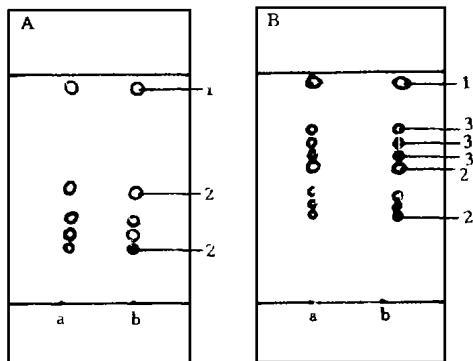


4.2 TLC鉴别: 分别取上述两种浸液浓缩后, 点于 CMC-Na(0.5%) 硅胶 H板上, 以氯仿-乙酸乙酯-乙醇(12: 1: 0.5) 和石油醚-氯仿-乙醇(5: 8: 1) 为展开剂, 展距分别为 12和 11.5 cm, 取出凉干, 在紫外灯(365 nm)下观察, 结果见图 4



A展开剂: 氯仿-乙酸乙酯-乙醇(12: 1: 0.5)

B展开剂: 石油醚-氯仿-乙醇(5: 8: 1)

a-乙醇浸液 b-氯仿浸液

1-亮蓝色 2-黄色 3-浅蓝色 其余斑点均为粉红色

图 4 香青藤的薄层层析图

5 讨论

5.1 上述实验表明, 香青藤的性状, 显微, 理化特征, 对其生药学鉴别有实际意义。

5.2 在性状和显微鉴别中, 以茎横切面和粉末特征的鉴别意义较大, 横切面的韧皮纤维束与韧皮细胞的排列及分布, 性状中茎有厚木栓层及具龟裂纹, 切面浅棕色及放射状排列的小孔鉴别特征明显。

5.3 在理化鉴别中, 光谱测定可作为鉴别的辅助手段

致谢: 本实验材料承蒙广西药品检验所黄燮才教授鉴定。

参考文献

- 1 洪庚辛, 等. 中草药, 1983, 14(10): 21
- 2 广西医药研究所. 中草药通讯, 1971, 7(1): 37
- 3 黄燮才. 广西植物, 1980, (3-4): 28
- 4 黄燮才. 广西植物, 1985, 5(1): 17
- 5 广西卫生厅. 广西本草选编. 下册. 南宁: 广西人民出版社, 1974 1392, 1394

(1999-05-20收稿)

市售蒲黄的质量考察

广西梧州市药检所(543000) 饶伟文*

摘要 用显微和理化方法考察了 12批市售蒲黄的质量, 针对其存在问题, 指出现版中国药典蒲黄质量标准的不足并提出修订建议。

关键词 蒲黄 鉴别 质量考察

蒲黄为常用中药^[1], 近年来由于药源紧缺, 掺杂作假现象时有发生, 笔者近年检验了 12批蒲黄, 发现质量问题严重, 现报道如下。

1 实验仪器、材料

岛津 UV-265 FW 自动记录分光光度计, 实验用乙醇等试剂为分析纯。12批蒲黄均系广西贺州地区药检所和梧州市药检所 1998年度检品。

2 性状

正品蒲黄为黄色细粉, 手捻滑腻感强, 易附着于手指(表 1~ 3号样品)。草蒲黄系带花丝、花药的粗蒲黄(4~ 5号样), 外观粗糙; 用草蒲黄粉碎冒充蒲黄者色泽较淡, 滑腻感不强(6号样品), 用矿物质粉

掺伪者质重, 易沉入水中(7~ 10号样品)

3 显微鉴别

正品蒲黄在显微镜下观察绝大部分为类球形、卵形或钝三角形花粉粒, 花丝、药隔组织碎片少见。用草蒲黄粉碎后冒充蒲黄者则以花丝、药隔组织为主, 花粉粒占少数; 用矿物质、淀粉及其它植物组织混充者, 在显微镜下观察均可见相应的结构特征(7~ 12号样品)

4 理化鉴别

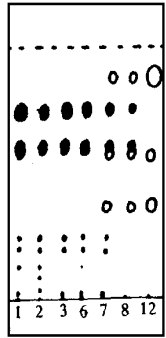
中华人民共和国药典收载的两项理化鉴别^[1]均为试管显色反应, 专属性差, 特别是后一项, 1~ 12号样品大多数均呈正反应, 鉴别意义不大。已知蒲黄

* Address: Rao Weiwen, Wuzhou Institute for Drug Control, Wuzhou

饶伟文 1982年毕业于广西中医学院中药专业, 学士, 1988年在中国药品生物制品检定所进修, 现为副主任药师, 从事药品检验及中草药研究工作 18年, 先后在国家级医药杂志发表论文、译文 20篇, 入选国际学术会议交流 2篇, 获省级科研成果 1项。

含香蒲新苷等黄酮类成分,不同品种蒲黄黄酮类成分 HPLC和 TLC图谱相似^[2-4]。笔者参照文献^[4]的层析条件检验了 7批蒲黄,结果 3批正品的 TLC图谱主斑点相同,与掺伪品有明显区别

供试液制备:取本品 0.5 g,加甲醇 5 mL,浸泡 30 min,滤过,即得



样品代号同表 1, 12号样品的斑点为掺入的黄色素斑点, 7, 8号掺伪品,也有对应的斑点

图 1 7批蒲黄样品的聚酰胺薄膜层析图

层析条件:聚酰胺薄膜(7 cm×10 cm,浙江黄岩化学实验厂);点样量:2 μL;展开剂:甲醇-水(3:2);显色:喷 0.1 mol/L三氯化铝 80%乙醇液,热风吹干,置 365 nm 紫外灯下观察(图 1)。

5 杂质检查

中华人民共和国药典规定蒲黄含杂质不得过 10%,但未规定具体的检查方法。从我们的检验情况看,常见的杂质有:1)由蒲黄植物本身的花丝等粉碎成的粗粉;2)人为掺入的其他植物组织或淀粉;3)染黄色的碳酸钙矿物粉或其他无机物粉末

1类杂质用过筛法检查:取本品约 10 g,置 7号筛(120目)中振荡 5 min,分别收集花粉与杂质,称定重量,计算

2类杂质中属粗粉者可用上法检查。对掺入淀粉者(11号样),采用显微定量法检查

3类杂质绝大部分能通过 7号筛,以测定总灰分作为质控指标

6 总灰分测定

测定了 3批合格的蒲黄,其总灰分在 8%~11%之间,而 4批掺有无机矿物的检品,则在 35%以上(表 1)。

7 含量测定

已知蒲黄含甾类、黄酮类、有机酸、氨基酸、多糖化学成分^[5],其中黄酮类成分研究较深入,是主要有效成分之一。先后有报道^[3,6,7]用薄层扫描法、HPLC法测定蒲黄中香蒲新苷等多种黄酮单体成分。

为寻找一种简单易行的质控方法,笔者以芦丁为对照品,用三氯化铝显色,测定蒲黄中总黄酮含量

7.1 标准曲线的制备:对照品溶液制备:精密称取在 120℃干燥至恒重的芦丁对照品(中国药品生物制品检定所出品)适量,加 80%乙醇溶解,配成约含芦丁 70 μg/mL的溶液。分别取对照品溶液 1.0, 2.0, 3.0,

表 1 12批蒲黄检验结果

样品编号	杂质 (%)	总灰分 (%)	总黄酮 (%)	备注
1	6	10.8	0.90	为合格品,色黄粉细,滑腻感强
2	0	9.9	0.94	系从 4号样品筛取的花粉
3	0	8.6	1.12	系从 5号样品筛取的花粉
4	69	6.5	0.87	草蒲黄,为粗糙粉末,显微鉴别可见花粉粒及大量花丝组织
5	44	7.0	1.10	同上
6	28	8.2	0.91	所含杂质为花丝碎片
7	无法分离	35.3	0.67	显微鉴别除见花粉粒外,尚含花丝组织以及大量不规则块状无机物
8	同上	53.8	0.52	同上
9	同上	55.7	0.59	同上
10	同上	49.5	0.29	同上
11	38	6.0	0.54	含花粉粒及大量淀粉粒,用显微定量法检查杂质
12	100	-	-	系伪品,为纤维、导管等植物组织以及无机物粉末(含 CaCO ₃)的混合物

4.0, 5.0 mL于 10 mL容量瓶中,精密加入 0.1 mol/L三氯化铝 80%乙醇溶液 5 mL,加 80%乙醇至刻度,摇匀,置 70℃水浴中加热 10 min使充分显色,冷至室温,以 80%乙醇作空白,在 402 nm波长处测定吸光度。浓度与吸光度的线性回归方程为:

$$C = 36.97 A - 0.34; r = 0.9999$$

7.2 样品测定:供试品溶液的制备:取样品约 0.1 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 80%乙醇 25 mL,超声提取 30 min,滤过,取续滤液作为供试品液。

精密量取供试品溶液 5 mL,置 10 mL容量瓶中,按标准曲线制备项下“精密加入 0.1 mol/L三氯化铝 80%乙醇溶液……”操作测定,计算总黄酮含量,样品的测定结果见表 1

8 小结

8.1 目前市售蒲黄掺假现象普遍存在,仅按中国药典规定指标难以控制其质量,建议尽快修订蒲黄质量标准,规范杂质检查方法,增加 TLC鉴别、总灰分检查和总黄酮含量测定项目。实践证明,总灰分检查是控制蒲黄掺假的有效指标,限度可定为不得过 15.0%。

8.2 本文报道的含量测定方法线性关系和重现性均较好,且操作简便,利于普及。

参考文献

- 1 中国药典.一部.1995:314
- 2 贾世山,等.药学学报,1986,21(6):441
- 3 贾世山,等.中草药,1988,19(1):47
- 4 贾世山,等.中草药,1991,22(4):189
- 5 苑可武,等.中草药,1996,27(11):693
- 6 高光耀,等.药学学报,1998,33(4):300
- 7 刘斌,等.药物分析杂志,1998,18(2):80

(1999-03-02收稿)