

MENGYAO ZHIJI ZHILIANG BIAOZHUN  
JI BIAOZHUN TISHENG YANJIU

# 蒙药制剂质量标准 及标准提升研究

高玲 伊布格乐图 鹿萍 木奇日 著

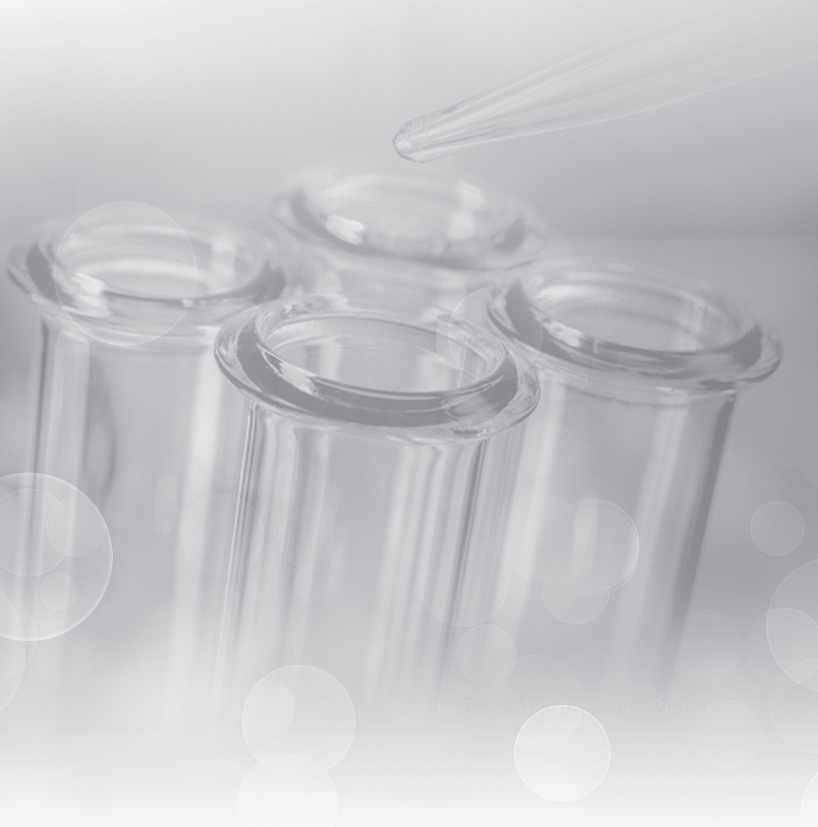
内蒙古科学技术出版社



MENGYAO ZHIJI ZHILIANG BIAOZHUN  
JI BIAOZHUN TISHENG YANJIU

# 蒙药制剂质量标准 及标准提升研究

高玲 伊布格乐图 鹿萍 木奇日 著



内蒙古科学技术出版社

## 图书在版编目 ( CIP ) 数据

蒙药制剂质量标准及标准提升研究 / 高玲等著. —  
赤峰 : 内蒙古科学技术出版社, 2021.11

ISBN 978-7-5380-3370-0

I. ①蒙… II. ①高… III. ①蒙医—中药制剂学—制  
剂—标准—研究 IV. ①R291.2-65

中国版本图书馆CIP数据核字 ( 2021 ) 第234501号

### 蒙药制剂质量标准及标准提升研究

---

著 者：高 玲 伊布格乐图 鹿 萍 木奇日

责任编辑：许占武

封面设计：永 胜

出版发行：内蒙古科学技术出版社

地 址：赤峰市红山区哈达街南一段4号

网 址：www.nm-kj.cn

邮购电话：0476-5888970

排 版：赤峰市阿金奈图文制作有限责任公司

印 刷：赤峰天海印务有限公司

字 数：220千

开 本：787mm × 1092mm 1/16

印 张：11.5

版 次：2021年11月第1版

印 次：2021年12月第1次印刷

书 号：ISBN 978-7-5380-3370-0

定 价：98.00元

---

如出现印装质量问题, 请与我社联系。电话: 0476-5888926 5888917

# 前 言

蒙医蒙药是蒙古族人民长期同疾病作斗争的经验总结和智慧结晶,在内蒙古地区应用十分广泛。在内蒙古地区的蒙医医院,许多经典的蒙药组方因疗效确切、价格亲民而受到广大医患人员喜爱。本书共十二章,第一至十一章收集了内蒙古赤峰地区蒙医医院的经典医院制剂十一个,以《中华人民共和国药典》(2020年版)和《内蒙古蒙药制剂规范》(2014年第二版)为指导和标准,系统研究了这些制剂的质量标准,为医院制剂的质量控制提供了科学依据。随着现代分析技术的发展,对于蒙药的质量控制和评价也有了新的要求,本书第十二章着眼于蒙医理论的整体观,从指纹图谱和多成分的一测多评等角度对有效成分和毒性成分进行了质量控制研究;同时,采用高灵敏X-射线荧光分析技术和ICP/MS法对影响人体健康的多种重金属元素进行了对比分析研究,为进一步规范制剂的生产和控制,减小蒙药的风险提供了科学依据,更加科学全面地实现了对蒙药制剂的质量评价。

本书由高玲、伊布格乐图、鹿萍、木奇日共同撰写,具体分工如下:

第一章、第四章、第六章、第七章、第八章、第十二章:高玲撰写(约12万字);

第二章、第九章、第十一章:伊布格乐图撰写(约4万字);

第三章、第五章:鹿萍撰写(约4万字);

第十章:木奇日撰写(约2万字)。

在撰写本书的过程中,我们得到了同行业许多专家学者的指导和帮助,也参考了国内外大量的学术文献,在此一并表示真诚的感谢。由于水平有限,书中难免有疏漏和不足之处,真诚希望有关专家及读者批评指正。

作者

2021年12月

# 目 录

第一章 匝迪-5散	1
一、质量标准	1
二、起草说明	3
第二章 地格达-8散	11
一、质量标准	11
二、起草说明	13
第三章 嘎日迪-5丸	22
一、质量标准	22
二、起草说明	24
第四章 苏格木勒-7丸	41
一、质量标准	41
二、起草说明	43
第五章 阿拉坦-阿如-5散	51
一、质量标准	51
二、起草说明	52
第六章 苏斯-7散	61
一、质量标准	61
二、起草说明	63
第七章 哈日-嘎布日-10散	70
一、质量标准	70
二、起草说明	72
第八章 阿如健脾散	81
一、质量标准	81

---

二、起草说明·····	83
第九章 古日古木-13丸·····	92
一、质量标准·····	92
二、起草说明·····	94
第十章 伊赫哈日-12丸·····	103
一、质量标准·····	103
二、起草说明·····	105
第十一章 那仁满都拉-11丸·····	114
一、质量标准·····	114
二、起草说明·····	116
第十二章 质量标准提升研究·····	125
一、蒙药制剂中重金属元素的XRF分析与ICP/MS分析·····	125
二、基于一测多评法的蒙药制剂中有效成分含量测定研究·····	132
三、基于指纹图谱和一测多评法的蒙药制剂整体性质量评价研究·····	139
参考文献·····	147
附 图·····	161

# 第一章 匝迪-5散

## 一、质量标准

### 匝迪-5散 Zadi-5 San

**【处方】** 肉豆蔻 100g 土木香 80g 木香 80g 广枣 50g 萆薢 10g

**【制法】** 以上五味,分别挑选,粉碎成细粉,过筛,混匀,分装,即得。

**【性状】** 本品为黄褐色粉末,气香,味辛。

**【鉴别】** (1)取本品,置显微镜下观察:种皮下皮细胞黄棕色或红棕色,常与种皮表皮上下层垂直排列,细胞长方形或类多角形,直径 $16\sim 50\mu\text{m}$ ,长 $72\sim 146\mu\text{m}$ ,壁较薄,胞腔内含黄棕色或红棕色物(肉豆蔻)。薄壁细胞充满由细小淀粉粒集结成的淀粉粒团块,直径 $13\sim 22\mu\text{m}$ ,长 $25\sim 47\mu\text{m}$ ;外胚乳细胞含细小糊粉粒;种皮细胞红棕色或黄棕色,长多角形,壁略作波状或连珠状增厚(萆薢)。内果皮石细胞呈类圆形、椭圆形、梭形、长方形或不规则形,有的延长呈纤维状或有分枝,直径 $14\sim 72\mu\text{m}$ ,长 $25\sim 294\mu\text{m}$ ,壁厚,孔沟明显,胞腔内含淡黄棕色或黄褐色物。内果皮纤维木化,多上下层纵横交错排列,壁厚或稍厚,有的胞腔内含有黄棕色物;外果皮细胞表面观呈类多角形,胞腔内含棕色物(广枣)。

(2)取本品2g,加石油醚( $60\sim 90^{\circ}\text{C}$ )10ml,超声处理30分钟,滤过,滤液作为供试品溶液。另取肉豆蔻对照药材0.5g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2020版四部通则0502)试验,吸取对照药材溶液和供试品溶液各 $10\mu\text{l}$ ,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚-乙酸乙酯(9:1)为展开剂,展开缸中预饱和15分钟,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液。在 $105^{\circ}\text{C}$ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(3)取本品2g,加甲醇10ml,密塞,振摇,放置30分钟,滤过,取续滤液作为供试品溶液。

另取土木香内酯对照品,加甲醇制成每1ml含2mg土木香内酯的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2020版四部通则0502)试验,吸取对照品溶液和供试品溶液各10 $\mu$ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(60~90 $^{\circ}$ C)-甲苯-乙酸乙酯(10:1:1)为展开剂,展开缸中预饱和15分钟,展开,展距18cm,取出,晾干,喷以5%茴香醛硫酸溶液,加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(4)取本品2g,加甲醇10ml,超声处理30分钟,滤过,取滤液作为供试品溶液。另取木香羟内酯和去氢木香内酯对照品,加甲醇分别制成每1ml含0.5mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2020版四部通则0502)试验,吸取对照品溶液和供试品溶液各10 $\mu$ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液为展开剂,展开缸中预饱和15分钟,展开,取出,晾干,喷以1%香草醛硫酸溶液,加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(5)取本品5g,加70%乙醇30ml,加热回流30分钟,滤液蒸至约2ml,加水5ml使溶解,用乙醚振摇提取两次,每次15ml,合并乙醚液,蒸干,残渣加乙酸乙酯1ml使溶解,作为供试品溶液。另取没食子酸对照品,加无水乙醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2020版四部通则0502)试验,吸取供试品溶液10 $\mu$ l、对照品溶液5 $\mu$ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-丙酮-甲酸(7:2:1)为展开剂,展开缸中预饱和15分钟,展开,展距15cm,取出,晾干,置氨蒸气中熏至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(6)取本品2g,加无水乙醇10ml,超声处理30分钟,滤过,取续滤液作为供试品溶液。另取胡椒碱对照品,置棕色量瓶中,加无水乙醇制成每1ml含2mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2020版四部通则0502)试验,吸取对照品溶液和供试品溶液各5 $\mu$ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-丙酮(7:2:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同的蓝色荧光斑点。

**【检查】** 应符合散剂项下有关的各项规定(《中国药典》2020年版四部通则0115)。

**【浸出物】** 照醇溶性浸出物测定法(《中国药典》2020年版四部通则2201)项下的热浸法测定,用乙醇做溶剂,不得少于10.0%。

**【含量测定】** 照高效液相色谱法(《中国药典》2020年版四部通则0512)测定。

**色谱条件与系统适用性试验** 以十八烷基硅烷键和硅胶为填充剂;以乙腈-水(75:25)为流动相;检测波长为343nm。理论板数按胡椒碱峰计算应不低于5000。

**对照品溶液的制备** 精密称取胡椒碱对照品适量,加甲醇制成每1ml含150 $\mu$ g的溶液,即

得。

**供试品溶液的制备** 取本品约2.0g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入70%甲醇10ml, 称定重量, 超声处理40分钟, 放冷, 再称定重量, 用70%甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10 $\mu$ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每1g含萆茇以胡椒碱( $C_{17}H_{19}NO_3$ )计, 不得少于0.71mg。

**【功能与主治】** 主治心烦失眠, 神气不宁, 用于祛心“赫依”病。

**【规格】** 15g/袋。

**【贮藏】** 密闭, 防潮。

## 二、起草说明

### 【来源】

肉豆蔻: 肉豆蔻科植物肉豆蔻*Myristica fragrans* Houtt.的干燥种仁。

土木香: 菊科植物土木香*Inula helenium* L.的干燥根。

木香: 菊科植物木香*Aucklandia lappa* Decne.的干燥根。

广枣: 漆树科植物南酸枣*Choerospondias axillaris* (Roxb.) Burtt et Hill. 的干燥成熟果实。

萆茇: 胡椒科植物萆茇*Piper longum* L.的干燥近成熟或成熟果穗。

**【制法】** 以上五味, 分别挑选, 粉碎成细粉, 过筛, 混匀, 分装, 即得。

对三批样品和一批模拟样品的制备工艺进行考察, 出成率均达到95%以上, 结果见表1。

表1 三批样品及模拟样品的出成率

样品批号	投料量(g)	出成量(g)	出成率(%)
201901	320	308	96.3
201902	320	313	97.8
201903	320	310	96.9
模拟样品	320	312	97.5

**【性状】** 本品为内服散剂, 性状应为粉末, 按处方比例混合后粉末颜色为黄褐色; 处

方中肉豆蔻、木香、萆薢均有特异浓郁的香气,土木香气微香,广枣气微,成品香气应比较明显,与多批样品及模拟样品的气味相符,故定为气香;肉豆蔻、土木香、萆薢药材味辛,木香味微甜后苦,广枣味酸,按处方比例混合后应为辛味,与多批样品及模拟样品的实际情况基本符合,故定为味辛。

**【鉴别】** 方中肉豆蔻、萆薢、广枣等药材的显微特征比较明显,故建立显微鉴别方法;并对处方中肉豆蔻、土木香、木香、广枣、萆薢建立了薄层鉴别方法。

### 1 试剂试药

(1) 样品:由赤峰市阿鲁科尔沁旗蒙医医院提供,模拟试样为自制。

(2) 药材:由赤峰市药品检验所从供样单位抽取。

(3) 对照品:北京北纳创联生物技术研究院。肉豆蔻对照药材,批号:190301;木香烃内酯对照品,批号:190321;去氢木香内酯对照品,批号:180926;土木香内酯对照品,批号:190517;异土木香内酯对照品,批号:190315;胡椒碱对照品,批号:181020;没食子酸对照品,批号:190308。

(4) 硅胶G薄层板:购于青岛海洋化工厂;所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

### 2 试验方法与结果

(1) 显微鉴别。质量标准中各鉴别特征所代表的药材分别为:①肉豆蔻种皮下皮细胞;②萆薢淀粉粒团块;③广枣内果皮石细胞。显微图见附图1。

(2) 肉豆蔻的鉴别:参照《中国药典》2020年版一部中“肉豆蔻”药材项下的薄层鉴别方法,以肉豆蔻对照药材为对照,进行薄层鉴别,效果较为理想,且同工艺同法制备的阴性对照无干扰,证明此方法专属性良好。

(3) 土木香的鉴别:参照《中国药典》2020年版一部中“土木香”药材项下的薄层条件进行薄层鉴别,但是薄层展开需要在10℃以下避光展开二次,此条件较苛刻不易控制,操作过于烦琐,我们对展开条件进行摸索优化后发现,在室温下展开剂展开18cm以上,即可使土木香内酯与其他化学成分很好地分离,并且稳定性和方法的重现性良好,且在阴性对照试验中发现,方中其他药材对土木香内酯的检出无干扰,因此,我们选择土木香内酯作为对照品,对方中的土木香药材进行鉴别,此方法专属性良好。

(4) 木香的鉴别:参照《中国药典》2020年版一部中“木香”药材项下的薄层条件,以木香烃内酯和去氢木香内酯对照品为对照,由于乙酸乙酯较甲酸乙酯更廉价易得,因此将展开剂改为环己烷-乙酸乙酯-甲酸(15:5:1),进行薄层条件考察,结果较为理想,且同工艺同法制备的阴性对照无干扰,证明此方法专属性良好。

(5) 广枣的鉴别:参照《中国药典》2020年版一部中“广枣”药材项下的薄层条件,以没

食子酸对照品为对照,进行薄层鉴别,效果较为理想,且同工艺同法制备的阴性对照无干扰,证明此方法专属性良好。

(6) 萆芨的鉴别:参照《中国药典》2020年版一部中“萆芨”药材项下的薄层条件,以胡椒碱对照品为对照,进行薄层鉴别,效果较为理想,且同工艺同法制备的阴性对照无干扰,证明此方法专属性良好。

**【检查】** 按《中国药典》2020年版四部通则0115散剂项下规定,对本品三批样品及模拟样品的外观均匀度、水分、重金属、砷盐进行了检查,方法及测定数据结果如下:

(1) 外观均匀度:取供试品适量置光滑纸上,平铺 $5\text{cm}^2$ ,将其表面压平,在亮处观察,呈现均匀的色泽,无花纹、色斑。

(2) 水分:取供试品照水分测定法(《中国药典》2020年版四部通则0832第三法)测定,三批样品及模拟样品测定结果见表2,药典规定散剂水分含量不得过9.0%,从表2中可见本品水分符合要求。

表2 水分测定结果

批号	20190611	20190612	20190613	模拟样品
水分(%)	1.83	1.65	1.90	1.77

(3) 对三批样品及模拟样品进行了重金属、砷盐的考察,方法与结果如下:

**重金属** 按《中国药典》2020年版四部通则0821第二法检查。经对三批样品和模拟样品的检查,含重金属未超过百万分之二十,试验结果见表3,故未将重金属检查项列入质量标准。

表3 重金属检查结果

样品批号	重金属含量(ppm)		
20190611	>10	<20	<30
20190612	>10	<20	<30
20190613	>10	<20	<30
模拟样品	>10	<20	<30

**砷盐** 取本品1.0g,标准砷溶液2ml,分别用小火缓慢炽灼至炭化,再在 $600^{\circ}\text{C}$ 炽灼至完全灰化,放冷,分别加盐酸7ml使溶解,再加水21ml,按《中国药典》2020年版四部通则0822第一法(古蔡氏法)检查砷盐含量。三批样品和模拟样品生成的砷斑颜色均浅于标准砷斑。表明

本品含砷量未超过百万分之二,故未将砷盐检查项列入质量标准。

【浸出物】 选择醇溶性浸出物测定法中的热浸法,用乙醇做溶剂,对三批样品和模拟样品进行测定,结果见表4。

表4 醇浸出物测定结果

批号	20190611	20190612	20190613	模拟样品
乙醇浸出物(%)	12.65	13.14	13.77	14.25

从表4中可见,三批样品及模拟样品的醇溶性浸出物均在12%以上,考虑到不同产地、不同批次药材的质量不同,暂定本品含醇溶性浸出物不得少于10%。

【含量测定】 本品为肉豆蔻、土木香、木香、广枣、葶苈等五味药组成的复方制剂。参照《中国药典》2020版一部中“葶苈”的含量测定方法,采用HPLC法对胡椒碱进行了含量测定方法研究。经分析方法验证,表明该方法重现性好,专属性强,方中其他组分对胡椒碱的测定无干扰,故收入质量标准中。

## 1 仪器与试药

1.1 仪器 Agilent1200型高效液相色谱仪(安捷伦科技有限公司),FA2104电子分析天平(上海良平仪器仪表有限公司),KQ-250E超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

1.2 试剂与试药 胡椒碱(批号:181020,含量 $\geq 98\%$ )由北京北纳创联生物技术研究院提供;匝迪-5散(批号:20190611,20190612,20190613)由赤峰市阿鲁科尔沁旗蒙医医院提供,模拟试样为自制;乙腈、甲醇为色谱纯,水为高纯水,其他试剂均为分析纯。

## 2 方法学考察

### 2.1 色谱条件

2.1.1 色谱柱 色谱柱填充剂为十八烷基硅烷键和硅胶,本实验研究采用Caprisil C<sub>18</sub>色谱柱(250mm $\times$ 4.6mm,5 $\mu$ m)。

2.1.2 流动相的选择 参照《中国药典》2020版一部“葶苈”含量测定项下胡椒碱的测定方法,以乙腈-水(75:20)为流动相进行流动相条件摸索。结果供试品色谱中的胡椒碱具有较好的分离度,理论板数较高,并具较适宜的保留时间,故作为检测流动相。

2.1.3 柱温 30 $^{\circ}$ C。

2.1.4 检测波长的选择 参照《中国药典》2020年版一部“葶苈”含量测定项下胡椒碱的测定方法,选择343nm作为检测波长。

2.1.5 理论板数的确定 从多批检测数据可见, 胡椒碱的理论板数在4000以上即能达到较好的分离效果, 考虑到不同的色谱柱具不同的理论板数, 故确定理论板数按胡椒碱峰计算应不低于3000。

## 2.2 提取溶剂及提取效率的考察

2.2.1 提取溶剂的选择 参照《中国药典》2020版一部“葶苈”项下的胡椒碱含量测定方法, 选用70%甲醇作为提取溶剂。

2.2.2 提取溶剂加入量考察 在提取过程中, 对溶剂加入量进行考察, 结果见表5。

表5 提取溶剂加入量考察表

样品号	取样量 (g)	加入溶剂量 (ml)	含量 (mg/g)
1	2.0005	10	0.7156
2	2.0008	20	0.7245
3	2.0004	30	0.7311

从表中数据可见, 用10ml溶剂的样品含量稳定, 故确定提取溶剂加入量为10ml。

2.2.3 提取效率的考察 以70%甲醇作为提取溶剂进行超声提取, 为保证被测成分提取完全, 实验中考察了超声提取30分钟、40分钟和50分钟三种不同超声提取时间对提取效率的影响, 结果见表6。

表6 提取效率考察表

取样量 (g)	超声时间 (min)	峰面积	含量 (mg/g)
2.0003	30	6821	6.0664
2.0010	40	7989	7.2922
2.0006	50	8106	7.4319

从表中数据可见, 超声处理40分钟和50分钟的含量结果差异不大, 故超声提取时间定为40分钟。

## 2.3 专属性

按质量标准【含量测定】项下的方法制备供试品溶液和对照品溶液。另取按处方比例并以相同工艺制备的缺葶苈的阴性对照供试品, 按供试品溶液制备法制得阴性对照溶液。在上述色谱条件下, 分别精密吸取对照品溶液、阴性对照溶液、供试品溶液各10 $\mu$ l, 分别注入液相色谱仪, 由所得色谱图可见, 阴性对照色谱图中, 在与胡椒碱对照品以及供试品色谱图相对应

的保留时间处无色谱峰出现,结果表明,其他组分对胡椒碱的测定无干扰。

#### 2.4 线性关系考察

取胡椒碱对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含10mg的溶液,作为标准对照品溶液。精密量取上述标准对照品溶液0.05ml, 0.1ml, 0.2ml, 0.5ml, 1.0ml, 2.0ml, 分别置于10ml量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀。精密吸取10 $\mu$ l注入色谱仪测定。以胡椒碱的峰面积对浓度进行回归分析,所得标准曲线方程为 $Y=46599X+1158.8$ ,数据见表7,结果表明,在0.05~2.0mg/ml范围内,线性关系良好( $r=0.9998$ )。

表7 胡椒碱的标准曲线

对照品量 (mg/ml)	0.05	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00
峰面积积分值	3317	5860	10581	25306	46559	94737

#### 2.5 稳定性试验

取同一份供试品溶液,分别在室温放置0、2、4、8、12小时进行测定,结果见表8,由表中数据表明,试样在12小时内稳定性良好。

表8 稳定性试验结果

放置时间 (h)	0	2	4	8	12	RSD (%)
峰面积积分值	8013	8042	7992	8097	8066	0.52

#### 2.6 精密度

重复性试验 取同一批号样品6份,各2.0g,精密称定,分别按含量测定项下方法操作,测定每份供试品含量。按外标法计算含量,结果见表9。

表9 胡椒碱含量重复性试验结果

样品号	取样量 (g)	峰面积值	含量 (mg/g)	平均含量 (mg/g)	RSD (%)
1	2.0002	7949.7	0.7286	0.7206	1.28
2	2.0012	7822.4	0.7146		
3	2.0003	7876.1	0.7206		
4	2.0005	7969.9	0.7306		
5	2.0008	7739.7	0.7058		
6	2.0009	7902.7	0.7233		

## 2.7 准确度

加样回收试验 取供试品(胡椒碱含量为0.7206mg/g)6份,各1.0g,精密称定,分别置6个具塞锥形瓶中,精密加入甲醇配制的胡椒碱对照品混合溶液(胡椒碱1.0mg/ml)0.8ml,1.0ml,1.2ml,再精密加入10ml70%甲醇,分别按质量标准【含量测定】项下的方法操作,测定每份的含量,计算回收率,结果见表10。

表10 胡椒碱加样回收率试验结果

序号	样品量(g)	供试品含量(mg)	对照品加入量(mg)	测得总量(mg)	回收率(%)	平均(%)	RSD(%)
1	1.0003	0.7208	0.8	1.5150	99.3		
2	1.0003	0.7208	0.8	1.5344	101.7		
3	1.0002	0.7207	1.0	1.7172	99.6	99.9	1.23
4	1.0002	0.7207	1.0	1.7296	100.9		
5	1.0001	0.7207	1.2	1.9204	100.0		
6	1.0001	0.7207	1.2	1.8990	98.2		

## 2.8 耐用性试验

换不同厂家、不同型号的色谱柱,取重复性试验中的1号、2号供试品及对照品溶液,分别进样,测定含量,结果见表11。

表11 不同色谱柱的耐用性试验

样品号	柱型号	含量(mg/g)	相对偏差(%)
1	Diamonsil C <sub>18</sub>	0.7315	0.18
	Angilent C <sub>18</sub>	0.7288	
2	Diamonsil C <sub>18</sub>	0.7269	0.56
	Angilent C <sub>18</sub>	0.7351	

## 3 样品含量测定

取本品,按质量标准【含量测定】项下的方法处理并测定,三批样品的含量测定结果见表12。

表12 样品中胡椒碱含量测定结果

批号	取样量(g)	峰面积值	含量(mg/g)	平均含量(mg/g)	相对偏差(%)
20190611	2.0001	8302.37	0.7665	0.7603	0.81
	2.0001	8188.20	0.7542		
20190612	2.0003	8053.92	0.7397	0.7355	0.57
	2.0003	7976.09	0.7314		
20190613	2.0002	7822.37	0.7149	0.7217	-0.95
	2.0002	7949.70	0.7286		

从表12中三批样品测定的数据可见,胡椒碱的含量在0.7217mg/g以上,实验中用相同的方法对上述三批样品生产用葶苈药材进行了含量测定,测得胡椒碱含量为9.8921mg/g,测定结果见表13。

表13 葶苈中胡椒碱含量测定结果

取样量(g)	峰面积值	含量(mg/g)	平均含量(mg/g)	相对偏差(%)
0.4001	48188.90	25.2250	25.3213	0.38
0.3992	48441.33	25.4175		

按理论值折算,成品每克应含胡椒碱0.7913mg。转移率= $0.7217/0.7913 \times 100\% = 91.2\%$ ,参考《中国药典》2020年版一部“葶苈”项下规定:含胡椒碱不得少于2.5%(25mg/g),含量低限= $10/320 \times 25 \times 91.2\% = 0.7125\text{mg/g}$ 。葶苈中实测胡椒碱的含量仅略高于药典标准,因此可以葶苈的指标限度作为标准。推荐匡迪-5标准为本品每1g含葶苈以胡椒碱计,不得少于0.71mg。

## 第二章 地格达-8散

### 一、质量标准

#### 地格达-8散 Digeda-8 San

**【处方】** 紫花地丁 100g      木鳖子仁(制) 80g      麦冬 80g  
木香 80g      金龙胆草 80g      黄连 50g  
秦艽 40g      黄柏 70g

**【制法】** 以上八味,分别挑选,粉碎成细粉,过筛,混匀,分装,即得。

**【性状】** 本品为黄绿色粉末,气微香,味苦。

**【鉴别】** (1)取本品,置显微镜下观察:海绵细胞类圆形,含草酸钙簇晶,直径11~40 $\mu\text{m}$ ;单细胞非腺毛,长32~240 $\mu\text{m}$ ,直径24~32 $\mu\text{m}$ ,具角质短线纹(紫花地丁)。子叶薄壁细胞多角形,内含脂肪油块和糊粉粒;脂肪油块类圆形,直径27~73 $\mu\text{m}$ ,表面可见网状纹理;草酸钙方晶存在于纤维束周围的薄壁细胞中;厚壁细胞椭圆形或类圆形,边缘波状,直径51~117 $\mu\text{m}$ ,壁厚,木化,胞腔明显,有的狭窄(木鳖子)。草酸钙针晶散在或成束存在于黏液细胞中,有的针晶直径至10 $\mu\text{m}$ (麦冬)。花粉粒类球形,直径10~26 $\mu\text{m}$ ,表面有木锉齿样突起;叶碎片黄绿色,表皮细胞波状,气孔不定式,副卫细胞4~5个,叶肉细胞类圆形,其中含有叶绿粒,有时可见草酸钙簇晶,直径4~10 $\mu\text{m}$ ,并有小型维管束;非腺毛大多碎断呈纤维样,顶端尖,完整者可达4mm,细胞相接处,略膨大似竹节状(龙胆草)。石细胞黄色,单个或成群,类圆形、长方形或纺锤形,纹孔及孔沟明显,有的可见层纹(黄连)。石细胞鲜黄色,类圆形或纺锤形,直径35~128 $\mu\text{m}$ ,有的呈分枝状,枝端锐尖,壁厚,层纹明显;纤维周围细胞中含有草酸钙方晶,形成晶纤维(黄柏)。

(2)取本品2g,加甲醇20ml,超声处理20分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加热水10ml,搅拌