

# 无名异的质量控制

陈新梅<sup>1\*</sup>, 王集会<sup>2</sup>

(1. 山东中医药大学药学院, 济南 250355; 2. 山东中医药大学实验中心, 济南 250355)

**[摘要]** 目的: 建立无名异的质量控制方法, 为全面评价无名异的质量提供科学依据。方法: 对 10 批不同产地的无名异进行外观检查、显微鉴别、重金属和砷盐检查、二氧化锰含量测定。结果: 10 批不同产地的无名异质量差异较大, 5 批药材重金属超标, 二氧化锰的含量相差较大。结论: 建立的无名异质量控制方法, 为无名异药材的生产、经营及鉴定提供科学依据。

**[关键词]** 矿物药; 无名异; 二氧化锰; 质量控制

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)17-0107-03

**[doi]** 10.11653/syfy2013170107

## Quality Controlling Methods of Pyrolusite

CHEN Xin-mei<sup>1\*</sup>, WANG Ji-hui<sup>2</sup>

(1. College of Pharmacy, Shandong University of Traditional Chinese Medicine, Ji'nan 250355, China;  
2. Experimental Research Center, Shandong University of Traditional Chinese Medicine, Ji'nan 250355, China)

**[Abstract]** **Objective:** Quality controlling method of Pyrolusite was established to evaluate the quality of Pyrolusite. **Method:** Appearance, microscopic observation, limit of heavy metal and Arsenic salt, content of MnO<sub>2</sub> were examined in 10 batches Pyrolusite from different districts of China. **Result:** Quality differences were obvious. Heavy mental exceeded standard of 5 batches. Difference of MnO<sub>2</sub> content was also obvious. **Conclusion:** Scientific methods of quality control of Pyrolusite is established to produce, manage, supply and identify.

**[Key words]** mineral drug; Pyrolusite; manganese dioxide; quality control

无名异(Pyrolusite)是氧化物类矿物软锰矿的矿石,主产于广西、广东、四川、湖北、山西、山东、陕西、青海等地<sup>[1]</sup>,具有去瘀止痛、消肿生肌的作用,常用于治疗跌打损伤、金疮痈肿<sup>[2-3]</sup>。笔者收集了广西、湖南、湖北、广东 4 个产地 10 个批次的无名异药材,对药材的性状、显微形态、砷盐和重金属限度检查以及锰含量进行分析,为无名异的鉴定和质量控制提供科学依据。

### 1 材料

DMWBA200VC 型光学显微镜(厦门麦克奥迪实业集团有限公司),DM2500 型数码摄像正置万能显微镜(LEICA),电热恒温水浴锅(北京市长风仪

器仪表公司),分析天平(BS110S 型北京赛多利斯天平公司)。

收集广西、湖南、湖北、广东 4 个产地 10 个批次的无名异原药材,经山东中医药大学周凤琴教授鉴定,均为正品,无名异的来源见表 1。

表 1 无名异的来源

No.	产地	厂家
1	广西	亳州永刚饮片厂
2	广西	亳州国一堂药业有限公司
3	广西	安国市蔺氏药材
4	广西	安国市冠达药材行
5	广西	安国市金草中药饮片公司
6	广西	河北金鹏药材行
7	湖南	安徽亳州药材市场
8	湖南	安国市德汇中药材公司
9	湖北	安徽亳州药材市场
10	广东	安国市冷背药材有限公司

### 2 方法

**2.1 药材外观** 将药材放光亮处,目视检查。

**2.2 粉末显微特征** 将无名异药材粉碎,过 80 目

[收稿日期] 20121207(013)

[基金项目] 《山东省中药炮制规范》2012 版修订项目

[通讯作者] \* 陈新梅, 博士, 副教授, 从事药剂学的教学与科研, E-mail: xinmeichen@126.com

筛,取粉末,用水合氯醛冷装片,使用光学显微镜观察其粉末特征,选取典型的特征进行拍照;将光学显微镜调至偏振光 100 倍下观察,拍照。

**2.3 砷盐和重金属检查** 参照《中国药典》2010 年版一部附录 IX F 第一法对无名异中的砷盐进行限度检查;参照《中国药典》2010 年版一部附录 IX E 第一法对无名异中的重金属进行限度检查<sup>[4]</sup>。

**2.4 锰的含量测定**<sup>[5]</sup> 取无名异药材,粉碎,过 80 目筛,取粉末 0.1 g,精密称定,置 250 mL 锥形瓶中,加磷酸 15 mL,30% 过氧化氢 5 mL,瓶口插一短颈小漏斗,于高温电热板(电灶)上溶解,待冒白烟后 2 min,取下冷却。加热水 100 mL,加 2% 硝酸银溶液 5 mL,30% 的过硫酸铵溶液 15 mL,煮沸至大气泡后持续 2 min,记录溶液的颜色,取下放冷。用 0.1 mol·L<sup>-1</sup> 的硫酸亚铁铵标准溶液滴定至浅红色,记录颜色,加 0.2% 的二苯胺磺酸钠指示液 5 滴后溶液变紫红色,继续滴定至紫红色消失,记录颜色及所消耗的硫酸亚铁铵标准溶液的体积 V。按下式计算锰含量。

$$\text{MnO}_2(\text{含量}) = \frac{1/5C_{\text{Fe}^{2+}} \times V_{\text{Fe}^{2+}} \times 86.94}{m_x} \times 100\%$$

其中  $m_x$  为取样量,  $V_{\text{Fe}^{2+}}$  为消耗滴定液的体积,  $C_{\text{Fe}^{2+}}$  为硫酸亚铁铵溶液的浓度 0.102 6 mol·L<sup>-1</sup>。

### 3 结果

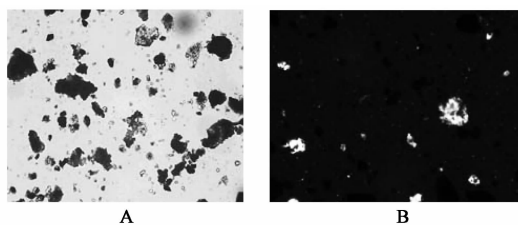
**3.1 药材外观** 本品为结核状、块状集合体,呈类球形或不规则块状,直径约 7~30 mm,也有细小者,大小不等。外表棕色、黑棕色或灰棕色,多无光泽,常被有黄棕色粉末。表面凹凸不平或呈瘤状突起,少数光滑。体较轻,质脆;敲之易成层状破碎,断面棕黑色,显半金属光泽,手触之稍有滑腻感,可染成棕黄色。微有土腥气,味淡。药材外观见图 1。



图 1 无名异的外观(×10)

**3.2 粉末显微特征** 在光学显微镜下可观察到各种不规则的棕褐色、烟灰色的粉末;在偏光显微镜下可观察到无名异呈块状或肾状集合体,零星分布、块状较厚、边界清晰;反射色呈灰白色微带乳黄色调,多色性明显<sup>[6]</sup>。结果见图 2。

**3.3 砷盐和重金属检查** 10 批无名异砷盐和重金属的限度检查结果见表 2。



A. 光学显微镜; B. 偏光显微镜

图 2 无名异的显微特征(×400)

表 2 10 批无名异砷盐和重金属的限度检查

No.	砷盐限度 ( $<20 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )	重金属限度 ( $<20 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )
1	合格	合格
2	合格	合格
3	合格	合格
4	合格	合格
5	合格	超标
6	合格	超标
7	合格	合格
8	合格	超标
9	合格	超标
10	合格	超标

**3.4 锰的含量测定** 10 批无名异中锰的含量测定结果见表 3。

表 3 10 批无名异锰的含量(以  $\text{MnO}_2$  计)测定( $\bar{x} \pm s$ ) %

No.	锰	No.	锰
1	15.78 ± 0.729 5	6	23.65 ± 0.213 8
2	14.34 ± 0.634 0	7	16.64 ± 0.145 7
3	6.16 ± 0.402 6	8	25.16 ± 0.504 8
4	19.20 ± 0.956 9	9	21.71 ± 0.969 7
5	23.57 ± 0.384 8	10	23.71 ± 0.638 8

### 4 讨论

从试验总体的结果来看,不同产地的无名异药材质量差异较显著,仅凭传统的性状和显微鉴别评价矿物药材质量优劣显然是不全面的,必须建立较完善的质量评价体系。因此,本研究对无名异进行了全面的考察,除性状和显微鉴别之外,本研究对无名异中的砷盐和重金属进行限度检查,并对无名异的主要成分二氧化锰进行含量测定,从而为全面评价无名异的质量,提高其质量控制水平,为无名异的生产、经营及鉴定提供科学依据<sup>[7]</sup>。

目前对无名异的研究多与骨伤有关。锰是多种酶的激活剂,能促进黏多糖的代谢,与骨的代谢密切相关,同时锰作为一种必需微量元素,对成骨不可缺少的<sup>[8]</sup>。因此笔者认为对无名异必须建立二氧化锰的测定方法。而本研究结果表明,不同产地的无名异药材中锰的含量差异较大,最大值和最小值的差异达 4 倍。因此笔者建议临床用药前,应根据锰

## 9种蓼科植物抗菌活性

王培卿<sup>1</sup>, 张橡楠<sup>2</sup>, 刘瑜新<sup>1,3</sup>, 李昌勤<sup>1</sup>, 康文艺<sup>1\*</sup>

(1. 河南大学中药研究所, 河南 开封 475004;

2. 河南医药技师学院, 河南 开封 475008; 3. 河南大学淮河医院, 河南 开封 475001)

**[摘要]** 目的: 研究9种蓼科植物的体外抗菌活性。方法: 采用纸片扩散法和多孔板法研究9种蓼科植物的不同提取物对金黄色葡萄球菌(SA)、耐甲氧西林的金黄色葡萄球菌(MRSA)和 $\beta$ -内酰胺酶阳性的金黄色葡萄球菌(ESBLs-SA)的抑制活性。结果: 四季红甲醇提取物和四季红乙酸乙酯提取物质量浓度在 $50 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 对SA, MRSA和ESBLs-SA的抑菌圈直径较大, 其中四季红乙酸乙酯提取物对3种菌均有抑制作用, MIC全部为 $0.0625 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ; 多孔板法中, 辣蓼乙酸乙酯提取物( $\text{IC}_{50} 0.45 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ )活性最好。结论: 实验证明蓼科植物提取物对SA, MRSA, ESBLs-SA有较好的抑制作用, 尤其是四季红和辣蓼的抗菌活性较显著。

**[关键词]** 蓼科; 抗菌活性; 金黄色葡萄球菌; 耐甲氧西林的金黄色葡萄球菌;  $\beta$ -内酰胺酶阳性的金黄色葡萄球菌

**[中图分类号]** R285.5 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)17-0109-04

**[doi]** 10.11653/syfj2013170109

## Antibacterial Activities of Nine Polygonaceae Plants

WANG Pei-qing<sup>1</sup>, ZHANG Xiang-nan<sup>2</sup>, LIU Yu-xin<sup>1,3</sup>, LI Chang-qin<sup>1</sup>, KANG Wen-yi<sup>1\*</sup>

(1. Institute of Chinese Materia Medica, Henan University, Kaifeng 475004, China;

2. Henan Institute of Medical Technical, Kaifeng 475008, China;

**[收稿日期]** 20121211(009)

**[基金项目]** 河南省教育厅自然科学基金(2009B360001); 河南大学校内基金(2011YBZR015)

**[第一作者]** 王培卿, 在读硕士, 从事中药活性成分及新药开发, Tel: 0378-3880680, E-mail: huobingstar@163.com

**[通讯作者]** \* 康文艺, 教授, 从事中药活性成分及新药研究, Tel: 0378-3880680, E-mail: kangwenyi@hotmail.com

含量调整用药剂量。

本试验所收集的10批无名异药材中, 有5批重金属限度超标。因此对矿物药的质量标准的制定迫在眉睫<sup>[9]</sup>, 否则将会制约矿物类中药产业的发展<sup>[10]</sup>。

### [参考文献]

- [1] 高小恒, 陈达艳, 薛进. 无名异本草考证[J]. 实用中医药杂志, 2011, 27(8): 555.
- [2] 柴林巧, 孙燕萍, 王科钦, 等. 无名异药理学研究概况[J]. 辽宁中医药大学学报, 2012, 14(6): 59.
- [3] 廖慧, 周常奇, 张平, 等. 活血祛瘀消肿膏用于治疗跌打损伤的临床疗效观察[J]. 中国医院用药评价与分析, 2012, 12(6): 538.
- [4] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010.

- [5] 孙文基, 谢世昌. 天然药物成分定量分析[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2003: 293.
- [6] 陈新梅. 矿物药无名异的显微观察[J]. 齐鲁药事, 2012, 31(9): 524.
- [7] 王德昌. 近年矿物药研究概况[J]. 中国实验方剂学杂志, 2003, 9(6): 63.
- [8] 彭丽华, 高俊熙, 萧永沁, 等. 外敷中药复方对促进骨折愈合的体外研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(1): 151.
- [9] 王旭, 于江泳, 倪龙, 等. 中成药本体对照标准幅度质量控制模式的探索[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(16): 274.
- [10] 肖永庆, 李丽, 张村, 等. 浅谈中药饮片生产、营销过程监管策略[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(8): 292.

[责任编辑 邹晓翠]