紫黄止血散的质量控制

湖南医科大学制剂实验室(长沙 410078)　陈玉祥*

摘　要　为了控制紫黄止血散的质量,对其中的黄连进行了薄层层析鉴别,对其中大黄中的大黄素建立了反相液相色谱测定方法。结果显示,其鉴别项下的阴性对照品无干扰,含量测定法的灵敏度高,重视性好,平均回收率为99.24%,RSD为1.21%。

关键词　紫黄止血散　薄层层析　反相液相色谱

紫黄止血散为外用止血消炎剂,其处方为:大黄140g,黄连140g,地榆100g,仙鹤草100g,冰片10g,炉甘石510g。湖南医科大学湘雅医院将其用于临床擦伤出血病人,近二年的临床观察,疗效显著,无明显的毒副作用。为确保产品质量,应用薄层层析法,以来源清楚的单味药材或标准对照品作对照,对该制剂中的黄连进行了薄层层析鉴别,并建立反相液相色谱法对该制剂中的大黄素含量进行了测定。

1　仪器与试药

1.1　仪器:Waters990液相色谱仪,Waters990光电二极阵列检测器,Waters990数据站。

1.2　试药:大黄素、小檗碱和巴马汀均为中国药品生物制品检定所提供。对照药材:大黄、黄连购自湖南省药材公司,经湖南省药品检验所杜赫鉴定符合1990年版中国药典标准。样品:紫黄止血散,湖南医科大学湘雅医院提供。试剂均为分析纯。

2　黄连的薄层定性鉴定

分别取紫黄止血散,药材黄连粉及缺黄连的群药适量,分别加甲醇5ml,置水浴上加热回流15min,滤过,滤液补加甲醇使成5ml,得供试品溶液、对照药材溶液和阴性对照溶液。另取盐酸小檗碱和巴马汀对照品,分别加甲醇制成0.5mg/ml的溶液,作为对照品溶液,照薄层色谱法[1]试验。吸取上述5种溶液各1μl,分别点于同一硅胶G薄层析上,以正丁醇-冰醋酸-水(7∶1∶2)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同的黄色荧光斑点;在与对照品色谱相应的位置上,显相同的一个黄色荧光斑点(图1)。

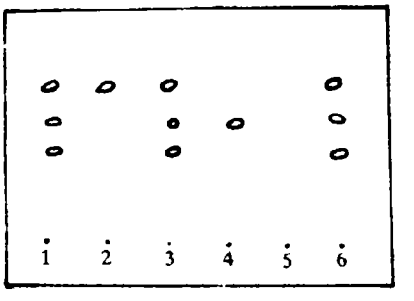


图1　黄连TLC图

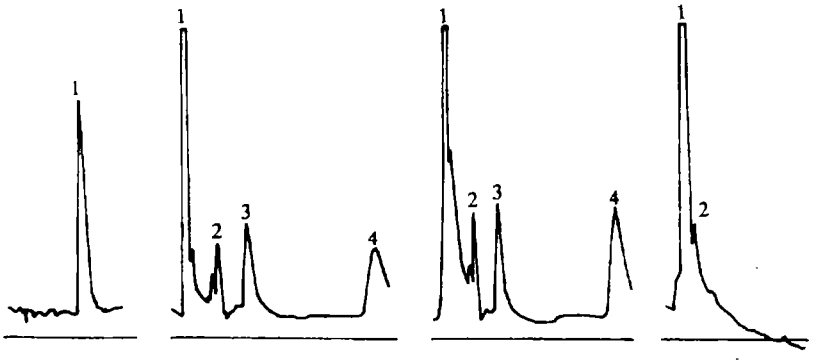
1、3-供试品　2-盐酸小檗碱　4-盐酸巴马汀
5-缺黄连阴性对照　6-黄连药材

3　大黄素含量测定

3.1　分析条件:色谱柱为Zorbax ODS柱(4.6mm×250mm),流动相:甲醇-水(80∶20),流速1.0ml/min,AUFS0.05,室温操作,理论塔板数以大黄素计算为8890,系统适应于大黄素、大黄酸、大黄酚等成分的完全分离。大黄素与最相邻峰的分离度为8.8,大黄素甲醇溶液在254nm波长处有最大吸收,色谱分离流出的大黄素组分经光电二极阵列检测器在254nm波长处检测。Rp-HPLC图

* Address: Chen Yuxiang, Laboratory of Pharmaceutics, Hunan Medical University, Changsha

见图 2。



大黄素对照	大黄药材	紫黄止血散	阴性对照
1-大黄素	2-t_R=4.115	2-t_R=4.210	1-t_R=2.117
t_R=8.542	3-大黄素 t_R=8.583	3-大黄素 t_R=8.443	2-t_R=3.645

图 2　Rp-HPLC 图谱

3.2　线性考查：精密称定大黄素对照品 1.1mg，加甲醇溶解，移至 100ml 量瓶中，甲醇定容。分别吸取 5，10，15，20，25，40μl，按分析条件进样测定，以峰面积 Y 对进样量 X（μg）进行回归，大黄素在 0.55～0.44μg 范围的回归方程 Y＝57693.5X－140.21，r＝0.9995(n＝6)，线性关系良好。

3.3　供试液制备[2,3]

3.3.1　药材大黄供试液制备：取大黄粉 1.5g，精密称定，加甲醇约 60ml 于索氏提取器中，回流 3h，得提取液，置水浴上蒸干，加 5mol/L 硫酸 20ml 于水浴上加热 0.5h，立即冷却，用乙醚 75ml 分 5 次萃取，收集乙醚液，合并，挥尽乙醚，残渣加甲醇溶解，移至 50ml 容量瓶中，甲醇定容即得。

3.3.2　紫黄止血散供试液制备：方法同上。

3.4　回收率试验：取紫黄止血散 6 份，精密称定，1 份作对照用，其余 5 份各加入大黄素对照品适量，混匀，按上述方法提取，进样测定，外标法定量，平均回收率为 99.24%，RSD%1.21%(n＝5)。

3.5　精密度试验：精密吸取同一供试液 5 份，重复进样测定，大黄素峰面积为 $\bar{x}$＝4262.4，RSD＝0.16%(n＝5)。

3.6　重现性试验：取各批号样品 5 份，精密称定，依法测定。大黄素峰面积 $\bar{x}$＝4246.4，RSD＝1.32%(n＝5)。

3.7　稳定性试验：将供试品溶液在室温下静置，每隔 2、4、6、8h 各进样一次，大黄素的峰面积 $\bar{x}$＝4687.6，RSD＝0.42%(n＝5)。

3.8　制剂样品测定：用上述方法测定了 5 个批号样品的大黄素含量，结果见表。

表　样品测定结果(n＝3)

批号	大黄素(%)	$\bar{x}$(%)	RSD%
941001	0.036		
941002	0.038		
941003	0.039	0.0376	3.03
941101	0.037		
941102	0.038		

4　讨论

4.1　本品薄层层析鉴别试验进行了阴性对照，结果表明，检出成分不受样品中其它群药的干扰，专属性强。

4.2　大黄作为制剂中的主药，其来源产地、品种不同，大黄素的含量不同，所以对药材要进行含量测定，以保证药材的质量。本文测定了 5 个不同产地的大黄，确定最低大黄素含量为 0.2%。

4.3　采用本实验方法提取分离大黄中的大黄素为游离型与结合型之和，提取方法具有操作简便，提取率高，杂质少等优点。含量测定方法的回收率，精密度均较高，重现性好，20h 内稳定。

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 detrmining 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士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)士的宁为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　士的宁　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士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_{254}(薄层层析用，青岛海洋化工厂出品)；对照品：士的宁、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