$; the average recovery was 97.89%. **Conclusion:** The method of TLC identification and HPLC determination is simple, reliable and accurate which can be used for the quality control of Yimei lotion.

[**Key words**] Yimei lotion; ammothamnine; matrine; TLC; HPLC

抑霉洗剂是临床验方,是由苦参、百部和藿香 3 味中药材加工制成,具有清热解毒,祛风除湿的功效,主要用于皮肤疮疡肿毒,湿疹,皮疹,体癣,性病及皮肤瘙痒等症。该制剂目前仅有常规检查项,无鉴别及含量测定内容。为完善该制剂质量标准,现采用 TLC 法对制剂中苦参进行定性鉴别,采用 HPLC 法测定方中苦参的有效成分苦参碱的含量。

1 仪器和试剂

1.1 仪器 Agilent 1100 高效液相色谱仪, Agilent VWD 紫外检测器, Agilent 1100 色谱工作站; BP211D 电子分析天平(德国赛多利斯), Millipore simplicity-185 超纯水器(美国密理博公司), SB3200-T 超声清洗器(上海必能信超声有限公司)。

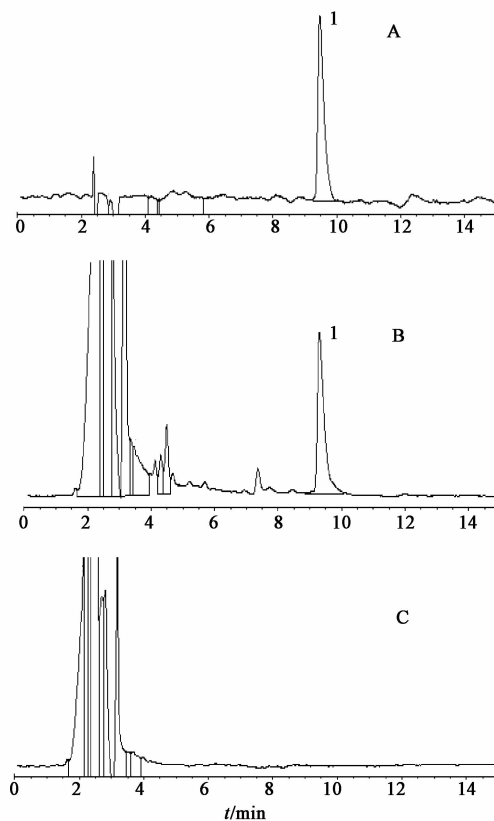
1.2 试剂 苦参碱对照品(中国药品生物制品检定所提供,供含量测定用,批号 110805-200508); 苦参对照药材(中国药品生物制品检定所提供,批号 121019-200605); 硅胶 G(青岛海洋化工厂); 乙腈(色谱纯, J. T. Baker); 水为超纯水,其余试剂为分析纯; 抑霉洗剂(广西中医学院第一附属医院提供,批号 201007-1, 201007-2, 201007-3); 缺苦参的阴性样品(广西中医学院第一附属医院提供); 薄层制板器(重庆南岸贝尔德仪器技术厂)。

2 苦参的鉴别

取本品 30 mL, 浓缩至 10 mL, 加浓氨试液 1 mL, 加三氯甲烷 25 mL 萃取, 取三氯甲烷层, 蒸干, 残渣加甲醇 1 mL 溶解作为供试品溶液。同法制备缺苦参的阴性对照溶液。取苦参对照药材粉末 2 g, 同法制备对照药材溶液。另取苦参碱、氧化苦参碱对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。吸取上述 5 种溶液各 5 μL , 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正己烷-乙酸乙酯-甲醇-浓氨(10:20:5.5:2)在 10 $^{\circ}\text{C}$ 以下放置的上层溶液中展开取出并晾干。再喷以碘化铋钾试液显色, 供试品色谱中, 在与对照品、对照药材色谱相应的位置上显相同的橙红色斑点, 而阴性对照品无干扰。

3 含量测定

3.1 色谱条件 岛津 Slim-pack CLC-ODS 色谱柱(6.0 mm \times 150 mm, 5 μm), 流动相乙腈-水(0.1% 磷酸+0.4% 三乙胺)(30:70), 流速 1 mL \cdot min $^{-1}$, 检测波长 220 nm。进样量 10 μL , 苦参碱峰与杂质峰的分度符合度符合要求。色谱图见图 1。



A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性; 1. 苦参碱

图 1 抑霉洗剂色谱

3.2 溶液制备

3.2.1 供试品溶液的制备 精密量取本品 10 mL, 置 25 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇稀释至刻度, 称重, 超声处理 15 min, 放冷, 补足质量, 摇匀, 用 0.45 μm 滤膜滤过, 得供试品溶液。

3.2.2 对照品溶液的制备 精密称取苦参碱对照品适量, 加 50% 甲醇制成每 1 mL 含苦参碱 0.129 2

mg 的溶液, 摇匀, 即得对照品溶液。

3.2.3 阴性对照溶液的制备 取不含苦参的阴性样品, 按 3.2.1 项下方法制备阴性对照溶液。

3.3 线性关系的考察 分别精密吸取上述对照品溶液 2, 4, 8, 12, 16, 20 μL 注入液相色谱仪, 按上述色谱条件进行测定, 以峰面积积分值 Y 为纵坐标, 对照品量为 X (μg) 横坐标, 绘制标准曲线, 得苦参碱标准曲线方程 $Y = 71.2178 X - 1045.1779$ ($r = 0.9994$), 线性范围 $0.2584 \sim 2.5840 \mu\text{g}$ 。

3.4 精密度试验 精密吸取苦参碱对照品溶液 10 μL , 连续进样 6 次, 测定峰面积值, 苦参碱平均峰面积值为 1 851, RSD 0.9%, 表明该色谱条件下精密度良好。

3.5 稳定性试验 取同一批号样品制备供试液, 于 0, 2, 4, 8, 12, 24 h 进样, 共 6 次, 测定峰面积值, 苦参碱平均峰面积 4 130.72, RSD 1.58%, 表明供试液在 24 h 内稳定。

3.6 重复性试验 取同一批号样品 6 份, 按 3.2.1 项下制备样品, 依 3.1 项下色谱条件进样测定, 测得苦参碱的平均含量为 $0.4707 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$, RSD 0.14%, 表明方法的重复性良好。

3.7 专属性试验 分别精密吸取上述对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液各 10 μL , 进样分析。结果供试品溶液和对照品溶液色谱图上有保留时间几乎相同的特征峰, 而阴性对照溶液在此保留时间无此特征峰。

3.8 加样回收率试验 取已测知含量的样品 6 份, 每份 4 mL, 精密加入苦参碱对照品溶液 10 mL 进行制备, 进样 10 μL , 记录色谱图, 计算加样回收率, 结果见表 1。

3.9 样品含量测定 取 3 批的抑霉洗剂样品, 每个批号平行测定 2 份, 按 3.2.1 项下制备样品, 依色谱条件进行含量测定。结果苦参碱含量分别为 $0.4707, 0.4815, 0.4775 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

4 讨论

对苦参的薄层鉴别, 实验分别考察了多种展开

表 1 苦参碱加样回收率测定 ($n=6$)

No.	原有量	加入量	测得量	回收率	平均回收率	RSD
	/mg	/mg	/mg	/%	/%	/%
1	1.882 8	1.775	3.575 2	95.346	97.89	3.14
2	1.882 8	1.775	3.596 1	96.524		
3	1.882 8	1.775	3.681 8	101.35		
4	1.882 8	1.775	3.583 5	95.814		
5	1.882 8	1.775	3.698 0	102.26		
6	1.882 8	1.775	3.587 5	96.039		

剂配比^[1-3], 最后根据《中国药典》^[4]中苦参药材的薄层鉴别, 改变展开剂的比例进行考察、比较, 发现正己烷-乙酸乙酯-甲醇-浓氨(10:20:5.5:2)作为展开剂, 分离度好、斑点较好、重复性好。实验还分别考察了供试品在 3, 5, 7 μL 不同点样量时的 TLC 图谱, 比较发现点样量为 5 μL 时, 呈现的斑点信息丰富, 并且斑点清晰, 分离效果好, 故确定 5 μL 为薄层鉴别的点样量。

在苦参碱定量方法建立时, 分别考察了滤过-离心、超声-补重-滤过-离心、蒸干-超声溶解-补重-滤过-离心等供试品溶液的前处理方法, 结果以超声-补重-滤过方法较好, 苦参碱的含量最高。还对取样量和溶剂浓度进行单因素考察, 最终确立了本实验供试品的制备方法。在色谱检测波长实验研究中, 分别考察了 220, 210, 202 nm 3 个波长下的液相色谱图, 结果显示, 220 nm 处所测峰峰面积大并且峰形好, 最终确定测定波长为 220 nm。

[参考文献]

[1] 李冰, 张留根. 座疮胶囊质量标准研究[J]. 辽宁中医杂志, 2008, 35(7): 1075.

[2] 李忠思, 李云霞, 商春丽. 复方石韦片的质量控制[J]. 现代药物与临床, 2010, 15(3): 220.

[3] 梁山丹, 梁月钊, 粟华生, 等. 润燥止痒片质量标准研究[J]. 中药新药与临床药理, 2010, 21(5): 547.

[4] 中国药典. 一部[S]. 2010: 188.

[责任编辑 蔡仲德]