

曲线项下自“加苯酚 1ml”起,测定吸收度,按下式计算换算因素:

$$f = W/C \cdot D$$

其中 W 为多糖重量(μg), C 为多糖溶液中葡萄糖浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$), D 为多糖的稀释因素。用上述方法测得换算因素为: $f = 1.0975$

4. 样品溶液的制备 取生药粉末 2g(研碎)置 100ml 圆底烧瓶中,加入 80% 乙醇 500ml 水浴回流 90min,趁热过滤,其残渣用 80% 乙醇洗(20ml \times 3),之后滤渣连同滤纸放入圆底烧瓶中,加水 400ml,沸水提 4h,趁热过滤,残渣用热水洗(20ml \times 3),洗出液并入滤液中,并于 500ml 容量瓶中定容,用 1ml 移液管取 0.1ml 加水 1.9ml,备用。用苯酚-硫酸法测定,并按下式计算石菖蒲中多糖含量:

$$\text{石菖蒲中多糖含量}(\%) = (C \cdot D \cdot f / W) \times 100$$

其中: C - 样品液中葡萄糖浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$); D - 供试品溶液稀释因素; f - 换算因素; W - 供试品重量(μg)

用此法测得石菖蒲中多糖的含量为: 12.22%。

(四) 多糖的分子量测定

精密称取 2.012g 的多糖样品于干燥洁净的 10.00ml 容量瓶中,加入蒸馏水刻度并摇匀使其溶解完全,得到浓度 $a = 201.2\text{g}/\text{l}$ 的样品测定液,再精确称量该测试液,求得其密度 $D_{27^\circ\text{C}} = 0.6762\text{g}/\text{ml}$ 。然后按凝固点下降法测定分子量。

实验测得凝固点下降值 $\Delta T_f = 0.250^\circ\text{C}$

根据公式 $\Delta T_f = K_f \cdot m$ (K_f : 水溶液冰点下降常数为 1.86

m : 样品的质量摩尔浓度)

$$\text{得 } m = \Delta T_f / K_f = 0.250 / 1.86 = 0.1344$$

因样品表观数均分子量:

$$\bar{M}_n = \frac{a \times 1000}{m(1000\text{Da})}$$

所以测得该多糖分子量:

$$\begin{aligned} M_n &= \frac{201.2 \times 1000}{0.1344(1000 \times 0.6762 - 2012)} \\ &= 3151.6 \end{aligned}$$

结果与讨论

1. 由多糖的理化鉴定及薄层层析的结果看,石菖蒲多糖为单一多糖,即为由葡萄糖组成的纯多糖。

2. 按苯酚-硫酸法测得石菖蒲中多糖的含量为 12.22%,含量非常高。因此,在中药制剂以及制订有关石菖蒲的质量标准时,其中的多糖成分是一个不容忽视的因素。

参考文献

- [1] 陈建家. 石菖蒲治疗癫痫大发作的疗效观察. 中华医学杂志, 1978; (1): 62
- [2] 刘国卿, 孙建宁, 何正正, 等. 石菖蒲挥发油有效成分的解痉作用. 中国药理学报, 1983; 4(2): 95 ~ 7
- [3] 杜毅, 周超凡. 石菖蒲的效用与现代研究的关系. 中国中药杂志, 1993; 18(4): 244 ~ 5
- [4] 周大兴, 李昌笠, 林良乾. 石菖蒲对小鼠学习记忆的促进作用. 中草药, 1992; 23(8): 417 ~ 9
- [5] 尹春南, 梁秀明, 李志红. 石菖蒲挥发油抗癌作用的研究(第一报). 广州医药, 1981; (3): 31 ~ 2
- [6] 刘国卿, 蒋莹. 几种中药挥发油的急性毒性及对戊巴比妥钠的协同作用. 中国药科大学学报, 1989; 20(1): 57

85、90 和 95 版中国药典中药成方制剂鉴别方法比较分析

张汉明 赵广宇*

(第二军医大学药学院 上海 200433)

摘要 本文通过对 85、90 和 95 版中国药典中药成方制剂中应用的各种鉴别方法的统计和比较分析,指出了当前我国成方制剂鉴别方法的应用现状和发展趋

* 本校 94 年级学生

势。

关键词 中国药典;成方制剂;鉴别方法

中医中药是世界医药领域中的一朵奇葩,正日益受到世界各国人民的重视。作为中医药特色之一的中药成方制剂,在生产、销售、出口等方面有了长足的进步,一些疗效好,质量稳定并在治疗上有特色的产品不断被载入药典。药典是我国药品质量的法典,是执行《药品管理法》对药品生产,流通进行监督管理的依据,它对保证药品质量,发展药品国际贸易和对外进行医药科学技术交流都具有重要的作用。药典的各项内容标志着一个国家医药工业和科学技术的整体水平。其中中药成方制剂鉴别方法的演化在一定程度上反映了国内成药鉴别研究的水平和发展趋势。现就近十年的三版药典中成方制剂鉴别方法作一统计分析,以窥其发展趋势。

一、各版药典鉴别方法的统计

85版、90版和95版药典一部中记载的成方制剂分别为207种、275种和398种,其剂型有片剂、丸剂、散剂、酒剂和合剂。其中有鉴别方法的分别为177种(85版)、230种(90版)和369种(95版),所占比例分别为85.5%、83.6%、92.7%。所采用鉴别方法有显微法、化学法、薄层层析法、紫外光谱法和气相色谱法等。其中除酒剂和合剂不宜采用显微法鉴别外其余剂型均不影响各种鉴别方法的使用。现就上述各版药典采用的鉴别方法,按不同要求列表统计。详见表1。

表1 各版药典鉴别方法使用情况

版次	显微法	化学法	层析法	荧光法	紫外、气相法
85版	160 (90.4)	61 (34.5)	18 (10.2)	5 (2.8)	7 (4.0)
90版	182 (79.1)	88 (38.3)	74 (32.2)	7 (3.0)	9 (9)
95版	240 (65.0)	107 (29.0)	272 (73.7)	9 (2.4)	11 (3.0)

说明:表内数目为该方法用于成方制剂的种数,()内数字为占总成方制剂的百分比。

二、各版药典鉴别方法比较分析

由表1可知在成方制剂鉴别中,显微法、层析法、化学法为常用的鉴别方法,有少数制剂采用了紫外光谱法和气相色谱法等较先进的仪器鉴别方法。

显微法鉴别生药已有一百多年的历史,是较为经典的方法,对于已完全失去药材整体形状的成方制剂来说,可借助动植物的细胞、纤维、气孔、毛茸、淀粉粒和各种结晶的显微特征对许多药材做出定性鉴别,加之显微镜在基层单位普及率较高,故为药典普遍采用。虽然在三版药典中呈下降趋势(85版占90.4%、90版占79.1%、95版占65.0%),但仍占较高的比例。

化学法具有简便、快速、颜色变化明显和具有一定的特征性等特点,故在以往药典中尤其是在西药鉴别中被广泛采用。但对由多味药材组成的成方制剂来说,由于在制剂中常常同时存在结构相同和相近的成分或存在一些药材共有的成分而造成鉴别的特异性不强,灵敏度不高等缺点,所以在三版药典中成方制剂的鉴别所占的比例都不高,且呈现不断下降的趋势(85版为34.5%、90版为38.3%、95版为29.0%)。估计在今后的鉴别应用中不会有很大发展,所占比例也将会更低。

薄层层析法是近些年来发展较快的鉴别方法,在中药成方制剂的鉴别中它利用指标性成分作对照和某些药材的阴阳缺试验,即将一个待检成方制剂与标准药材或其成分的对照品在同一块薄层板上展开后,必要时加显色剂显色或在紫外灯下显示出荧光斑点,比较两者颜色、荧光、Rf值等试验来鉴定成方制剂中某味中药存在与否的鉴别方法。由于这一方法快速、灵敏、结果稳定可靠,特征性强和操作简便,故被广泛采用。它在三版

药典中呈明显上升趋势。由 85 版的 10.2% 上升到 90 版的 32.2%，到 95 版所占比例为 73.7%，在鉴别方法中成为首选方法。

三、各版药典鉴别方法结合运用情况比较分析

由于成方制剂常由多味中药组成，而且每个鉴别方法都有一定的局限性，因此在成方制剂的鉴别中常常是几种方法结合使用。从表 2 中可以看出，采用单一鉴别方法对成方制剂进行鉴别的比例分别为 85 版的 65.4%、90 版的 53.0%、95 版的 37.1%，呈明显下降趋势。相反，采用复合法进行鉴别的比例呈逐渐上升趋势，由 85 版的 34.6% 上升到 90 版的 47%，再到 95 版的 62.9%。这由于成方制剂是由数种药材或药材提取物组成的极为复杂的复合物，一种鉴别方法很难准确

反映出种代表性药材和成分，而采用复合鉴别法可发挥各种鉴别方法的优点，从不同角度反映出各种药材的组成，从而保证对成方制剂鉴别的准确性。

分析各种方法结合应用情况。显微法和层析法的结合使用在三版药典中所占比例分别为 85 版的 4.0%、90 版的 20.0%、95 版的 39.0%，呈明显上升趋势。由于显微法和层析法的优点是特征强，所需设备比较简单，易于操作。目前，在各级药检部门和生产部门易于普及。故显微法和层析法的结合使用将成为近阶段我国成方制剂的主要鉴别方法。而显微法和化学法的结合使用由于化学法应用的不断减少呈下降趋势，由 21.5% (85 版) 下降到 15.7% (90 版) 和 4.9% (95 版)。

表 2 各鉴别方法的单一和结合应用情况统计

版次	单一鉴别法			复合鉴别法				
	A	B	C	A+B	A+C	B+C	A+B+C	A,B,C,D,E 中任意 4 法
85 版	105 (59.3)	10 (5.6)	1 (0.5)	38 (21.5)	7 (4.0)	2 (1.1)	7 (4.0)	7 (4.0)
90 版	84 (36.5)	28 (12.2)	10 (4.3)	36 (15.7)	46 (20.0)	6 (2.6)	11 (4.8)	9 (3.9)
95 版	42 (11.4)	24 (6.5)	68 (18.4)	18 (4.9)	144 (39.0)	25 (6.8)	28 (7.6)	17 (4.6)

说明：1. 表内数字为使用单一鉴别法或复合鉴别法的成方制剂数，()内数字为所占百分比数。

2. 表内 A 代表显微法，B 代表化学法，C 代表层析法，D 代表紫外法，E 代表气相色谱法。

四、小结和展望

1. 从十年来三版药典成方制剂鉴别方法的变化中可以看出，随着药典的不断更新，中药制剂的数量在不断增加，含有鉴别方法的成方制剂所占的比例也在不断提高，说明我国中药工作者对中药质量控制十分重视，中药的鉴别研究也在不断深入发展。

2. 从药典鉴别方法的应用和变化可知，对于中药成方制剂来说，由于已看不到药材的形态，常用的四大鉴别方法中的性状鉴别和原植物鉴别已不适用，而经典的显微鉴定方法由于得到动植物解剖理论和知识的支持，科学性强，正确度高，不但在现有的药典

中占有重要地位，在今后几版药典中，仍将得到广泛应用。理化鉴别是近代发展较快的鉴别方法，在各版二部药典中应用最多，但在一部药典的中药成方制剂应用方面，其中的化学法因其特征性不强而在近三版药典中不断降低，与之相反，层析法能较全面地反映出制剂的复杂组成而使其应用的比例迅速增加，这种一减一增的变化，以及经典的显微法和现代的层析法两者结合应用的增加，正表现了具我国特色的中药成方制剂在鉴别研究的发展中正在逐步创造出一套符合我国国情的，有特色的科学的鉴别方法。

3. 纵观三版药典，尽管现代的理化方法

有了很大发展,然而除了层析法外其它的一些新的方法如紫外法、气相法、荧光法等还应用不多,其原因可能和该方法存在一些缺点,对方法研究还不够,或是仪器昂贵,不易普及等原因有关。争取将更多更先进的鉴别方法收入药典,创造出的一套适用于中药成方制剂的独特鉴别方法,这是我们中药鉴别工作者的任务。近几年来,已不断有一些新的鉴别方法在杂志上报道,如扫描电镜、电泳、高效液相、红外光谱、X射线衍射、差热分析、核磁共振等方法,这些先进方法各有其独特优点,在中药鉴别中常能解决一些其它办法无法解决的问题,应引起药学工作者重视和研究。

相信随着新药研制的迅速发展,随着对成方制剂质量标准技术的要求越来越高以及先进的仪器设备的不断普及,这些先进的方法将会逐渐被药典收集。从而使中药成方制剂的鉴别具有更为快速、准确、完善、先进和具有我国药典特点的一整套鉴别方法。

参考文献

[1]卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典,一部. 北京:人民卫生出版社,1985
 [2]卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典,一部. 北京:人民卫生出版社,1990
 [3]卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典,一部. 北京:人民卫生出版社,1995

(上接第 138 页) 结果表明咳七风水提物的镇咳作用明显,其疗效和急支糖浆、磷酸可待

因相当,而在减少咳嗽次数方面还优于急支糖浆。

表 1 咳七风水提物与急支糖浆、磷酸可待因镇咳作用比较

	生理盐水组		急支糖浆组		磷酸可待因组		咳七风水提液组	
	用药前	用药后	用药前	用药后	用药前	用药后	用药前	用药后
咳嗽潜伏期	17.46	20.08	21.61	46.24	18.36	34.73	25.64	46.22
平均值(秒)	$P < 0.6$	$t = 0.518$	$P < 0.1$	$t = 1.597$	$P < 0.1$	$t = 1.762$	$P < 0.2$	$t = 1.092$
咳嗽次数	38.85	33.75	24.88	8.78	36.18	9.45	32.50	5.91
平均值(秒)	$P < 0.3$	$t = 0.962$	$P < 0.05$	$t = 2.128$	$P < 0.01$	$t = 3.141$	$P < 0.02$	$t = 2.271$

咳七风水提物在减少因氨水刺激引起的咳嗽方面,用药前后有显著性差异 ($P < 0.02$),而在延长咳嗽潜伏期方面略差 ($P < 0.2$)。总的说来咳七风止咳效果显著而且明显。

具有很好的疗效,如通过进一步的研究,有希望把咳七风开发成一个新的止咳药物。

急支糖浆和磷酸可待因作为阳性对照药物,有较好的参照作用。磷酸可待因作为中枢性镇咳药,其止咳效果不容置疑;而急支糖浆的作用也是消炎、止咳、祛痰,主要用于感冒后咳嗽,夜间阵发性咳嗽等呼吸系统疾病。咳七风和这两种阳性对照药物相比,无论在延长咳嗽潜伏期还是减少咳嗽次数方面均无显著性差异,甚至在减少咳嗽次数方面还优于急支糖浆 $P < 0.02$ ($t = 2.179$)。表明咳七风有良好的止咳效果。实验结果也显示咳七风的独特之处在于即使是单味药的水提物也

具有很好的疗效,如通过进一步的研究,有希望把咳七风开发成一个新的止咳药物。咳七风作为一个民间用药,虽在桂林等地使用历史年代久远。但还从未对其进行过系统的生药、药理学等的研究。本药理组自70年代以来,即着手于止咳、平喘药方面的研究。咳七风水提物经浓缩后再稀释成1/10 LD₅₀的浓度,即为0.18g/ml^[3],直接用于小鼠灌胃,即可取得满意的效果,若对其有效部位深入研究。去除无效部分,可以预见其止咳效果将更加明显。

参考文献

[1]协作组. 复方白须公研究资料. 桂林. 1976;6:2
 [2]徐叔云,下如谦,陈修主编. 医学动物实验方法. 第1版,北京:人民卫生出版社,1982:901
 [3]邓鹏,覃国忠,廖曼云. 咳七风急性毒性实验研究(待发表)