

神女乐洗液质控方法的研究

谢 东(南宁 530021 广西药品检验所)

摘要 目的:建立神女乐洗液的质量控制方法。方法:采用薄层色谱法对其中的苦参、蛇床子进行定性鉴别;并以萘为内标,应用气相色谱法对其中的薄荷脑进行了定量测定。结果:线性范围在 $0.06312 \sim 0.3156 \mu\text{g}$,平均回收率 97.16% ($n=5$), RSD 为 0.90% 。结论:鉴别和含量测定方法中各阴性对照均无干扰,含量测定方法灵敏度高,重现性好,可作为该制剂的质量控制标准。

关键词 神女乐洗液;薄层色谱法;气相色谱法;苦参;蛇床子;薄荷脑

Quality control of Shennule Xiye

Xie Dong(Xie D)(Guangxi Province Institute for Drug Control , Nanning 530021)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** A quality control method was established for Shennule Xiye. **METHOD:** Ingredients sophoras and cnidii were identified by TLC. A GC method for the determination of menthol using naphthalene as internal standard was established. **RESULTS:** The method was linear within the range of $0.06312 \sim 0.3156 \mu\text{g}$, the average recovery was 97.16% , and the RSD was 0.90% . **CONCLUSION:** The method is sensitive and highly reproducible, and can be used for the assay of Shennule Xiye.

KEY WORDS Shennule Xiye, TLC, GC, sophoras, cnidii, menthol

神女乐洗液是由苦参、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。为了有效控制神女乐洗液的内在质量,采用 TLC 法分别对制剂中的主要药物苦参、蛇床子进行了定性鉴别,并应用气相色谱法测定了样品中薄荷脑的含量,为神女乐洗液的质量控制提供了实验依据。

1 仪器与试剂

日本岛津 GC-9A 气相色谱仪;岛津 C-R2A 数据处理机。槐定碱、薄荷脑对照品(中国药品生物制品检定所);硅胶 G(青岛海洋化工厂);神女乐洗液(广西右江制药厂);试剂均为分析纯。药材经黄燮才主任技师鉴定。

2 TLC 定性鉴别

2.1 薄层板制备

取硅胶 G,加 0.5% 羧甲基纤维素钠溶液,研匀,均匀涂布于玻璃板上,晾干, 105°C 活化 1h,置干燥器中备用。

2.2 供试品溶液制备

取本品 10ml,加氨试液调 pH 值至 $9 \sim 10$,加氯仿 15ml,振摇提取,分取氯仿液,于水浴上蒸干,残渣加氯仿 3ml 使溶解,滤过,滤液作为供试品溶液。

2.3 对照品溶液制备

取槐定碱对照品适量,加氯仿制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.4 蛇床子对照药材溶液的制备

取蛇床子对照药材 1g,加氯仿 15ml 及氨试液 1ml,冷浸 1h,时时振摇,滤过,滤液于水浴上蒸干,残渣加氯仿 3ml 使溶解,滤过,滤液作为对照药材溶液。

2.5 阴性对照溶液制备

按处方比例去除苦参或蛇床子,同供试品溶液制备方法分别制得缺苦参或蛇床子的阴性对照溶液。

2.6 苦参的鉴别

吸取供试品溶液、缺苦参的阴性对照溶液、槐定碱对照品溶液各 $4\mu\text{l}$,分别点于同一薄层板上,以氯仿-甲醇-浓氨试液(30:3:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾溶液。供试品色谱中,与对照品色谱在相应位置上有相同的橙红色斑点,缺苦参的阴性对照溶液无干扰,结果见图 1。

2.7 蛇床子的鉴别

吸取供试品溶液、缺蛇床子的阴性对照溶液、蛇床子对照药材溶液各 $10 \sim 15\mu\text{l}$,分别点于同一薄层板上,以石油醚($60 \sim 90^\circ\text{C}$)-醋酸乙酯(7:3)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 1% 香草醛硫酸溶液,置紫外光灯

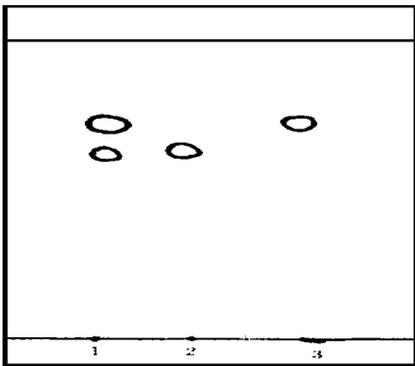


图1 苦参 TLC 图谱

1 - 供试品溶液; 2 - 槐定碱对照品液; 3 - 阴性对照液 (365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同的蓝色荧光斑点, 缺蛇床子的阴性对照溶液无干扰, 结果见图 2。

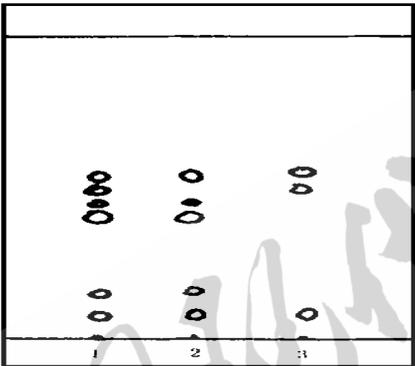


图2 蛇床子 TLC 图谱

1 - 供试品溶液; 2 - 蛇床子药材液; 3 - 阴性对照液
3 薄荷脑含量测定

3.1 色谱条件

色谱柱: 10% PEG-20M, ϕ 0.3mm \times 2m; 柱温: 118℃; 进样口与检测器温度: 210℃; 气流: N_2 30 ml/min, H_2 60 ml/min, 空气 400 ml/min; 氢火焰检测器。

3.2 标准曲线的制备

3.2.1 内标溶液配制 精密称取萘 52.4mg, 置 50ml 量瓶中, 加石油醚(60~90℃)使溶解并稀释至刻度, 作为内标溶液。**3.2.2 薄荷脑对照品溶液的配制** 精密称取薄荷脑对照品 49.2mg, 置 50ml 量瓶中, 加石油醚(60~90℃)使溶解并稀释至刻度, 作为原液备用。精密吸取原液 2ml, 加入内标溶液 2ml, 加石油醚(60~90℃)稀释至刻度, 摇匀, 即得。

3.2.3 测定方法 精密吸取薄荷脑原液 1, 2, 3, 4 和 5ml, 置 50ml 量瓶中, 加石油醚(60~90℃)稀释至刻度, 摇匀。以给定的色谱条件进样 3 μ l, 以薄荷脑峰面积与内标峰面积之比为横坐标, 薄荷脑含量为纵坐标, 绘制标准曲线, 其回归方程为: $Y(\mu g) = 0.1612944 X +$

$0.0007681, r = 0.99999$ 。

在 0.06312 ~ 0.3156 μ g 范围内进样量与峰面积呈良好的线性关系。

3.3 干扰实验

按处方规定的配比, 制成不含薄荷油的样品, 按样品测定项下操作, 在给定的条件下分析, 试验结果表明, 空白样品对测定无影响, 结果见图 3。

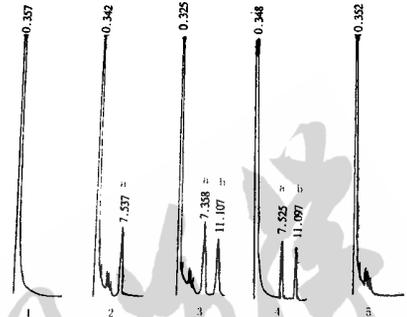


图3 干扰试验气相色谱图

1 - 溶剂色谱峰; 2 - 样品色谱峰(不加内标); 3 - 样品色谱峰(加内标); 4 - 标准品色谱峰(加内标); 5 - 空白样品色谱峰; a - 薄荷脑; b - 萘(内标)

3.4 精密度试验

取样品供试液进样 5 次, 测定薄荷脑含量, 结果其 RSD 为 0.66%。

3.5 稳定性试验

取样品供试液每隔 2h 进样一次, 共测定 5 次, 结果薄荷脑含量平均为 0.197mg/ml, RSD 为 1.21%, 表明样品溶液在 8h 内稳定。

3.6 重现性试验

取同一批样品 5 份, 按样品提取方法同法提取, 测定薄荷脑的含量, 结果平均含量为 0.194%, RSD 为 1.62%, 表明重现性良好。

3.7 回收率试验

精密吸取样品 15ml, 精密加薄荷脑原液(1.052 mg/ml) 2ml, 按样品提取方法制得供试品溶液, 测定薄荷脑含量, 结果平均回收率为 97.16%, RSD 为 0.90%, 见表 1。

表1 加样回收率测定结果

编号	样品量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%
1	2.913	2.104	4.956	97.1
2	2.913	2.104	4.944	96.5
3	2.913	2.104	4.983	98.4
4	2.913	2.104	4.937	96.2
5	2.913	2.104	4.966	97.6

3.8 样品测定

精密吸取供试品 15 ml,加石油醚(60 ~ 90 °C)提取 4 次(15,10,10 和 10),合并提取液,置于 50 ml 量瓶中,加石油醚(60 ~ 90 °C)稀释至刻度,作为供试品溶液。吸取 3 μ l,进样。以内标法计算,结果见表 2。

表 2 样品测定结果

批 号	薄荷脑含量/ mg· ml ⁻¹	RSD/ %
950420	0.194	1.62
950422	0.213	1.76
950425	0.205	1.98
980602	0.267	0.97
980702	0.260	0.42

4 讨 论

4.1 在苦参的鉴别中,曾试用苦参碱作为对照品,但在展开后发现,阴性对照在与苦参碱对照品色谱相应位置有一相同颜色的斑点,故最后采用槐定碱作为对照品。试验中,曾比较了不同的展开系统,如氯仿-甲醇-浓氨试液的不同比例以及甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液

(20:20:3:1)、苯-丙酮-甲醇(8:3:0.5)等,结果以本文所选用的展开系统较好,斑点完全分离, R_f 值适中。

4.2 在蛇床子的薄层鉴别中,曾试用了苯-醋酸乙酯(9:1)、正己烷-醋酸乙酯(8.5:1.5)等展开系统,结果以本文所用的展开系统较好,斑点能较好分离, R_f 值适中。若展开后直接置紫外光灯(365nm)下检视,虽然供试品色谱与对照药材色谱有相对应的紫色斑点,但其它斑点较多,喷 1%香草醛硫酸溶液后,再置紫外光灯(365nm)下检视,则其余大部分斑点不再显荧光,对确定对应斑点较好,故本文确定以喷显色剂后再检视。

4.3 薄荷脑含量测定中,曾用乙醚作为溶剂,结果色谱分离效果比用石油醚(60 ~ 90 °C)要好,但乙醚易挥发,使测定结果不稳定,所以换用石油醚作溶剂提取,结果稳定性较好。

4.4 本文所用方法简便、快速,重现性和专属性较好,可作为本品的质量控制指标。

收稿日期:1998-11-10