

复方珠黄散质量标准研究

柳克浩

济南市食品药品检验检测中心 山东济南 250000

【摘要】目的 建立复方珠黄散质量标准。方法 通过实验进行了血竭、青黛、川贝母、冰片四种组分的 TLC 鉴别。结果 四种组分的薄层色谱斑点清晰，方法专属性、耐用性符合药典要求。结论 该方法准确可靠，适用于复方珠黄散的质量控制。

【关键词】复方珠黄散；薄层色谱法；质量控制

Studies on the quality standard of Compound Zhuhuang Powder

LIU Ke-hao

(Jinan Center for Food and Drug Control, Jinan 250000, China)

Abstract: Objective To establish the quality standard of Compound Zhuhuang Powder. Methods The physical and chemical identification method of calamine in the original standard was removed, and TLC identification of dried blood, indigo, Fritillaria cirrhosa and borneol was added. Results The TLC spots of four components were clear, and the method specificity and durability met the requirements of pharmacopoeia. Conclusion The method is accurate and reliable, which is suitable for the quality control of Compound Zhuhuang Powder.

Keywords: Compound Zhuhuang Powder; TLC; Quality Control

复方珠黄散为济南市中西医结合医院（原莱芜市中医医院）所属制剂室的医院制剂。该方由煅龙骨、青黛、冰片、川贝母、人工牛黄等 16 味中药组成，方中龙骨、煅石膏以助收敛生肌之功；海螵蛸止血敛疮；青黛解毒凉血，与轻粉共具较强的杀虫攻毒之药效；再加入人工牛黄、冰片清热解毒，活血祛瘀，防腐止痛；煅人中白清热降火消痰，《本草正》言其“大治诸湿溃烂，下疳恶疮，生肌长肉，善解热毒”；以珠粉用来和肌长肉；血竭、琥珀、制乳没以活血祛瘀，使局部血行流畅，易于创口愈合。诸药合用，能祛腐生新，活血止痛，解毒敛疮。。适用于疮疡破溃及术后创面未敛者。用于治疗坏死溃疡Ⅲ、Ⅳ期褥疮等疗效明显，且具有镇痛作用^[1]；与烧伤系列宝合用对皮肤无刺激、无变态反应，疗效显著^[2]；治疗肛周脓肿术后创面疗效好于抗生素^[3]；目前未见明显副作用。该制剂的标准仅有人工牛黄的薄层色谱法（TLC）鉴别，达不到控制质量的目的。为了能更好的控制其质量，对该方增加血竭、青黛、川贝母和冰片的薄层色谱法（TLC），步骤和结果如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 GOODSEE-20E 薄层色谱成像系统（上海科哲生化科技有限公司），电子分析天平（METTLER TOLEDO，瑞士），KQ-250DE 型数控超声波清洗器（昆山市超声仪器有限公司）。

1.2 试剂 复方珠黄散（批号 150317、150320、150325，原莱芜市中医医院提供）；靛蓝对照品（批号：110716-200610，中国药品生物制品检定所，下同）；靛玉红对照品（批号：110717-20020420）；胆酸对照品（批号：100078-201415）；去氧胆酸对照品（批号：110724-200207）；贝母素乙对照品（批号：110751-201110）；冰片对照品（批号：110743-200905）；血竭对照药材（批号：120906-201410）；水为娃哈哈纯净水，其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 薄层鉴别

2.1.1 血竭薄层鉴别 取本品 2.5 g，加乙醚 10 mL，密塞，振摇 10 min，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取血竭对照药材 0.1 g，同法制成对照药材溶液。取不含血竭按工艺生产的阴性对照样品 2 g，按供试液方法制成阴性对照溶液。照薄层色谱法试验，吸取三种溶液 10 μ L，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷—甲醇（19:1）为展开剂，展开，取出，晾干。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同的橙色斑点。阴性对照液在相应位置无斑点，结果见图 1。

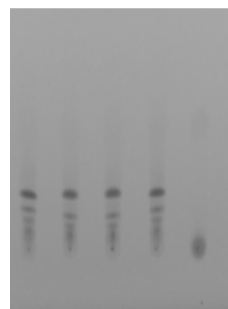


图1 血竭薄层色谱图

1.血竭对照药材；

2~4.供试品；5.阴性对照

2.1.2 青黛薄层鉴别 取本品 1 g，加三氯甲烷 5 mL，充分搅拌，滤过，滤液作为供试品溶液。另取靛蓝对照品、靛玉红对照品，加三氯甲烷制成每 1 mL 含 1 mg 和 0.5 mg 的混合溶液，作为对照品溶液。取不含青黛按工艺生产的阴性对照样品 2 g，按供试液方法制成阴性对照溶液。照薄层色谱法试验，吸取上述三种溶液各 5 μ L，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正己烷—乙酸乙酯（4:1）为展开剂，展开，取出，晾干。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同的蓝色和浅紫红色的斑点。阴性对照液在相应位置无斑点，结果见图 2。

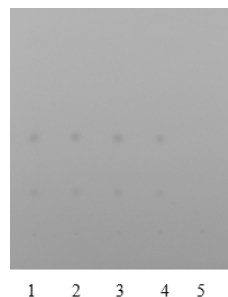


图2 青黛薄层色谱图

1~3.供试品；4.靛蓝、靛玉红

对照品；5.阴性对照

2.1.3 冰片薄层鉴别 取本品 3 g，加石油醚（60~90 $^{\circ}$ C）20 mL，振摇 1 min，滤过，滤液挥散至约 1 mL，作为供试品溶液。另取冰片对照品，

加石油醚(60~90℃)制成每1 mL含2 mg的溶液,作为对照品溶液。取不含冰片按工艺生产的阴性对照样品2 g,按供试液方法制成阴性对照溶液。照薄层色谱法试验,吸取上述三种溶液各2 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-甲苯-乙酸乙酯(6:9:1)为展开剂,展开,展距约12 cm,取出,晾干,喷以2%香草醛硫酸溶液,在100℃加热至斑点显色清晰。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。阴性对照液在相应位置无斑点,结果见图3。

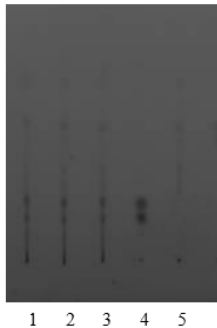


图3 冰片的薄层色谱图

1~3.供试品; 4.冰片对照品;
5.阴性对照

2.1.4 川贝母薄层鉴别 取本品粉末10 g,加浓氨试液10 mL,密塞,浸泡1 h,加二氯甲烷40 mL,超声处理1 h,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇0.5 mL使溶解,作为供试品溶液。另取贝母素乙对照品,分别加甲醇制成每1 mL各含1 mg的溶液,作为对照品溶液。取不含川贝母按工艺生产的阴性对照样品2 g,按供试液方法制成阴性对照溶液。照薄层色谱法试验,吸取供试品溶液、阴性对照溶液5 μL、对照品溶液各2 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液-水(18:2:1:0.1)为展开剂,展开,取出,晾干,依次喷以稀碘化铋钾试液和亚硝酸钠乙醇试液。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。阴性对照液在相应位置无斑点,结果见图4。



图4 川贝母薄层色谱图

1~3.供试品; 4.贝母素乙对照品;
5.阴性对照

2.1.4 人工牛黄薄层鉴别 取本品5 g,加三氯甲烷50 mL,超声处理30 min,滤过,滤液蒸干。残渣加乙醇15 mL使溶解,作为供试品溶液。另取胆酸,去氧胆酸对照品,加乙醇制成每1 mL各含2 mg的混合溶液,作为对照品溶液。取不含人工牛黄按工艺生产的阴性对照样品2 g,按供试液方法制成阴性对照溶液。照薄层色谱法试验,吸取上述三种溶液各4 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以异辛烷-乙酸乙酯-冰醋酸(15:7:5)为展开剂,展开、取出、晾干、喷以10%硫酸-乙醇溶液,105℃加热至斑点显色清晰,置紫外灯(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。阴性对照液在相应位置无斑点,结果见图5。

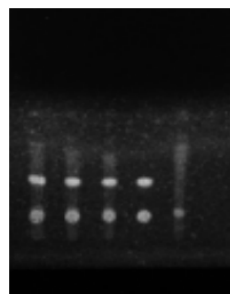
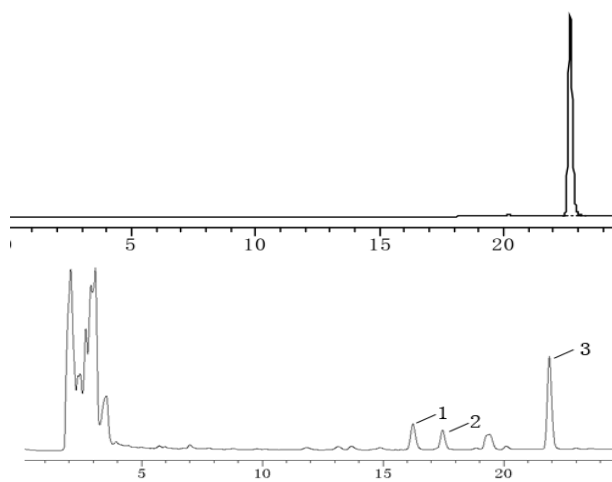


图5 人工牛黄薄层色谱图

1~3.供试品; 4.胆酸、去氧胆酸对照品; 5.阴性对照



3.讨论

3.1 本实验参考药典方法,分别采用薄层色谱法对血竭、冰片、青黛、川贝母、人工牛黄进行鉴别,各方法斑点分离清晰,耐用性考察(不同薄层板)良好。

3.2 实验过程中参考有关文献^[4-6],对血竭、冰片、青黛的展开条件进行试验并最终选择了合适的展开条件。

3.3 本次实验虽然对复方珠黄散进行了多种成分的定性分析,但由于时间原因尚未进行相关成分的定量分析,还需要进行更多的探索研究,进而推动医院制剂质量控制标准的整体提升。

参考文献:

- [1]张玉会,黄翠云,王雪梅.复方珠黄散配合红外线照射治疗坏死溃疡Ⅲ、Ⅳ期褥疮20例[J].中国中西医结合杂志,2002,22(7):558-558.
- [2]刘珂,巩福恒,陈东业.烧伤系列宝加复方珠黄散治疗慢性溃疡60例[J].时珍国医国药,2004,015(012):856-856.
- [3]周娟.运用复方珠黄散治疗肛周脓肿术后创面难愈1则[J].光明中医,2016,31(024):3661-3662.
- [4]谢浩洋,丁关生.克痛药膜中元胡大黄酒黄血竭的薄层色谱研究[J].中华中医药学刊,2012(09):2096-2097.
- [5]申宝忠.治糜灵凝胶剂的薄层色谱鉴别研究[J].现代生物医学进展,2014.
- [6]闫占社,郭瑞,黄麒.口腔溃疡含片中青黛的薄层色谱鉴别方法研究[J].中国现代药物应用,2011,05(17):75-76.