

· 药物分析与检验 ·

蒙成药巴斯布如-7 散的质量研究

朝洛蒙 王德军 蒋 蓉 塔 娜 侯 凯¹ 张秀杰¹ 巴根那² 图 雅²(包头 014030 包头市药品检验所;¹包头市第四医院;²内蒙古医学院)

蒙成药巴斯布如-7 散由巴斯布如、火硝、沙棘、大黄、山柰、乌梢蛇、面碱等 7 味药组成,具有导滞、破瘀之功效,用于妇女血瘀、白滞、肿瘤等病。记载于《中国医学百科全书·蒙医学》中。我们通过实验对大黄、山柰、沙棘、面碱等进行定性分析,同时用分光光度法对大黄蒽醌类成分进行了测定。实验结果报道如下。

1 仪器与材料

UV-53WB 型紫外分光光度计(上海光学仪器厂);超声振荡器(上海超声仪器厂);AB-140 型电子天平[梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司];硅胶 H(青岛海洋化工厂);1,8-二羟基蒽醌(进口品);大黄对照药材、大黄酸(中国药品生物制品检定所);试剂均为分析纯;蒙成药巴斯布如-7 散(内蒙古医学院蒙药制剂室,按处方比例配制);配方药材经包头市药品检验所鉴定,硅胶 GF₂₅₄板(青岛海洋化工厂分厂)。

2 化学定性

2.1 取成药 0.1g,加稀硫酸 5ml,有气泡产生煮沸,趁热滤过,放冷,加乙醚 5ml,振摇,乙醚层染成黄色,分取乙醚液,加氨试液 2ml,振摇,氨液层染成红色(检大黄)。

2.2 取本品 2g,加乙醚 20ml,浸泡 30min,滤过,蒸干,加 5% 香草醛硫酸溶液 1~2 滴,染成棕红色(检山柰)。

2.3 取成药少量,加水溶解,滴加酚酞试剂,显红色(检面碱)。

2.4 取成药粉末,加乙醇 10ml,加热回流 10min,滤过,取滤液 1ml,加镁粉少许及盐酸 3~4 滴,显紫红色(检沙棘)。

3 薄层定性

3.1 大黄的鉴别

3.1.1 供试液的制备:取成药 0.5g,加甲醇 20ml 浸渍 1h,滤过,取滤液 5ml,蒸干,加水 10ml,使溶解,再加盐酸 1ml,置水浴上加热 30min 立即冷却,用乙醚分 2 次提取,每次 20ml。合并乙醚液,蒸干,残渣加氯仿 1ml 使溶解,即得。

3.1.2 大黄药材溶液制备:取大黄对照药材,按供试液制备方法制成即得。

3.1.3 对照品液制备:取大黄酸对照品,加甲醇制成每 1ml 含 1mg 溶液即得。

3.1.4 阴性品溶液制备:取按处方比例制成缺大黄的散 0.5g,按供试液制备方法制成即得。

3.1.5 层析定性:吸取上述 4 种溶液各 5 μ l,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 H 薄层板上,以石油醚(30~60℃)-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。供试液色谱中在与对照药材、对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点;阴性对照品无此斑点。

3.2 山柰的鉴别

3.2.1 供试液的制备:取成药 3g,加甲醇 5ml,超声提取 10min,滤过,即得。

3.2.2 山柰药材溶液制备:取山柰药材 0.3g,按供试液制备方法制成即得。

3.2.3 阴性品溶液制备:取按处方比例制成缺山柰的散 3g,按供试品液制备方法制成即得。

3.2.4 层析定性:分别吸取上述 3 种溶液各 5,2 和 5 μ l 并分别点于同一以硅胶 GF₂₅₄薄层板上,以正己烷-醋酸乙酯(18:1)为展开剂,展开,取出晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。供试液色谱中在与对照药材对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点;阴性对照品无此斑点。

4 定量分析

4.1 标准曲线的绘制:精密称取 105℃ 干燥至恒重的 1,8-二羟基蒽醌标准品 10mg,置 100ml 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密吸取 0.5,1.0,2.0,3.0,4.0 和 5.0ml 量瓶中,水浴蒸干,加 5% NaOH 2% NH₄OH 混合碱液,至刻度,摇匀,放置 1h,在 510nm 波长处测定吸收值,随行试剂为空白。结果点样量在 2,4,8,12,16 和 20(μ g)的吸收度为 0.097,0.195,0.386,0.569,0.753 和 0.943。以吸收值对浓度绘制标准曲线,回归方程为:Y=21.32X-0.147,r=0.9999。

5 含量测定

5.1 游离蒽醌的含量:取供试品 3 份,精密称定,各加

100ml 氯仿,于水浴回流提取 4h,提取液 100ml 定容备用。精确吸取定容液 25ml,置分液漏斗中,用蒸馏水洗数次,弃去水层,氯仿层用 5% NaOH 2%, NH₄OH 混合碱液萃取至无色,合并萃取液,水浴上蒸去氯仿,转入 100ml 量瓶中,补混合碱液至刻度放置 1h,以 5% NaOH 和 2% NH₄OH 混合碱液空白调 0 点,在 510nm 波长处测定吸收度,按回归方程计算游离蒽醌的含量,结果见表 1。

表 1 游离蒽醌含量及回收率

游离蒽醌含量					游离蒽醌含量回收率				
重量 (g)	吸收 值	含量 (%)	$\bar{x}$ (%)	CV (%)	重量 (g)	吸收 值	含量 (%)	相对含 量(%)	CV (%)
0.8070	0.397				0.8070	0.437			
	0.391	0.407				0.428	0.452	101.97	
	0.390					0.439			
0.8073	0.397				0.8073	0.448			
	0.401	0.414	0.411	0.88		0.461	0.453	100.48	99.55
	0.399					0.451			
0.8071	0.396				0.8071	0.407			
	0.398	0.412				0.435	0.433	96.49	
	0.397					0.409			

5.2 总蒽醌的含量

取蒙成药 3 份,精密称定,分别加 1/1 H₂SO₄ 溶液,加热回流 4h,水解物过滤,滤液用氯仿 50ml 分多次萃取,滤液连渣转入索氏提取器中,用氯仿 50ml,于水浴上回流提取至无色。将提取液转入 100ml 量瓶中,待冷至室温,定量吸取上述液,用蒸馏水洗数次,弃去水层,以下按 5.1 中从“氯仿……测定吸收度”至相同,计算总蒽醌含量,结果见表 2。

表 2 总蒽醌含量及回收率

总蒽醌含量					总蒽醌含量回收率				
重量 (g)	吸收 值	含量 (%)	$\bar{x}$ (%)	CV (%)	重量 (g)	吸收 值	含量 (%)	相对含 量(%)	CV (%)
0.8074	0.499				0.8073	0.509			
	0.501	0.652				0.521	0.669	102.15	
	0.502					0.512			
0.8076	0.501				0.8077	0.521			
	0.502	0.653	0.653	0.15		0.512	0.670	102.14	101.68
	0.501					0.511			
0.8073	0.501				0.8075	0.510			
	0.503	0.654				0.508	0.662	100.78	
	0.502					0.507			

5.3 结合蒽醌的含量

总蒽醌和游离蒽醌的含量,结果为 0.241%。

6 结果与讨论

巴斯布如-7 散中的巴斯布如,蒙医临床上多习用葫芦科植物栝楼 *Trichosanthes Kirilowii Maxim* 或日本栝楼 *Trichosanthes japonica Regel* 的干燥根。但本草考证已表明巴斯布如的原植物应为紫茉莉科植物喜马拉雅紫茉莉 *Mirabilis jalapa* 的块根。我们本次实验中用天花粉,但未作该药的一切实验。主要作了大黄、山萘的薄层层析及沙棘、面碱的理化鉴别试验。同时进行了大黄活性成分的含量测定。同样一个方法测定了含量的回收率实验,结果表明总蒽醌含量回收率为 101.68%, CV = 0.79%; 游离蒽醌含量的回收率为 99.55%, CV = 3.01%。为制定标准提供实验数据。

收稿日期:1998-07-01