

红卫蛇药片质量标准的研究

景德镇市药品检验所(333000) 张瑜华*
景德镇市第三人民医院 饶筱荣

红卫蛇药片由黄药子、八角莲、重楼煎煮提取、浓缩至干浸膏,加雄黄粉制成的糖衣片,此方收载于《江西省药品标准》(1982年)。功效为清热解毒、消肿止痛、凉血散瘀,用于蝮蛇、五步蛇、竹叶青蛇、眼镜蛇、银环蛇等毒蛇及毒虫咬伤。原标准质控指标仅二项定性反应,且专属性不强,我们对其质量标准进行了探讨。

1 实验材料

1.1 试剂:所用试剂均为分析纯;硅胶G,薄层层析用,青岛海洋化工厂。

1.2 对照药材:黄药子、重楼、八角莲、雄黄购于景德镇市医药公司,经景德镇市药品检验所中药室鉴定。

1.3 样品:由江西余江制药厂提供。

2 定性分析

2.1 颜色反应

2.1.1 取本品10片,去糖衣,研细,加乙醇20 mL,回流提取30 min,滤过,取滤液1~2滴加到1 mL 1 mol/L 盐酸羟胺的甲醇液中,将混合物加热至刚好沸腾,冷却,加入1滴10%三氯化铁溶液,即显紫红色(系黄药子内酯成分的鉴别试验)。

2.1.2 取上述滤液1 mL,加镁粉少量与盐酸2~3滴于沸水浴中加热,即显樱红色(系八角莲中黄酮类成分鉴别试验)。

取本品1片,去糖衣,研细,加水湿润后,加氯酸钾饱和硝酸溶液2 mL,溶解后,加10%氯化钡溶液,生成大量白色沉淀,此沉淀不溶于水(系雄黄中S的鉴别试验)。

2.2 薄层色谱

2.2.1 黄药子的鉴别:取样品5片,去糖衣,研细,加乙醇30 mL,在水浴上回流提取2 h,滤过,滤液浓缩至适量,作为供试品溶液;另取黄药子粗粉5 g,加乙醇30 mL,同样品液制备方法制成药材对照液,照《中国药典》1995年版附录VIB薄层色谱法试验。取上述两溶液各10 mL,分别点样于同一硅胶G-CMC

薄层板上,以乙酸乙酯-无水乙醇-环己烷(20:1.5:1)为展开剂,上行展开,取出晾干,喷以对二甲氨基苯甲醛试验,于110℃烘烤10 min,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(图1)。

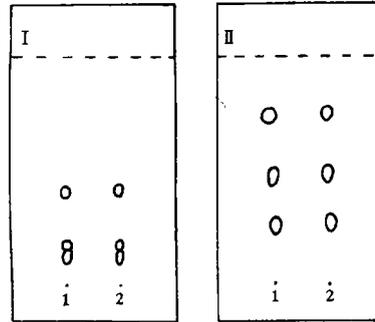


图1 薄层图

I-黄药子 II-重楼 1-供试 2-对照

2.2.2 重楼的鉴别:取样品5片,去糖衣,研细,加80%乙醇30 mL回流提取2 h,滤过,滤液蒸去乙醇后,用2 mol/L盐酸回流水解2 h,水解液用石油醚(30~60℃)提取3次,石油醚合并,用水洗涤1次,石油醚液蒸干,加氯仿1 mL作为供试品溶液。另取重楼粗粉0.5 g,研细,同供试品液相同制备方法制成药材对照液。吸取上述两种溶液各10 μL,分别点样于同一硅胶G薄层板上,以氯仿-甲醇(95:5)为展开剂,上行展开,喷以5%磷钼酸乙醇液,在110℃烘烤10 min,供试品色谱中在与对照品色谱相应位置上显相同颜色斑点,见图1。

3 三氧化二砷限量检查

3.1 样品的测定:取样品20片,精密称定,研细,精密称取适量(15片重),加稀盐酸20 mL,不断搅拌30 min,滤过。残渣用稀盐酸洗涤2次,每次10 mL,搅拌10 min,洗液与滤液合并,置500 mL量瓶中,加水至刻度,摇匀,精密量取10 mL,置100 mL量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,精密量取2 mL,加盐酸5 mL与水21 mL,照《中国药典》1995年版附录IXF-

* 张瑜华 男,1984年毕业于江西中医学院药理学系,学士。现任景德镇市药品检验所中药室主任,主管药师。主要从事中药材及中成药的药物分析及标准制订,先后在各级杂志发表论文近20篇,参与编写《江西省中药材标准》一部。

砷盐检查法检查,所显砷斑点颜色不得深于标准砷斑点。

3.2 抗干扰实验:取雄黄 66 g,加辅料适量制成 1000 片,照样品测定方法测定,结果两者砷斑颜色深浅一致,说明黄药子、重楼、八角莲对三氧化二砷测定无干扰。另取本品 40 片,分为 2 份,每份 20 片,一份不去糖衣,同样品测定方法操作,另一份去糖衣(注意不要损耗片心),精密称定,研细,精密称取适量(15 片重),同上法操作,结果两者砷斑颜色深浅一致,说明糖衣无干扰。为便于操作,故不去糖衣。

4 讨论

4.1 本文中颜色反应专属性强,其它药材及空白试验呈负反应。

4.2 薄层色谱检查黄药子、重楼,方法简便,结果明显。

4.3 由于雄黄中游离三氧化二砷的存在,必须严格控制,故制订了三氧化二砷限量检查,方法可靠,可作质控重要指标之一。

(1997-03-14 收稿)

脑乐饮中松叶的薄层色谱鉴别

广西药品检验所(南宁 530021) 谢 东

松叶为松科植物马尾松 *Pinus massoniana* Lamb. 的鲜叶或干燥叶,具有祛风通络,养肝明目,燥湿止痒的功效,常用于治疗流行性感胃,慢性支气管炎,风湿关节痛,腰痛脚弱,头风头痛,跌打肿痛,夜盲症,失眠,高血压病等,是脑乐饮的主要成分之一。查阅目前文献中,未见松叶的薄层色谱鉴别,为了对脑乐饮进行有效的质量监督,我们在工作中反复试验,建立了一种良好的薄层色谱条件,能有效检出脑乐饮中的松叶,取得了满意的效果。

1 仪器与试药

1.1 三用紫外线分析仪,939 型薄层制板器,定量毛细管,硅胶 G(青岛海洋化工厂),所用试剂均为分析纯;脑乐饮:由广西医科大学制药厂提供,松叶对照药材:由广西药品检验所提供。

2 实验方法及结果

2.1 松叶对照药材溶液的制备:取松叶对照药材 1.5 g,剪成小段,加水煎煮 1 h,滤过,滤液浓缩至约 30 mL,加氯仿-丙酮(1:1)混合溶液 30 mL 振摇提取,分取氯仿-丙酮混合溶液,过滤,滤液蒸干,残渣加无水乙醇 1 mL 使溶解,作为对照药材溶液。

2.2 阴性对照溶液的制备:按处方量,取去除松叶的其余药材,照脑乐饮制法同法制备缺松叶的阴性对照溶液。

2.3 供试品溶液的制备:取脑乐饮 30 mL,加氯仿-丙酮(1:1)混合溶液 30 mL,照对照药材制法同法

制得供试品溶液。

2.4 薄层色谱条件及结果:按《中国药典》1995 年版一部附录 VIB 试验。吸取上述 3 种溶液各 10 μ L,分别点于同一含 1% 氢氧化钠溶液为粘合剂的硅胶 G 薄层板上,以氯仿-醋酸乙酯-甲醇(10:5:1)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,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,阴性对照无干扰(图 1)。

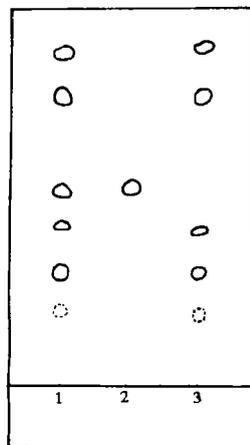


图 1 薄层图

1-脑乐饮样品 2-松叶对照药材
3-阴性对照(缺松叶)

(1997-05-07 收稿)