

氨水,再置索氏提取器中,以氯仿提取总生物碱 6 h 至提取液无色,回收氯仿至少量,用 10 mL 左右氯仿洗涤并转移至 300 mL 分液漏斗中,以 0.5% 硫酸溶液(10、10、5 mL)分 3 次萃取,取酸液用浓氨水碱化至 pH=9~10,再以氯仿(10、10、5 mL)分 3 次提取,将氯仿层浓缩至干,以流动相移至 10 mL 容量瓶并稀释至刻度,摇匀,进样,色谱条件同前,计算结果见表 1。

表 1 样品测定结果(n=6)(%)

地区	阿托品含量	RSD	东莨菪碱含量	RSD	山莨菪碱含量	RSD
山西	0.0507	1.8	0.0603	2.9	0.0203	2.9
河北	0.0756	1.1	0.0215	2.7	0.1040	1.3
宁波	0.0414	2.3	0.0371	1.6	0.0286	2.4
辽宁	0.0771	2.0	0.0293	2.1	0.0251	1.8
内蒙	0.0533	2.6	0.0296	2.5	0.0455	2.4

## 5 回收率实验

照样品测定项,精密称取 8 份相同量样品,其中 4 份加入标准品贮备液 1、2、3 适量。照样品提取制备成回收溶液,测定加样回收率(n=4),得平均回收率分别为:山莨菪碱 98.18%,RSD=0.56%;东莨菪碱 100.4%,RSD=1.2%;阿托品 101.5%,RSD=0.40%。

## 6 讨论

6.1 在确定样品处理方法时,所筛选的提取方法提取率高,杂质少,不仅适用于薄层板点样要求,也适用于紫外光谱测定及色谱法进

样要求。说明提取的样品纯净,操作方法可行。

6.2 在 TLC、HPLC 检测过程中,重点对莨菪烷类生物碱,即:山莨菪碱、东莨菪碱、阿托品的分离条件进行了反复优化,无论在薄层硅胶板上或 YWG-C<sub>18</sub> 柱上都能获得满意的分离效果。解决了天仙子中 3 种有效成分分离与测定的难题。为莨菪类样品定量测定开辟了一个新途径。

6.3 样品测定结果还发现,不同产地的样品其内在质量相差很大。尤其东莨菪碱的含量差异很大;且阿托品与东莨菪碱含量比例也不一致,山西产地含量最高,浙江产地含量最低,此结果为临床安全用药,防止药品不良反应的发生提供了重要的参考依据。

### 参考文献

- 1 中华人民共和国药典.一部.1995:40
  - 2 江苏新医学院主编.中药大辞典.上海:上海科学技术出版社,1979:322
  - 3 李惠芬,等.中草药,1993,24(8):409
  - 4 李惠芬,等.生物医药色谱新进展,1994,2:374
  - 5 李惠芬,等.第二回中薬品分析技術セミナー.1994:130
  - 6 Toshiyuki O, et al. Chem Pharm Bull,1989,37(9):2456
  - 7 Broun ND, et al. J Chromatogr,1978,150(1):225
- (1998-10-03 收稿)

# 保胎丸的质量控制

天津中医学院(300193) 宋新波\* 张丽娟 李锦  
天津中医研究所 郭俊华

摘要 对保胎丸主要组成药味进行显微及薄层鉴定,为产品的质量控制在提供依据。

关键词 保胎丸 显微鉴定 薄层色谱 质量控制

保胎丸由天津达仁堂制药厂生产,为传统中成药大蜜丸。主要成分有:当归、川贝母、

白术、川芎、荆芥穗、甘草、厚朴、白芍、枳壳、地黄、菟丝子、黄芪、黄芩、砂仁、羌活等。具助

\* Address: Song Xinbo, Tianjin College of Traditional Chinese Medicine, Tianjin

气、养血、安胎、和胃之功效,主治孕妇气血两亏,屡经小产,胎动不安,腰酸腿痛,四肢酸懒,心跳气短,咳嗽头昏,呕吐恶心,不思饮食等症。因成分复杂,测定困难目前尚无质量检测标准。笔者对保胎丸进行显微鉴定,检出其主要组成药物 15 种,避开交叉,排除干扰,描述各药具鉴别价值的显微特征,并绘制墨线图。同时进行薄层层析,检出其中的白芍和黄芩,与显微鉴定结论吻合,为保胎丸质量控制提供参考。

## 1 显微鉴定<sup>[1]</sup>

- ①当归:梯纹导管:直径约 62  $\mu\text{m}$ 。
- ②川贝母:淀粉粒圆三角形、三角状卵形,直径约 47  $\mu\text{m}$ ,脐点点状,可见层纹。
- ③白术:石细胞,黄色,类长方形,直径约 42  $\mu\text{m}$ ,长约 73  $\mu\text{m}$ ,孔沟明显,层纹清晰,壁厚,胞腔小。
- ④川芎:木栓细胞:黄色,类长方形,壁薄,微波状弯曲。
- ⑤荆芥穗:a)非腺毛:壁稍厚,上部细胞具疣状突起,长约 286  $\mu\text{m}$ ,直径 14~27  $\mu\text{m}$ ; b)果皮石细胞:黄色,类多角形,垂周壁深波状弯曲,孔沟稀疏,直径 28~55  $\mu\text{m}$ 。
- ⑥甘草:晶鞘纤维:碎片纤维淡黄色,壁极厚,孔沟不明显,胞腔裂缝状,围绕有含晶细胞。
- ⑦厚朴:a)纤维:黄色,长而多碎断,壁极厚,边缘锯齿状,直径约 13~23  $\mu\text{m}$ 。 b)油细胞:类圆形或卵圆形,胞腔内充满红棕色油状物,直径 14~28  $\mu\text{m}$ 。
- ⑧白芍:含糊化淀粉粒薄壁细胞,无色,类长方形,直径 38~103  $\mu\text{m}$ 。
- ⑨枳壳:中果皮薄壁组织:黄白色,类长方形,壁不均匀增厚,厚约 10  $\mu\text{m}$ ,直径 22~45  $\mu\text{m}$ 。
- ⑩地黄:分泌细胞:壁稍厚,充满分泌物,并含黄色油滴。
- ⑪菟丝子:a)种皮栅状细胞:连成片,长条形,壁较厚,直径约 8  $\mu\text{m}$ ,长约 50  $\mu\text{m}$ ; b)种皮表皮细胞:类长方形,壁稍增厚,直径 8

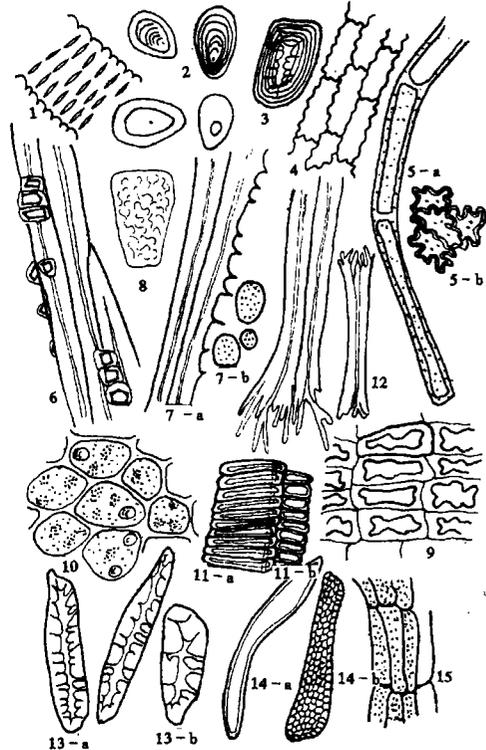
~17  $\mu\text{m}$ 。

⑫黄芪:纤维:多成束,淡黄色,壁极厚,胞腔裂缝状,断端帚状,直径约 21  $\mu\text{m}$ 。

⑬黄芩:a)韧皮纤维:淡黄色,梭形,壁极厚,胞腔窄,孔沟明显,直径 17~21  $\mu\text{m}$ ,长 97~114  $\mu\text{m}$ ; b)石细胞:淡黄色,类长方形,壁厚,胞腔窄,孔沟较深且宽,直径 24~66  $\mu\text{m}$ 。

⑭砂仁:a)种皮表皮细胞:鲜黄色,长条形,末端渐尖,壁稍厚,直径 10~17  $\mu\text{m}$ ,长 131  $\mu\text{m}$ ; b)外胚乳薄壁细胞:充满众多小淀粉粒集结而成的淀粉团,直径 28~145  $\mu\text{m}$ 。

⑮羌活:分泌道碎片:分泌细胞类长方形,壁稍厚,内含黄色分泌物。见图 1。



1-当归梯纹导管 2-川贝母淀粉粒 3-白术石细胞 4-川芎木栓细胞 5-a-荆芥穗非腺毛 5-b-荆芥穗果皮石细胞 6-甘草晶鞘纤维 7-a-厚朴纤维 7-b-厚朴油细胞 8-白芍含糊化淀粉粒薄壁细胞 9-枳壳中果皮薄壁组织 10-地黄分泌细胞 11-a-菟丝子种皮栅状细胞 11-b-种皮表皮细胞 12-黄芪纤维 13-a-黄芪韧皮纤维 13-b 石细胞 14-a-砂仁种皮表皮细胞 14-b 外胚乳薄壁细胞 15-羌活分泌道碎片

图 1 保胎丸显微特征图

## 2 薄层色谱鉴别<sup>[2]</sup>

2.1 当归:样品液:取保胎丸 18 g,剪碎,加硅藻土 15 g,研匀,加乙醚 100 mL,振摇提取

1 h, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加无水乙醇 1 mL 溶解, 即得。阴性对照液: 按处方量自制缺当归药材的成药 18 g, 与样品平行操作, 同法制备。当归药材对照液: 取当归药材 1 g, 粉碎, 加乙醚 10 mL, 振摇提取 1 h, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加无水乙醇 1 mL 溶解, 即得。

吸取样品液、阴性对照液、当归药材对照液各 1  $\mu$ L, 分别点于同一硅胶 G-CMC 薄层板上, 以正己烷-醋酸乙酯(9:1)为展开剂, 展开, 展距 12 cm, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视。结果显示: 在样品色谱中, 与对照药材色谱相应的位置上, 有一相同的亮蓝绿色荧光斑点, 而阴性对照色谱则无。见图 2A。

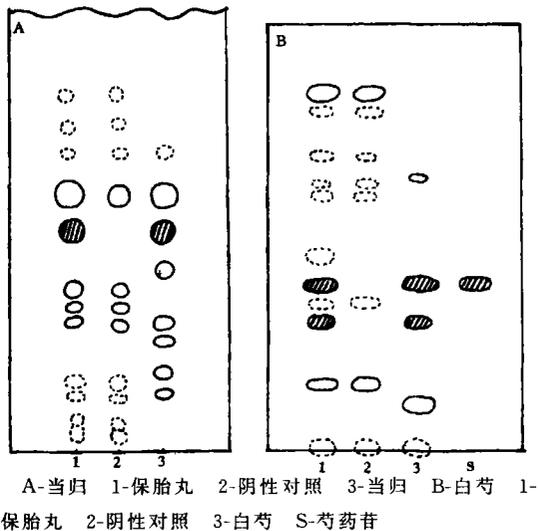


图 2 薄层色谱图

2.2 白芍: 样品液: 取保胎丸 18 g, 剪碎, 加硅藻土 12 g, 研匀, 加乙醇 80 mL, 超声 20 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加 20 mL 水溶解, 用水饱和的正丁醇提取 3 次, 每次 20 mL, 合并正丁醇提取液, 用水洗涤 3 次, 每次 15 mL, 弃去水液, 正丁醇液蒸干, 残渣加乙醇 1 mL 溶解, 即得。阴性对照液: 按处方量自制不含白芍药材的成药 18 g, 与样品平行操作, 同法制备。白芍药材对照液: 取白芍对照药材 1 g, 粉碎, 加乙醇 10 mL, 其余与样品平行操作, 同法制备。芍药苷对照液: 取芍药苷标准品 2 mg, 加乙醇 1 mL 溶解, 即得。

吸取样品液、阴性对照液、白芍药材对照液、芍药苷对照液各 2  $\mu$ L, 分别点于同一硅胶 G-CMC 薄层板上, 以氯仿-醋酸乙酯-甲醇-甲酸(40:5:10:0.2)为展开剂, 展开, 展距 8.5 cm, 取出、晾干, 喷以 5% 香草醛硫酸溶液, 热风吹至斑点显色清晰。结果显示: 在样品色谱中, 与白芍药材色谱及芍药苷色谱相应的位置上, 有一相同的蓝紫色斑点, 而阴性对照色谱则无。见图 2B。

致谢: 天津药物研究院陈永献、马素珍老师给予帮助。

#### 参考文献

- 徐国钧, 等. 中药材粉末鉴定. 北京: 人民卫生出版社, 1986
- 中华人民共和国药典. 一部. 广州: 广东科技出版社, 1995: 571, 366

(1998-08-13 收稿)

(上接第 174 页)

酸(1.89%), 异缬草酸(1.74%), 千叶蓍内酯(1.74%), 龙脑乙酸酯(1.38%), 为占总量的比例数字。这些含量高的或较高的占挥发油总量的 59.91%, 在所鉴定的成分中, 脂肪族化合物有 34 种, 占总数的 47.22%, 其中脂肪酸 6 种, 占脂肪族化合物总数的 8.33%, 芳香族化合物占 6 种, 占总数的 8.33%, 萜类化合物 16 种, 占总数的 22.22%, 其它类型化合物占 10 种, 占总数的 13.88%。

3.3 分析结果表明, 在已鉴定出的成分中, 以脂肪族化合物为主, 萜类化合物虽少但占挥发油总量的 59.91%。这与文献<sup>[1]</sup>认为萜类化合物可作为洋蓍草

中挥发油化学成分主要特征相一致(一般植物中挥发油成分主要以脂肪族化合物的含量为主)。与其它种类不同的是萜, 萜类化合物在洋蓍草中挥发油含量高达 59.91% 而在其它种类的化合物中却未检测到。萜类<sup>[1]</sup>化合物具有止血、消肿、抗炎、健胃、清热解毒、降低血压、止痛调经、发汗、强壮、收敛等疗效, 而萜的含量高低是鉴别洋蓍草品质优良的重因素。

#### 参考文献

- 江苏新医学院编. 中药大辞典. 下册. 上海: 上海人民出版社, 1975: 1722, 723
- 肖崇厚编. 中药提取鉴定原理. 上海: 上海科技出版社, 1975: 82

(1998-09-18 收稿)