

牛黄解毒片的质量考察

张建超 林 宁(武汉 430064 湖北药检高等专科学校)

牛黄解毒片其配方由牛黄、大黄、黄芩、石膏、桔梗、雄黄、冰片、甘草 8 味药物组成,具有清热解毒功能,主治咽喉肿痛、牙痛、耳痛、口鼻生疮等症。其中牛黄为主药。牛黄中的主要成分为胆酸类,具有清热镇惊作用。为保证药品质量,我们对武汉和山西 2 个厂家的牛黄解毒片中的胆酸进行了含量测定,现报道如下。

1 实验材料

1.1 仪器:CS-930 型双波长薄层色谱扫描仪(日本岛津);DBY-301 自动薄层点样仪(武汉新华分析仪器

厂)。

1.2 药品:胆酸(中国药品生物制品检定所);牛黄解毒片(武汉市武昌区药材公司药店);其它试剂 AR 级。

2 实验方法及结果

2.1 样品液的制备:分别取武汉、山西两厂的牛黄解毒片各 20 片,去糖衣,精密称定,研细,精密称取一半量粉末,加 20ml 醋酸乙酯-醋酸(10:1)置沙氏提取器中,回流提取 3h,提取液定容至 20ml 量瓶中。

2.2 标准液的制备:精密称取胆酸标准品 10.00mg,用醋酸乙酯-醋酸(10:1)混合溶剂溶解于 10ml 量瓶中

(使浓度为 1mg/ml)备用。

2.3 薄层层析分离:点样量:样品 10 μ l;标准品 3 μ l。吸附剂:硅胶 G-0.4%CMC-Na 薄层板(10 $\times$ 20cm)厚度为 0.5mm,110 $^{\circ}$ C 活化 1h。保存干燥器中备用。展开剂:环己烷-乙酸乙酯-冰醋酸-甲醇(5:23:1:1)^[3]。展距 11cm。显色剂:2% 磷钼酸乙醇液,喷雾后在 110 $^{\circ}$ C 烘 5min,在相应位置上可见胆酸的蓝色斑点。

2.4 扫描条件:反射法锯齿扫描。测定波长 $\lambda_s = 650\text{nm}$,参比波长 $\lambda_R = 450\text{nm}$,狭缝 1.25 $\times$ 1.25mm,扫描速度 20mm/min。

2.5 药物浓度与扫描积分值的线性关系:以胆酸标准液于同一薄层板上点样,点样量分别为 1,1.5,2,和 3 μ g。以点样量为横坐标,扫描面积积分值为纵坐标作图。扫描积分值见表 1。

表 1 胆酸标准品积分值

点样量(μ l)	积分值	回归结果
1	23431.75	$Y = 20908.33X + 2740.56$
1.5	33674.98	
2	45633.61	
3	65034.37	

从回归直线来看,胆酸标准品的量在 1~3 μ g 之间线性关系较好($S_x = 3$)。所以,标准品的点样量应以 2 或 3 μ g 为宜,本实验采用 3 μ g,亦即点标准品溶液为 3 μ l。

2.6 精密度测定:①同板精密度:在同一硅胶 G-CMCNa 薄层板上,点 4 个 3 μ l 的胆酸标准品点,展开,显色后扫描,结果见表 2。②异板精密度:在 4 块硅胶 G-CMCNa 薄层板上,分别点 2 μ l 胆酸标准品点,展开,显色后扫描,结果见表 3。

表 2 同板精密度测定

点样量(μ l)	积分值	变异系数(%)
3	67289.53	1.86
3	66287.90	
3	69306.55	
3	67892.37	

表 3 异板精密度测定

点样量(μ l)	积分值	变异系数(%)
2	47522.76	3.69
2	43784.51	
2	45632.93	
2	44278.27	

2.7 加样回收实验:取胆酸 3mg,精密称定,加到自制的缺牛黄的样品中,采用制备样品液方法提取制备供试液,在同一板上点 3 μ l 标准液。按薄层分离项操作,显色后立即扫描,采用外标一点法计算,测得回收率,结果见表 4。

表 4 胆酸回收率测定结果

胆酸加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	均值 (%)	变异系数 (%)
3.02	2.90	96.03	97.84	2.88
2.96	2.88	97.30		
3.05	2.93	96.07		
3.04	3.10	101.97		

2.8 样品测定:按上述条件分别测定武汉和山西两厂家的牛黄解毒片中胆酸的含量,样品薄层层析后扫描图谱,结果见表 5。

表 5 牛黄解毒片中的胆酸含量

厂 家	测定次数	称样量 (g)	胆酸含量 (mg/片)	平均含量 (mg/片)	Sx
武汉	1	2.01	0.23	0.05	
	2	2.08	0.18		
	3	1.94	0.30		
	4	2.12	0.24		
	5	2.04	0.28		
山西	1	2.15	0.62	0.06	
	2	1.86	0.49		
	3	1.95	0.60		
	4	2.09	0.63		
	5	1.92	0.57		

3 讨 论

3.1 薄层层析展开后,进行喷磷钼酸乙醇液显色时,要求显色充分,均匀。喷雾时,应使薄层板呈均匀的半透明状。否则,将会使测定结果产生较大误差。

3.2 薄层板层析展开,喷雾显色烘干后应在冷却后 3h 内进行扫描测定,3h 后吸收变值变化较大。

3.3 山西厂牛黄解毒片中胆酸的含量在 0.52~0.64 mg/片之间,属于正常范围,而武汉厂牛黄解毒片中胆酸含量在 0.20~0.25mg/片之间,胆酸含量比较低。

收稿日期:1998-04-24