

蒙成药六味安消散的质量分析

辽宁阜新蒙药有限责任公司(阜新 123100) 吴桂梅

关键词:六味安消散;质量分析;蒙成药

中图分类号:R291.2 文献标识码:B

文章编号:1006-6810(2008)09-0027-02

蒙成药六味安消散其主方由藏木香、大黄、山奈、北寒水石、诃子、碱花等6味蒙药材组成,具有和胃健脾、导滞消积、活血止痛之功效。主要用于脾胃不和、积滞内停所致的胃痛胀满、消化不良、便秘、痛经等症。在临床上应用广泛。为了完善蒙成药六味安消散质量标准、使其规范化达到国家标准的要求,我们对该品种的鉴定项和含量测定进行了实验研究,现将方法及结果报告如下。

1 实验材料

样品:系阜新蒙药有限责任公司提供、3批成品分别为20050501、20050502、20050503样品数分计30粒/板*2板/盒,原料从亳州天奇药业购进,经检验定为正品,对照药材及对照品由辽宁省药品检验所提供。

2 薄层层析

2.1 供试品制备:称取1.5g,加甲醇25ml,超声处理10分钟,滤过,滤液浓缩至2ml,作为供试品溶液。

2.2 对照药材溶液的制备:另取对照甲氧基肉桂酸乙酯对照品,加甲醇制成每1ml含5mg的溶液,作为对照品溶液。

2.3 层析条件:照薄层色谱法(中国药典2000年版一部附录VIB)试验,吸取上述两种溶液各5 μ l,分别点于同一硅胶GF254薄层板上,以正己烷-乙酸乙酯(18:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。

2.4 结果:供试品色谱中,在与对照品色谱相应位置上,显相同颜色的斑点。

2.5 供试品制备:研成细粉,称取2.5g,加甲醇20ml,浸渍1小时,滤过,取滤液5ml,水浴蒸干,残渣加水10ml,超声使溶解,再加盐酸1ml,置水浴中加热回流30分钟,流水冷却,用乙醚振摇提取2次,每次20ml,合并乙醚液,蒸干,残渣加三氯甲烷1ml使溶解,作为供试品溶液。

2.6 对照药材溶液的制备:另取大黄对照药材0.1g,同法制成对照药材溶液。再取大黄素和大黄酚对照品,加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液,作为对照品溶液。

2.7 层析条件:照薄层色谱法(中国药典2000年版一部附录VIB)试验,吸取上述3种溶液各5~10 μ l,分别点于同一以0.4%羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶H薄层板上,以石油醚-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。

2.8 结果:供试品色谱中,在与对照药材色谱相应位置上,显相同的5个橙黄色荧光主斑点;在与对照品色谱相应位置上,显相同的橙黄色荧光主斑点;置氨蒸气中熏后,日光下检视,斑点变为红色。

通过薄层层析该斑点清晰、集中、无干扰、经空白对照液试验,认为从定性角度看,完全可以控制该药真伪。

3 含量测定

3.1 照高效液相色谱法(中国药典2000年版一部附录VID)测定。

3.2 色谱条件与系统适用性试验:以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.1%磷酸(85:15)为流动相;检测波长254nm;理论板数按大黄素峰计算应不低于2000。

3.3 对照品溶液的制备:取大黄素和大黄酚对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含大黄素5 μ g、大黄酚20 μ g的溶液,摇匀,即得。

3.4 供试品溶液的制备:取适量差异项下本品,研成细粉,取约0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇25ml,称定重量,加热回流30分钟,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,置锥形瓶中,挥去甲醇,加2.5mol/L硫酸溶液10ml,超声处理5分钟,加三氯甲烷10ml,加热回流1小时,冷却,移至分液漏斗中,用少量三氯甲烷洗涤容器,并入分液漏斗中,分取三氯甲烷液,酸液用三氯甲烷再提取2次,每次8ml,合并三氯甲烷液,以无水硫酸钠脱水,回收溶剂至干,精密加入甲醇10ml,称定重量,超声处理2~3分钟使溶解,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

3.5 测定法:精密吸取对照品溶液5~10 μ l和供试品溶液10 μ l,分别注入液相色谱仪中,测定,即得。本品每10粒含大黄以大黄素($C_{15}H_{10}O_5$)和大黄酚($C_{15}H_{10}O_4$)的合量计,不得少于2mg。

4 小结

本制剂由藏木香、大黄、山奈、北寒水石、诃子、碱花等6味蒙药材组成的复方制剂,同时为粉末入药,具有和胃健脾、导滞消积、活血止痛之功效。主要用于脾胃不和、积滞内停所致的胃痛胀满、消化不良、便秘、痛经等症。2000

年版中国药典一部项下,采用 HPLC 法,以大黄素和大黄酚为对照品,对大黄药材进行了含量测定,其余药材未含量测定。因此本质量标准研究选大黄素和大黄酚为对照品,对成品质量进行控制。

根据上述情况,采用 HPLC 法,以成品中大黄素和大黄酚含量作为质量控制指标。采用试验含量测定方法下

的色谱条件测定成品中大黄素和大黄酚含量。色谱分离良好,且阴性对照液未见干扰,经方法学考查,重现性,精密度,回收率,稳定性试验均符合规定。

2008年3月9日收稿

火硝制蜗牛的质量标准研究

内蒙古医学院呼和浩特(010010) 庞秀生 郭 艾

摘要:目的:对蒙药火硝制蜗牛炮制品进行质量标准研究。方法:参照《中国药典》2005 版一部附录中有关项目规定的方法,对蜗牛炮制品的水分、灰分、浸出物的含量进行了测定,对其钙离子、重金属、砷盐进行检查。结果:经实验研究,取得了上述各项的客观数据。结论:火硝制蜗牛的总灰分限量为 57.5%,酸不溶性灰分限量为 26.2%;重金属限量为 20%;砷盐限量为 4%,为制订其质量标准提供了依据。

关键词:蜗牛;火硝制蜗牛;质量标准

中图分类号:R291.2 文献标识码:A

文章编号:1006-6810(2008)09-0028-01

蜗牛来源于蜗牛科动物同型巴蜗牛 *Bradybaena similis* Ferussde 及其同科近缘种的全体或壳。蒙药名 布热一浩如海。具有消肿,利水,杀虫,清瘟疫的功能。蒙医用来治疗水肿,肾热,膀胱热,尿闭,尿路结石,协日疫,协日乌素疮,肠虫病等病^[1]。习惯用火硝煮制以增强其利尿作用。

1 实验材料

蜗牛壳(江西产)购于内蒙古天力药业有限责任公司。

2.1 实验方法与结果:性状 火硝煮制蜗牛 贝壳螺状类圆形,直径 8~15mm,高 5~10mm。表面淡黄褐色至淡灰色,无光泽。右旋螺层 5~6 层,外层增大,有放射状纹理。周边有两条褐色色带,背面有一脐孔,直径 1~2mm,可见半月形壳口,质坚硬,气微,味淡。

2.2 鉴别:(1)用盐酸润湿铂丝,蘸取少许蜗牛粉末,在无色火焰上灼烧,呈现砖红色火焰。(2)去供试品蜗牛溶液 5%,加甲基红指示剂 2 滴,用氨试液中和,再加盐酸至恰至酸性。加草酸氨试液即生成白色沉淀,分离,沉淀不溶于醋酸,但可溶于稀盐酸。

2.3 检查

2.3.1 水分:对 3 批炮制品的水分含量测定(参照《中国药典》2005 年版一部附录 IX H,烘干法),结果均大大低于一般炮制品水分含量的要求。测试结果如下:火硝制蜗牛 070121、070122、070123 3 批测得水分含量均值分别为 1.58%、1.72%、1.44%。

2.3.2 灰分测定:经对 3 批样品的总灰分和酸不溶性灰分的测定,结果均较高,取其高限定为:总灰分限量为 57.5%,酸不溶性灰分限量为 26.2%。测试结果如下:火硝制

蜗牛 070121、070122、070123 3 批测得总灰分均值分别为 57.41%、57.08%、57.30%,酸不溶性灰分均值分别为 26.16%、24.93%、25.72%。

2.3.3 重金属:参照《中国药典》2005 年版一部附录 IX E 第二法进行试验,结果,3 批样品 1、2、3 号较标准铅液(1mL 相当于 10 μ g 铅)颜色略深外,4~9 号均较标准铅液的颜色浅,所以重金属限量定为 20%。

2.3.4 砷盐:参照《中国药典》2005 年版一部附录 IX F 进行检查,结果,3 批试样 1~6 号的砷斑均较标准砷斑色深,7~9 号砷斑均较标准砷斑色浅,所以将砷盐限量定为 4%。

2.4 浸出物:参照《中国药典》2005 年版一部附录 XA 热浸法对 3 个批号的火硝之蜗牛进行浸出物的含量测定,因其浸出物含量较低,可不做限定。实验结果如下:火硝制蜗牛 070121、070122、070123 3 批测得浸出物含量均值分别为 0.85%、1.24%、0.70%。

3 讨论

3.1 蜗牛在炮制前须将其壳内泥沙洗净,否则会使其酸不溶性灰分、重金属、砷盐含量提高,影响其质量。

3.2 从实验结果可以看出,蜗牛的总灰分和酸不溶性灰分值均偏高,这可能与其含有大量的无机物有关,其中,酸不溶性灰分偏高也与其净制不彻底而带入砂石(螺壳内沉积的不易去除,粉碎时又不易分离)有直接关系。

参考文献

[1] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草·蒙药卷[M]. 上海:上海科学技术出版社,454.

2008年3月9日收稿