

蒙成药给喜古纳-6 散的定性研究

杨澍平 石 妍¹ 塔 娜 候 凯¹ (包头 010430 包头市药品检验所;¹ 包头市第四医院)

蒙成药给喜古纳-6 散, 别名为西木星-6 散, 由沙棘、碱面、木香、大黄、皮硝(制)、山奈等六味药组成。具有活血化瘀、调经之效。用于妇科血瘀、闭经、小腹疼痛等病。本方来源于《蒙医验方》, 收载于《内蒙古蒙成药标准》(1984 版) 中, 仅有性状鉴别。本文采用化学和薄层色谱方法对成药中的每味药进行鉴定, 可作为该制剂的质量控制方法之一。

1 实验仪器与材料

UV-8 型紫外光灯(上海分析仪器厂无锡分厂), CX-100 型超声波清洗机(北京市医疗设备二厂), 939 型薄层制板器(重庆贝可得公司)。

大黄对照药材、大黄酸、木香对照药材(中国药品生物制

品检定所); 硅胶 H(青岛海洋化工厂); 硅胶 G(青岛海洋化工厂分厂); 蒙成药给喜古纳-6 散(包头市蒙医中医医院蒙药制剂室提供, 配方药材经包头市药品检验所鉴定); 试剂均为分析纯。

沙棘采自内蒙古赤峰市克什克腾旗境内, 经鉴定为胡颓子科植物沙棘 *Hippophae rhamnoides* L. 的干燥成熟果实。山奈购自包头市医药分公司药材站, 产地不清, 经鉴定为姜科植物山奈 *Kaempferia galanga* L. 的干燥根茎。

2 化学定性

2.1 取成药 0.5 g, 加稀硫酸 5 ml, 有气泡产生。煮沸, 趁热过滤, 放冷, 加乙醚 5 ml, 振摇, 乙醚层显黄色。分取乙醚液,

加氨试液 2 ml, 振摇, 氨液层显红色(检碱面)。

2.2 取缺碱面成药 0.5 g, 按 2.1 方法操作未成阳性反应。

2.3 取成药适量, 加水溶解, 滤过。取滤液 1~2 ml 置试管中, 滴加二氯化钡试液, 即发生类白色沉淀, 在稀盐酸中不溶解(检皮硝)。

2.4 取缺皮硝成药适量, 加水溶解, 滤过。取滤液 1~2 ml 置试管中, 滴加二氯化钡试液, 生成类白色沉淀, 但在稀盐酸中溶解。

3 薄层定性

3.1 大黄的鉴别

3.1.1 供试液的制备 取成药 0.5 g, 加甲醇 20 ml, 浸渍 1 h, 滤过。取滤液 5 ml, 蒸干, 加水 10 ml 使溶解。再加盐酸 1 ml, 置水浴上加热 30 min, 立即冷却, 用乙醚提取两次, 每次 20 ml, 合并乙醚液, 蒸干, 残渣加氯仿 1 ml 使溶解, 即得。

3.1.2 大黄对照药材溶液制备 取大黄对照药材 0.1 g, 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 1 ml 含 1 mg 溶液即得。

3.1.4 阴性对照品溶液制备 取按处方比例制成缺大黄的散 0.5 g, 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, 置紫外灯(365 nm) 下检视。供试品色谱中在与对照药材、对照色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点; 阴性对照品无此斑点。

3.2 沙棘的鉴别

3.2.1 对照药材溶液的制备 取沙棘果 5 g, 加乙醇 20 ml, 加热回流 1.5 h, 滤过。滤液回收乙醇至近干。加水 10 ml 溶解并移入分液漏斗中, 用醋酸乙酯提取 5 次, 每次 10 ml, 合并提取液, 用无水硫酸钠脱水后, 浓缩至 2 ml, 即得。

3.2.2 供试品液的制备 取成药 10 g, 加乙醇 40 ml, 按对照药材溶液制备方法制成即得。

3.2.3 阴性对照品溶液制备 取按处方比例制成缺沙棘的散 10 g, 按供试品液制备方法制成即得。

3.2.4 层析定性 吸取上述 3 种溶液各 10 μ l, 分别点于同一羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上, 以醋酸乙酯- 乙醇- 苯(8: 1: 0.5) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 2% 三氯化铝甲醇溶液, 在 105℃ 烘数分钟, 置紫外灯(254 nm) 下检视。供试品色谱中在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

3.3 木香的鉴别

3.3.1 对照药材溶液的制备 取木香对照药材 1 g, 加醋酸乙酯 40 ml, 加热回流 30 min(或冷浸 6 h), 滤过。滤液浓缩至

2 ml, 即得。

3.3.2 供试品液的制备 取成药 10 g, 按对照药材溶液制备方法制成即得。

3.3.3 阴性对照品溶液制备 取按处方比例制成缺木香的散 10 g, 按对照药材溶液制备方法制成即得。

3.3.4 层析定性 分别吸取上述 3 种溶液各 5 μ l、10 μ l、10 μ l, 分别点于同一羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上, 以苯- 醋酸乙酯- 冰醋酸(18: 1: 1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以茴香醛- 甲醇- 浓硫酸(1: 48: 1) 混合溶液, 在 105℃ 烘数分钟, 置紫外灯(254 nm) 下检视。供试品色谱中在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的兰色荧光斑点。

3.4 山奈的鉴别

3.4.1 供试品溶液的制备 取成药 5 g, 加甲醇 5 ml, 超声提取 10 min, 滤过, 即得。

3.4.2 山奈药材溶液制备 取山奈药材 0.5 g, 按供试品溶液制备方法制成, 即得。

3.4.3 阴性对照品溶液制备 取按处方比例制成缺大黄的散 5 g, 按供试液制备方法制成即得。

3.4.4 层析定性 吸取上述 3 种溶液和 5 μ l、2 μ l、5 μ l, 并分别点于同一硅胶 G 254 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(254 nm) 下检视。供试品色谱中在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点; 阴性对照品无此斑点。

4 讨论

4.1 蒙成药给喜古纳-6 散中大黄、木香、山奈、沙棘四味药的薄层色谱鉴别, 均制备了相应的缺味阴性对照品, 结果阴性对照品色谱在与对照品或对照药材色谱相应位置上无斑点, 说明本法具有专属性, 可供本品质量控制用。

4.2 成药中碱面、皮硝两味药仅做了显色和沉淀反应, 可供参考。

4.3 在蒙成药标准中规定的皮硝微炒制后用。皮硝为极不纯的矿物药, 不符合内服要求。且主要成分为硫酸钠, 经炒制后也解决不了提纯问题。故建议将处方中皮硝改用芒硝为确切。

参考文献

- 1 中国药典. 一九九五年版(一部). 广东: 广东科技出版社, 1995: 16, 20, 448.
- 2 内蒙古自治区卫生厅: 内蒙古蒙成药标准. 赤峰市: 内蒙古科学技术出版社, 1984: 297.
- 3 张贵君. 常用中药鉴定大全. 哈尔滨: 黑龙江科学技术出版社, 1993: 440.

收稿日期: 2000- 09- 05