

# 复方苦蛇黄洗剂质量标准

罗美兰, 廖银根, 王文, 丁志军\*  
(江西省皮肤病专科医院, 南昌 330001)

**[摘要]** 目的: 建立复方苦蛇黄洗剂的质量标准。方法: 采用薄层色谱(TLC)法对制剂中的苦参、蛇床子、黄柏进行定性鉴别; 采用高效液相色谱法(HPLC)测定制剂中苦参碱的含量。结果: TLC 显色清晰且阴性对照无干扰, 苦参碱在 0.308 ~ 3.080  $\mu\text{g}$  与峰面积积分值呈良好的线性关系( $r=0.999\ 8$ ), 平均回收率为 99.52%, RSD 0.55%。结论: 所建标准可用于复方苦蛇黄洗剂的质量控制。

**[关键词]** 复方苦蛇黄洗剂; 苦参碱; 薄层色谱; 高效液相色谱

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)13-0131-03

**[doi]** 10.11653/syjf2013130131

## Quality Standard of Fufang Kushehuang Lotion

LUO Mei-lan, LIAO Yin-gen, WANG Wen, DING Zhi-jun\*  
(Dermatology Special Hospital of Jiangxi Province, Nanchang 330001, China)

**[Abstract]** **Objective:** To develop a method for quality control of Fufang Kushehuang Lotion. **Method:** Radix Sophorae Flavescens, Cnidium monnier and Cortex Phellodendri were identified by TLC. HPLC was used for determination of matrine. **Result:** The chromatographic spots were identified without interference of negative control. Matrine had a good linearity within the range of 0.308-3.080  $\mu\text{g}$  ( $r=0.999\ 8$ ) with average recovery of 99.52% (RSD 0.55%). **Conclusion:** This standard is used for quality control of Fufang Kushehuang Lotion.

**[Key words]** Fufang Kushehuang Lotion; matrine; TLC; HPLC

复方苦蛇黄洗剂由苦参、蛇床子、黄柏、地肤子、蜂房、白鲜皮和连翘等 7 味中药组成, 具有清热燥湿、祛风止痒、解毒杀虫之功效, 主要用于风湿热所致疥疮、湿疹、丘疹性荨麻疹、体股癣、夏季皮炎等瘙痒性皮肤病, 疗效确切。为了有效控制该制剂的质量, 保证临床疗效的稳定性, 笔者采用薄层色谱<sup>[1]</sup>法(TLC)对苦参、蛇床子、黄柏进行定性鉴别, 同时采用反相高效液相色谱<sup>[1]</sup>法(RP-HPLC)测定制剂中苦参碱的含量。

### 1 材料

Agilent-1100 型高效液相色谱仪(美国安捷伦公

司), AL204 型电子天平(振源厦门工业有限公司), ZF-2 型三用紫外仪(上海市安亭电子仪器厂)。

苦参碱(批号 110805-200508)、蛇床子素(批号 110822-200506)、盐酸小檗碱(批号 110713-200609)对照品均购自中国药品生物制品检定所; 复方苦蛇黄洗剂(江西省皮肤病专科医院自制, 批号 110901, 110902, 110903), 水为重蒸馏水(自制), 甲醇、乙腈为色谱纯, 其余试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

#### 2.1 TLC 鉴别

**2.1.1 苦参的鉴别** 供试品溶液的制备<sup>[2-3]</sup>: 取本品 10 mL, 用三氯甲烷振摇提取 3 次, 每次 20 mL, 合并三氯甲烷液, 蒸干, 残渣加甲醇 1 mL 使溶解, 作为供试品溶液。

对照品溶液的制备: 取苦参碱对照品, 加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。

阴性对照溶液的制备: 按处方及制法, 制成缺苦参的阴性样品, 取相当于样品的量, 按供试品溶液的

**[收稿日期]** 20120118(008)

**[第一作者]** 罗美兰, 副主任药师, 从事制剂分析工作, Tel: 0791-85210774, E-mail: 1433658399@qq.com

**[通讯作者]** \* 丁志军, 硕士, 工程师/中药师, 从事中药制剂分析工作, Tel: 0791-85221094, E-mail: dzj7880@126.com

制备方法制成阴性对照溶液。

照 TLC 法<sup>[1]</sup> 试验,吸取上述对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液各 5  $\mu\text{L}$ ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液(20:1:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试液。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;阴性对照无干扰。

**2.1.2 蛇床子的鉴别** 供试品溶液的制备:取本品 10 mL,用乙醚提取 3 次,每次 20 mL,合并乙醚提取液,挥干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。

对照品溶液的制备:取蛇床子素对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。

阴性对照溶液的制备:按处方及制法,制成缺蛇床子的阴性样品,取相当于样品的量,按供试品溶液的制备方法制成阴性对照溶液。

照 TLC 法<sup>[1]</sup> 试验,分别吸取上述对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液各 5  $\mu\text{L}$ ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯(9:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视。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荧光斑点;阴性对照无干扰。

**2.1.3 黄柏的鉴别** 供试品溶液的制备:取 2.1.1 项下供试品溶液作为供试品溶液。

对照品溶液的制备:取盐酸小檗碱对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。

阴性对照溶液的制备:按处方及制法,制成缺黄柏的阴性样品,取相当于样品的量,按供试品溶液的制备方法制成阴性对照溶液。

照 TLC 法<sup>[1]</sup> 试验,分别吸取上述阴性对照溶液、供试品溶液、对照品溶液各 5  $\mu\text{L}$ ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正丁醇-水-冰醋酸(7:2:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视。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荧光斑点;阴性对照无干扰。

## 2.2 含量测定

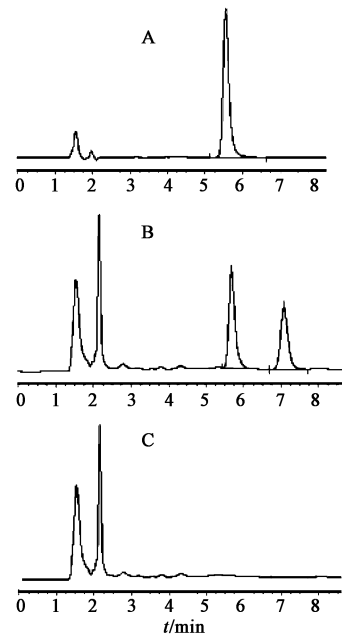
**2.2.1 色谱条件** Diamonsil  $\text{C}_{18}$  反相色谱柱(4.6 mm  $\times$  250 mm, 5  $\mu\text{m}$ ),流动相乙腈-甲醇-磷酸盐缓冲液(pH 6.8)-三乙胺(18:18:70:0.1),流速 1.0 mL  $\cdot$  min<sup>-1</sup>,检测波长 220 nm,进样量 20  $\mu\text{L}$ 。理论塔板数按苦参碱峰计算不低于 4 000。

**2.2.2 对照品溶液的制备** 取苦参碱对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1 mL 中含 154  $\mu\text{g}$  的溶液,摇匀,即得。

**2.2.3 供试品溶液的制备** 精密量取本品 2 mL,加水 20 mL 稀释,用氨试液调节 pH 9 ~ 10,置分液漏斗中,用三氯甲烷提取 4 次,每次 25 mL,合并三氯甲烷提取液,蒸干,残渣加甲醇适量使溶解,转移至 50 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。

**2.2.4 阴性对照溶液的制备** 按处方工艺制备缺苦参的复方苦蛇黄洗剂阴性样品,按 2.2.3 项下方法制备阴性对照溶液。

**2.2.5 专属性考察** 按上述色谱条件,分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液各 20  $\mu\text{L}$  注入液相色谱仪,记录色谱图。结果,供试品在与对照品色谱图相应的位置上有相同的苦参碱峰,而阴性对照无干扰。色谱见图 1。



A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性对照品; 1. 苦参碱

图 1 复方苦蛇黄洗剂高效液相色谱

**2.2.6 线性关系考察** 分别精密吸取上述对照品溶液 1, 3, 5, 7, 10 mL, 置于 10 mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 分别进样 20  $\mu\text{L}$ , 记录色谱图, 测定峰面积。以进样量  $X$  ( $\mu\text{g}$ ) 为横坐标, 峰面积积分值  $Y$  为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程为  $Y = 1.0623 \times 10^6 X + 4.8298 \times 10^3$  ( $r = 0.9998$ )。结果表明苦参碱进样量在 0.308 ~ 3.080  $\mu\text{g}$  与峰面积积分值呈良好的线性关系。

**2.2.7 精密度试验** 取对照品溶液连续进样 6 次, 每次 20  $\mu\text{L}$ , 按上述色谱条件测定。结果苦参碱峰面积的 RSD 1.62%, 表明仪器精密度良好。

**2.2.8 重复性试验** 取同一批样品 6 份, 分别精密量取 2 mL, 按 2.2.3 项下方法制备供试品溶液, 按

上述色谱条件进样测定。结果苦参碱含量的 RSD 1.83%,表明本法的重复性良好。

**2.2.9 稳定性试验** 取同一份供试品溶液,自制备后按含量测定方法分别于 0,2,4,6,8 h 进样测定。结果苦参碱峰面积的 RSD 1.30%,表明供试品溶液自制备后 8 h 内基本稳定。

**2.2.10 加样回收率试验** 取同一批已知含量的样品(批号 110902)0.85 mL,6 份,分别精密加入苦参碱对照品溶液( $2.14 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ )1 mL,按 2.2.3 项下方法制备供试品溶液,按上述色谱条件进样测定。结果见表 1。

表 1 苦参碱的加样回收率试验

No.	样品含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1	1.989 4	2.140 0	4.119 6	99.54		
2	1.989 4	2.140 0	4.109 8	99.08		
3	1.989 4	2.140 0	4.110 5	99.12	99.52	0.55
4	1.989 4	2.140 0	4.107 4	98.97		
5	1.989 4	2.140 0	4.140 1	100.50		
6	1.9894	2.140 0	4.1277	99.92		

**2.2.11 样品测定** 取本品 3 批,按 2.2.3 项下方法制备供试品溶液,按上述色谱条件进样测定,结果苦参碱质量浓度分别为 2.61,2.34,2.30  $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

### 3 讨论

笔者采用 TLC 法对苦参、蛇床子和黄柏进行定性鉴别,结果表明阴性对照无干扰、专属性强,色谱清晰,特征斑点分离良好,可以作为该制剂定性鉴别的指标。笔者还考察了不同色谱条件下<sup>[4-6]</sup>处方中

地肤子、白鲜皮、连翘的 TLC,结果存在阴性干扰,因此未收载其 TLC 鉴别。

在苦参碱的含量测定流动相的选择曾参考文献<sup>[2-3,7-9]</sup>方法,结果苦参碱峰分离度不符合要求,后经试验摸索,改以乙腈-甲醇-磷酸盐缓冲液(pH 6.8)-三乙胺为流动相,供试品色谱中苦参碱峰与其他色谱峰能达到基线分离,保留时间适中,阴性样品无干扰。

### [参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:附录 34,36.
- [2] 伍小燕,唐爱存,谢臻,等. 抑霉洗剂质量标准研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2011,17(18):78.
- [3] 胥爱丽,毕晓黎,张建军,等. 重参胶囊质量标准研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2009,15(12):13.
- [4] 谭晓亮,李瑞海. 白鲜皮洗剂质量标准研究[J]. 中成药,2008,30(6):10018.
- [5] 刘冰,王佳,苗淑杰. 牛黄化毒片的质量标准研究[J]. 天津药学,2011,23(4):5.
- [6] 夏淳,刘志辉,钱芳,等. 银翘丸的薄层色谱鉴别研究[J]. 中国医药导刊,2010,12(10):1822.
- [7] 廖银根,丁志军,罗美兰,等. 正交试验优选荆防止痒颗粒提取工艺[J]. 中国药房,2011,22(39):3673.
- [8] 谭桂莲,秦邦才. 中药苦参提取方法的比较和工艺条件优化[J]. 时珍国医国药,2006,17(1):74.
- [9] 任洁,刘光斌,邹干朋,等. HPLC 测定舒阴洗液中苦参碱的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2010,16(18):76.

[责任编辑 顾雪竹]

## 更正说明

首都医科大学硕士生陈梁在《中国实验方剂学》杂志第 19 卷 12 期 92~94 页发表的研究论文“仿野生与人工栽培防风饮片的色彩色差分析”的通讯作者为“李丽”博士,现将该文的通讯作者更正为“肖永庆”研究员。[通讯作者]\*肖永庆,Tel:010-84040221,E-mail:x.heqi@163.com 特此更正。

中国中医科学院中药研究所 肖永庆 李丽

2013-06-18