

接骨片的质量控制研究

马琳, 徐丽, 郭俊华(天津中医学院, 天津 300193)

摘要:目的: 建立接骨片中生药的显微和化学成分定性的质量控制标准。方法: 对接骨片的主要组成药味当归、甘草、没药、自然铜、接骨木进行显微鉴定; 同时应用薄层色谱法对其中的当归、甘草、没药进行化学成分定性鉴别。结果: 薄层定性结果与显微鉴定相吻合。结论: 实验结果表明, 本方法简便易行, 准确可靠, 重复性和可鉴别性良好, 可为该药品的质量控制提供科学依据。

关键词: 速效接骨片; 质量控制; 显微鉴定; 薄层色谱法

中图分类号: R284 文献标识码: B 文章编号: 1006-0111(2000)05-0307-02

Study on the control of connect bone tablet's quality

MA Lin, XIU Li, GUO Jun hua(Tianjin Traditional Chinese Medicine University 300193, Tianjin, China)

ABSTRACT: AIM: Build up the standard of control of connect bone tablet's quality on identification of microscopic character and qualitative analysis of chemical composition. **METHOD:** utilized some microscopic characters to identify and define the main drugs in the tablet. used the method of TLC to identify the chemical compositions of Dang Gui, Gan Cao and Mo Yao. **RESULT:** Results of identification were similar on the microscopic character and TLC. **CONCLUSION:** The results show that the methods are easy to operate, accurate and easy to repeat. They can provide scientific basis for control of the tablet's quality.

KEY WORD: quick connect bone tablet, control of quality, microscopic identification

接骨片由江苏开发区医院研制的新药, 外观为黄色包衣片, 临床用于跌打损伤, 骨折筋断, 瘀肿疼痛等伤科疾患, 为接骨续筋的良药。对接骨片进行显微鉴定, 检出其五种主要组成药味: 自然铜、甘草、当归、没药、接骨木, 描述各药具有鉴别价值的显微特征, 并绘制墨线图。在显微鉴定的基础上, 又采用薄层色谱法(TLC)对其中的当归、甘草、没药进行化学成分定性鉴别, 为该药品质量控制提供了科学可行的检测方法。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 (1) 普通光学显微镜; (2) 阿贝(Abbé's)描绘目镜; (3) XSP-5B 型生物显微镜; (4) 测微尺; (5) TLC-紫外灯(365nm), 等。

1.2 材料 当归、甘草、没药对照药材(天津中医学院生药室鉴定)

1.3 试剂 薄层析用硅胶 G(青岛海洋化工厂生产); 所用化学试剂均为分析纯。

2 显微鉴定^[1,2]

取少许速效接骨片粉末于载玻片上, 滴加水合氯醛和稀甘油, 加热透化装片(观察淀粉粒时不加热透化)。经光学显微镜(10×40)观察显微特征如下:

2.1 当归 (1) 导管为梯纹及网纹, 多见, 直径 30-76μm。少有缘纹孔导管; (2) 韧皮薄壁细胞呈纺锤形, 直径 18-34μm, 壁较一般薄壁细胞略厚, 非木化, 表面(切向壁)有微细的斜向交错的网状纹理, 有时可见一至数个

菲薄而稍弯曲的横隔; (3) 油室, 淡黄色, 多破碎, 含有挥发油滴; (4) 木栓细胞为淡黄色, 表面观呈类多角形, 大小不一, 壁薄; 横断面观细胞扁平; (5) 淀粉粒为单粒, 多呈类球形, 脐点呈点状、人字状或三叉状。

2.2 甘草 (6) 草酸钙方晶呈略扁的类双锥形、长方形或类方形; (7) 纤维及晶纤维: 纤维多成束, 浅黄色, 壁厚。纤维束周围的薄壁细胞含草酸钙方晶; (8) 木栓细胞红棕色, 表面观呈多角形, 大小均匀; (9) 导管主为具缘纹孔导管, 较大, 微显黄色; (10) 淀粉粒大多为单粒, 呈椭圆形、卵形或类球形, 脐点点状。

2.3 没药 (11) 为淡黄色不规则碎块, 碎块洞穴内含有淡黄色油滴; (12) 树脂胶质颗粒为不规则团块无色或淡黄色。

2.4 接骨木 (13) 分泌物由众多小颗粒聚集而成的不规则团块; (14) 髓部薄壁细胞椭圆形, 个较大, 有细胞间隙; (15) 孔纹导管较少见, 直径约 10μm。

2.5 自然铜 (16) 为不规则块状, 棱角明显, 大小不一, 可见折光面。

3 薄层色谱鉴别

3.1 当归的鉴别

3.1.1 薄层板的制备 硅胶 G 和 0.5% 羧甲基纤维素钠溶液、0.4% NaOH 溶液以 1:2:1 的比例于研钵中充分研匀, 均匀涂布于 5×20cm 玻璃板上, 厚约 0.5mm, 室温晾干后, 经 110℃活化 60min, 置于干燥器内, 备用。

3.1.2 供试品溶液的制备 称取速效接骨片粉末 4g, 置索氏提取器内加乙醚 40ml 回流 1hr, 放冷, 滤过, 滤液低温挥干, 残渣加甲醇 2ml 溶解, 备用。

3.1.3 当归对照药材液的制备 取当归对照药材粉末 1g, 按供试品液同法制备。

3.1.4 阴性对照液的制备 按处方量自制缺当归的阴性对照样品, 称取本品 4g, 按供试品液同法制备。

3.1.5 薄层层析 按薄层色谱法试验^[3], 吸取当归对照药材液 4 μ l, 供试品液和阴性对照液各 10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以苯-醋酸乙酯(19:1)为展开剂, 上行展开 18cm 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上显三个相同的亮蓝白色荧光斑点, 而缺当归的阴性对照色谱在相应的位置上无斑点。

3.2 甘草的鉴别

3.2.1 薄层板的制备 硅胶 G 和 0.5% 羧甲基纤维素溶液以 1:3 的比例于研钵中充分研匀, 均匀涂布于 5 \times 20cm 玻璃板上, 厚约 0.5mm, 室温晾干, 备用。

3.2.2 供试品溶液的制备 称取速效接骨片粉末 3g, 加无水乙醇 30ml, 振荡提取 30min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加无水乙醇 2ml 溶解, 备用。

3.2.3 甘草对照药材液的制备 取甘草对照药材粉末 1g, 按供试品液同法制备。

3.2.4 阴性对照液的制备 按处方量自制缺甘草的阴性对照样品, 称取本品 3g, 同法制备。

3.2.5 薄层层析 按薄层色谱法试验^[3], 吸取甘草对照药材液、供试品溶液、阴性对照液各 3 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(30-60 $^{\circ}$ C)-苯-醋酸乙酯-甲酸(10:20:15:0.5)为展开剂, 上行展开 17cm, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上显八个相同颜色的荧光斑点, 而缺甘草的阴性对照色谱在相应的位置上无斑点。

3.3 没药的鉴别

3.3.1 薄层板的制备 同 3.2.1。

3.3.2 供试品溶液的制备 称取速效接骨片粉末 3g, 加乙醚 30ml, 振荡提取 30min 后, 静置 5hr, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加 2ml 丙酮溶解, 备用。

3.3.3 没药对照药材液的制备 取没药对照药材粉末 1g, 加乙醚 10ml, 同法制备。

3.3.4 阴性对照液的制备 按处方量自制缺没药的阴性对照样品, 称取本品 3g, 按供试品液同法制备。

3.3.5 薄层层析 按薄层色谱法试验^[3], 吸取没药对照药材液 5 μ l, 供试品液和阴性对照液各 10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板, 以石油醚(30-60 $^{\circ}$ C)-醋酸乙酯(85:15)为展开剂, 上行展开 16cm, 取出, 晾干, 喷以 1% 香草醛-硫酸溶液, 105 $^{\circ}$ C 烘 5min, 置日光下检视。供试品色谱, 在与对照药材色谱相应的位置上显六个相同的紫红色斑点, 而缺没药的阴性对照色谱在相应的位置上无斑点。

4 结论

本文对速效接骨片进行了生药显微和化学成分定性的质量控制标准的研究, 通过显微鉴定方法确定了该药由自然铜、接骨木、当归、没药、甘草等主要药味组成, 并绘出了各药的显微特征图。同时又采用薄层色谱法对其中的当归、甘草、没药进行了化学成分定性鉴别。经试验证明, 本文所建立的当归、甘草、没药三个薄层层析条件分离效果较好, 方法简便易行, 结果准确可靠, 重复性和可鉴别性良好, 而且薄层定性结果与显微鉴定相吻合, 从而可为速效接骨片的质量控制提供科学依据。

参考文献:

- [1] 徐国钧. 中药材粉末鉴定[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1986 52, 88
- [2] 张贵军. 常用中药鉴定大全[M]. 黑龙江科学技术出版社, 1993 200, 329.
- [3] 卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 广州: 广东科学技术出版社, 1995, 附录 VIB.
- [4] 孟宪纯. 中成药分析[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1998 17.

收稿日期: 2000-08-28

《药物不良反应杂志》征稿征订启事

《药物不良反应杂志》是经国家科委批准, 国内外公开发行的学术性期刊(刊号: ISSN 1008-5734; CN 11-4015/R)。本刊的宗旨是通过报道药物不良反应及其发生规律, 提高临床安全用药水平, 促进药物不良反应监测工作的发展, 为保障人民用药安全、维护人民身体健康服务。

本杂志刊登药学、医学、流行病学、管理学等诸多学科。中有关药物不良反应的论著, 其主要内容包括: 药物不良反应的病例报道和分析, 药源性疾病的诊断和治疗, 药物不良反应的监测办法、经验和动态, 药物不良反应信息的利用和开发, 药物安全性评价, 药物不良相互作用, 安全用药, 新药介绍, 药物流行病学调查研究等。本刊主要读者对象为临床医师、药师、护师、医药院校师生, 医药研究工作者, 以及药品监督管理人员。欢迎广大医药卫生工作者踊跃投稿和订阅。

《药物不良反应杂志》为季刊, 16 开本, 72 页, 每期定价 8.00 元, 全年 32.00 元。

本刊 2001 年的发行一国内: 北京报刊发行局, 国内: 中国国际图书贸易总公司(北京 399 信息, 100044), 国外代号 4886Q; 订阅: 全国各地邮局, 邮发代号 2-420。

药物不良反应杂志编辑部地址: 北京地坛公园 13 号, 邮政编码: 100011, 电话/传真: 64266618, E-mail: CADRJ@263.net.