

4.4 外用散剂的均匀度很重要。本文采用测定大黄素含量来评价,比较可靠,连续5批样品大黄素含量  $\bar{x} = 0.0376(\%)$ ,  $RSD = 3.02\%$ 。

### 参 考 文 献

- 1 中国药典.一部.1990附57页
- 2 赵陆华,等.中国药科大学学报,1988,19(4):266
- 3 沙世炎,等.中草药有效成分分析法(上).北京:人民卫生出版社,1982.25

(1995-10-05 收稿)

## Quality Control of Zihuang Haemostat Powder

Chen Yuxiang

Zihuang Haemostat powder(ZHP)is a Chinese traditional patent medicine. Its ingredient *Coptis chinenses* Franch was identified by TLC. A Rp-HPLC method for detrmning emodin in ZHP was established. The TLC method was not interfered by blank sample. The Rp-HPLC method was sensitive and highly reproducible. Its average recovery was 99.24%. RSD was 1.21%.

## 胃尔宁片质量标准的研究

新疆维吾尔自治区药品检验所(乌鲁木齐 830002) 苏莱曼·哈力克\* 李 莉\*\* 刘晓芳  
沙拉麦提·艾力 刘勇民 李伯清\*\*

**摘 要** 介绍胃尔宁片质量标准的研究,采用薄层层析对其中党参、制马钱子、厚朴等成分进行化学鉴别试验及高效液相色谱法同时测定土的宁和马钱子碱的含量。方法简便、快速、准确,平均加样回收率( $n=5$ )土的宁为99.24%,马钱子碱为98.39%,变异系数分别为1.61%和1.80%。

**关键词** 胃尔宁片 党参 制马钱子 厚朴 高效液相色谱法 土的宁 马钱子碱 TLC

胃尔宁片系由党参、制马钱子、厚朴等多味中药制成的片剂,用于胃酸偏高的慢性萎缩性胃炎。为了更好地控制本品内在质量,确保疗效,本文采用薄层层析法(TLC)对党参、制马钱子、厚朴等进行化学鉴别试验和用高效液相色谱法(HPLC)测定该品中有效成分土的宁和马钱子碱的含量,为该品建立了一个较完善的药品质量控制标准,方法简单、准确、重现性好,适用于常规试验,便于生产厂家控制产品质量。

### 1 薄层鉴别试验(TLC)

1.1 材料:薄层涂布器(可涂0.3mm厚薄层板),美国Drumnod定量毛细管,硅胶G、

硅胶GF<sub>254</sub>(薄层层析用,青岛海洋化工厂出品);对照品:土的宁、马钱子碱、厚朴酚、和厚朴酚均由中国药品生物制品检定所提供;党参对照药材由本所中药室鉴定为符合1990年版中国药典收载品种*Codonopsis pilosula* (Franch.)Nannf.,胃尔宁片由新疆制药厂提供;阴性对照液:取各单味药,按处方量、工艺,不加被测成分药材,制成阴性对照液,备用。

### 1.2 方法

1.2.1 党参的鉴别:取本品10片,除去糖衣,研碎,加浓氨水2ml浸润,加氯仿20ml,摇匀,放置过夜,滤过。滤液蒸干,残渣加氯仿

\* Address: Sulaiman · Halike, Xinjiang Insitute for Drug Control, Wulumuqi

\*\* 新疆制药厂

1ml 溶解,作为供试品溶液。另取党参对照药材 1g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 90 年版一部附录 57 页)试验,吸取供试品溶液 10 $\mu$ l,阴性对照液 10 $\mu$ l,对照药材溶液 2~5 $\mu$ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯-甲酸(15:4:0.4)为展开剂,展开,取出,晾干,喷 30% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 乙醇液,热风吹至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显二个相同的粉红色斑点;置紫外光灯(365nm)下检视,显一个相同的蓝色荧光斑点,阴性对照无干扰。结果见图 1A。

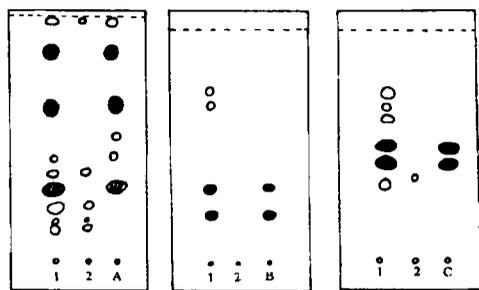


图 1 样品薄层图

A-党参对照药材 B-土的宁、马钱子碱 C-厚朴酚  
与厚朴酚 1-样品 2-阴性对照

1.2.2 马钱子的鉴别:取上述 1.2.1 项下的供试品溶液,用 20ml 氯仿稀释并转移到分液漏斗中,用硫酸溶液(3→100)分 2 次提取,每次 20ml,合并硫酸液,置另一分液漏斗中。加浓氨试液使呈碱性,用氯仿分 2 次提取,每次 20ml,合并氯仿液,蒸干。残渣加氯仿 0.5ml 溶解,作为供试品溶液。另取土的宁和马钱子碱对照品,加氯仿制成 1ml 各含 2mg 的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法试验,吸取供试品溶液与阴性对照液各 20 $\mu$ l,对照品溶液 10 $\mu$ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液(4:5:0.6:0.4)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试液。结果供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同的桔黄色斑点,阴性对照液无干扰,见图 1B。

1.2.3 厚朴的鉴别:取本品 3 片,除去糖衣,

研细,加甲醇 5ml 振摇 30min,过滤,滤液浓缩至 1ml,作为供试品溶液。另取厚朴酚与厚朴酚对照品,加甲醇制成每 1ml 各含 1mg 的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法试验。吸取供试品溶液,阴性对照液及对照品溶液各 5 $\mu$ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以环己烷-丙酮(10:4)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 1%香草醛硫酸溶液,热风吹至斑点显色清晰,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,阴性对照液无干扰,见图 1C。

## 2 含量测定

2.1 仪器与试剂:仪器:岛津 LC-6A 高效液相色谱仪,岛津 SPD-6A 紫外检测器和 C-R3A 微处理机;CQ250 超声波清洗器(功率 500W 频率 50Hz,上海超声波仪器厂),0.45 $\mu$ m 微孔滤膜(中科院大连物理化学研究所)。试剂均为分析纯,使用前用 G-4# 垂熔漏斗过滤。

2.2 色谱条件:色谱柱:Simapak ck-sil 柱( $\varnothing$ 4.6mm $\times$ 150mm);柱温:室温;检测波长 254nm,流动相:氯仿-甲醇-浓氨水(90:10:0.25);流速 1.3ml/min;灵敏度 0.08AV/mV。进样量 20 $\mu$ l。

2.3 标准曲线的绘制:精密称取土的宁和马钱子碱对照品各 20mg 置 10ml 量瓶中,用氯仿稀释至刻度,摇匀制成每 ml 各含土的宁和马钱子碱 2mg 的对照品溶液。用微量注射器分别吸取 1、2、4、6、8 $\mu$ l 置 1ml 量瓶中,加氯仿稀释至刻度,摇匀。各进样 20 $\mu$ l,以峰面积为纵坐标,标准品浓度为横坐标分别绘制两标准曲线,土的宁的回归方程  $Y=173.4+220907.2X$ ,相关系数  $r=0.9998$ ;马钱子碱的回归方程为  $Y=127.2+165196.5X$ ,相关系数  $r=0.9991$ ,结果表明土的宁和马钱子碱均在 0.04 $\mu$ g~0.32 $\mu$ g 范围内呈良好的线性关系。

2.4 供试品溶液的制备:取本品 20 片,除去糖衣,精密称定,研细。精密称取 0.5g,加氯仿-浓氨水(9:1)50ml,超声处理 1h。分取氯

仿层加无水硫酸钠脱水,置水浴上浓缩至约1ml,用氯仿定容于10ml量瓶中摇匀,用0.45 $\mu$ m微孔滤膜滤过,弃去初滤液,收集续滤液即得。

2.5 样品的测定:分别精密量取对照品溶液与供试品溶液各20 $\mu$ l,注入液相色谱仪中测定峰面积,按外标法计算含量,结果见表及HPLC色谱图2。

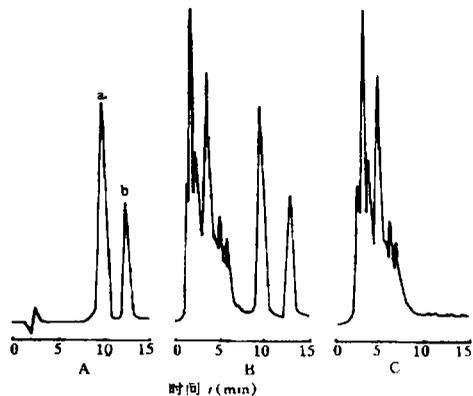


图2 HPLC图谱

A-标准品:a-土的宁 b-马钱子碱  
B-胃尔宁片 C-阴性对照

2.6 精密度试验:对同一样品连续测定6次,求得变异系数CV%(土的宁)=2.40%;

表 样品含量测定结果(n=2)

批号	平均片重(g)	土的宁含量( $\mu$ g/片)	马钱子碱含量( $\mu$ g/片)
901203	0.3014	24.20	11.67
9012016	0.3010	21.36	9.83
910506	0.3024	23.97	10.15
910904	0.3017	20.16	10.71

CV%(马钱子碱)=3.15%。

2.7 回收率试验:以加样回收法测定回收率为土的宁99.24%,CV=1.61%;马钱子碱98.39%,CV=1.80%(n=5)。并作空白干扰试验,在土的宁与马钱子碱出峰位置基线平直,无干扰。

### 3 讨论

3.1 上述薄层色谱鉴别试验与含量测定方法的建立,操作方法简便易行,灵敏快速,结果准确可靠,便于控制本品内在质量。

3.2 土的宁与马钱子碱标准品分别经紫外分光光度计扫描测定最大吸收波长为256nm、265nm处,两者的峰都较宽且重合,故选定 $\lambda_{max}$ 254nm为土的宁和马钱子碱的同一检测波长。

致谢:新疆维吾尔自治区防疫站樊宛牧同志参加部分工作。

(1995-12-28 收稿)

## Studies on the Quality Specification of Weierning Tablet

Suleyman Halik, Li Li Xiaofang, Liu Salamet Eli, et al

Weierning tablet is a new Chinese traditional patent medicine. Its main ingredients *Codonopsis pilosula*, *Magnolia officinalis* and *Strychnos nux-vomica* were identified by TLC. An HPLC method for the determination of strychnos and brucine was established. The method is sensitive and highly reproducible. Its average recovery were 99.24% and 98.39% respectively; RSD=1.61% for strychnos, and 1.80% for brucine (n=3).

## 安徽高校联合培训部中医、兽医函授大专班招生

经省教委批准、第六期兽医、第十一期中医函授班继续向全国常年招生。使用全国高等院校统编教材,由专家教授辅导,详情见招生简章。中学以上文化程度免试入学。报名费3元。邮至安徽合肥市五里墩邮政9-901信箱于毅江收。款到寄给招生简章和入学登记表。邮编:230031 电话(0551)5562566-626