

江中牌健胃消食片快速鉴别法

刘艳*, 张勤, 王康

(襄阳市食品药品监督管理局, 湖北 襄阳 441021)

[摘要] **目的:** 针对市场上“江中牌”健胃消食片假(冒)品按现行标准鉴别、含量测定均合格的情况下, 建立其快速检验方法来鉴别该药品的真伪, 以适用于药品检测车上的准确快速筛查。**方法:** 根据“江中牌”健胃消食片的处方组成、质量标准的制法及市场上正品及假(冒)品的情况展开研究, 采用显微鉴别法结合薄层色谱法同时鉴别中成药山药。**结果与结论:** 该方法简便、快速、重复性好, 且成本低, 适用于药品检测车上“江中牌”健胃消食片的快速筛查, 增加了山药的显微和薄层鉴别, 补充了“江中牌”健胃消食片国家标准中的相关规定, 具有较强的实用性。

[关键词] 江中牌健胃消食片; 山药; 显微鉴别; 薄层色谱鉴别; 药品检测车

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)07-0103-05

Fast Identification Method of Jiangzhong Jianwei Xiaoshi Tablets

LIU Yan*, ZHANG Qin, WANG Kang

(Xiang Yang Institute for Food and Drug Control, Xiangyang 441021, China)

[Abstract] **Objective:** According to the market condition of the counterfeit of Jiangzhong Jianwei Xiaoshi tablets which were certified products under the present quality standard, a fast detection method was established, to accurately and rapidly screen on drug testing vehicles. **Method:** On the basis of the prescription, preparation technology, and market condition of the certified products and counterfeit, the drug *Dioscoreae Rhizoma* was identified by microscopic and TLC method. **Result:** The method is simple, rapid and reproduceable. The cost is low. **Conclusion:** It is suitable for rapid screening of Jiangzhong Jianwei Xiaoshi tablets on drug testing vehicles. The established method of detection on *Dioscoreae Rhizoma* by microscopic and TLC, which gives a supplement of the national standard, has a strong practicality.

[Key words] Jiangzhong Jianwei Xiaoshi tablets; *Dioscoreae Rhizoma*; microscopic identification; TLC identification; drug inspection vehicles

江中牌健胃消食片为市场上常用的促消化纯中药制剂, 且成分均由卫生部批准的“药食同源”中药配伍而成, 由江中药业股份有限公司独家生产。2010年3~10月我市药品检测车共抽验18批并发现14批标示该生产厂家的健胃消食片均为假(冒)品(厂家也认定为假冒品)。近年来, 其他省市药品质量公告中也屡屡出现江中牌健胃消食片的假(冒)品的身影^[1-3], 可见该品种假(冒)品在我国内地医药市场有泛滥之势。但按现行的质量标准即《中国药典》2005年版一部^[4]及其增补本^[5]、以及

《中国药典》2010年版一部^[6]进行检验, 鉴别项(1)(太子参)、(2)(山楂)薄层色谱鉴别均呈正反应, 且含量测定(陈皮)也符合规定; 检查项中仅质量差异不合格; 性状与标准描述不相符, 检验结果只能得出该十余批药品为劣药的结论。针对上述情况, 我们从该标准的制法上开展研究, 寻求一种能用于药品检测车快速定论其为假(冒)药的方法。

1 材料

1.1 仪器 OPTEC 奥特光学 BK 200 生物显微镜(能显微拍照), 酒精灯, 盖玻片, 载玻片, 滴管。

1.2 试药 山药对照药材(中国药品生物制品检定所, 批号 110891-200001), 太子参对照药材经湖北省食品药品监督管理局研究院中药室冯海龙主任药师鉴定为石竹科植物孩儿参 *Pseudostellaria*

[收稿日期] 20111102(012)

[通讯作者] *刘艳, 本科, 主管药师, 从事药品检验工作, Tel: 13871704273, E-mail: gao.xingke@163.com

heterophylla (Miq.) Pax ex Pax et Hoffm 的干燥根。薄层硅胶 G (青岛海浪硅胶干燥剂厂), 水合氯醛、甘油、二氯甲烷、乙酸乙酯等均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 显微鉴别

2.1.1 方法依据 按照《中国药典》2005 年版一部或增补本生产的江中牌健胃消食片, 仅山药、太子参是以生药原粉的形式投料, 而陈皮、山楂和麦芽(炒)三味均以浸膏的形式投料, 即理论上江中牌健胃消食片的显微特征中只能有山药、太子参的显微特征, 如果有非山药、太子参的显微特征就可以认定该药品是违规生产。

2.1.2 显微鉴别结果 根据该思路, 我们对表 1 中所列 18 批江中牌健胃消食片进行了显微鉴别(见文字描述和显微图片), 结果有 14 批均未检出按标准规定应见的药材特征, 却检出大量按标准规定不应有的药材特征。

2.1.2.1 正品山药的粉末显微特征^[6] 取山药对照药材粉末置显微镜下观察: 淀粉粒单粒扁卵形、三角状卵形、类圆形或矩圆形, 直径 8~35 μm , 脐点点状、人字状、十字状或短缝状, 可见层纹; 复粒稀少, 由 2~3 分粒组成(图 1)。草酸钙针晶束存在于黏液细胞中, 长约至 240 μm , 针晶粗 2~5 μm (图 2)。

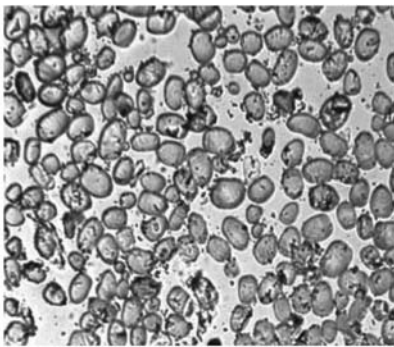


图 1 淀粉粒(水装片)

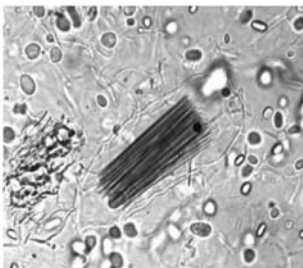


图 2 含草酸钙针晶束的粘液细胞

2.1.2.2 正品太子参的粉末显微特征^[6] 取太子参对照药材粉末置显微镜下观察: 薄壁细胞充满淀粉粒(图 3), 有的薄壁细胞中可见草酸钙

簇晶(图 4)。

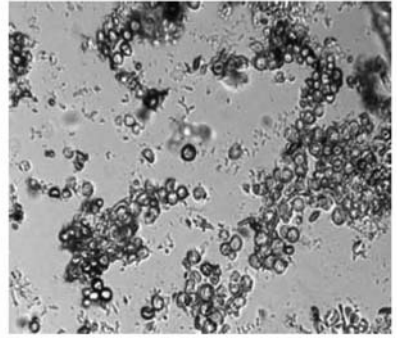


图 3 淀粉粒(水装片)

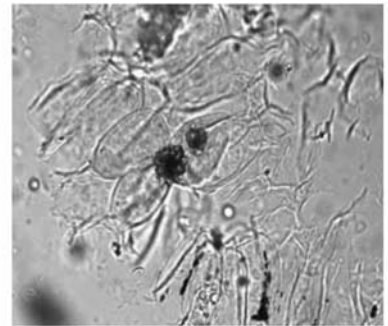


图 4 草酸钙簇晶

2.1.2.3 正品江中健胃消食片的显微特征 取样品(编号 15~18)粉末, 分别置显微镜下观察: 可见淀粉粒单粒扁卵形、三角状卵形、类圆形或矩圆形, 直径 8~35 μm , 脐点点状、人字状、十字状或短缝状, 可见层纹; 复粒稀少, 由 2~3 分粒组成(图 5)。草酸钙针晶束成束存在于黏液细胞中或散在, 长约至 240 μm , 针晶粗 2~5 μm (图 6)。

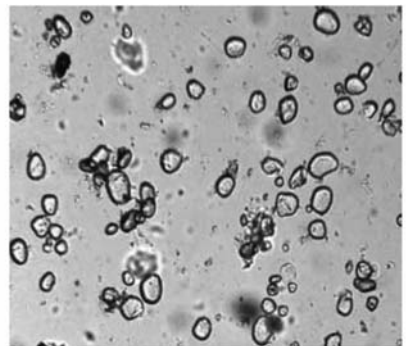


图 5 淀粉粒(水装片)

2.1.2.4 假(冒)品江中牌健胃消食片的显微特征 取样品(编号 1~13)粉末, 分别置显微镜下观察: 可见较多石细胞, 数个成群或单个散在; 呈类圆形、卵圆形、类方形、长条形、类多角形或类三角形, 直径 25~92 μm , 长至 176 μm ; 细胞壁近无色, 孔沟较密, 有的胞腔内含棕色或橙红色物(图 7~8)。纤维成束, 无色或淡黄色, 有的末端钝圆, 直径 13~27

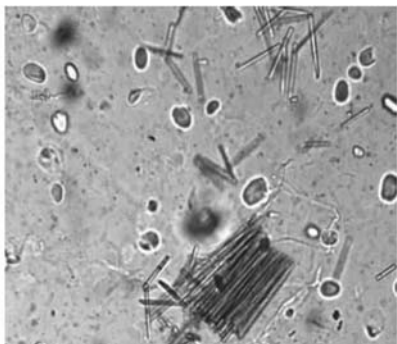


图6 含草酸钙针晶束的黏液细胞

μm ,壁较薄或极厚,有的可见不规则纵裂纹,孔沟不明显或细密(图9~10)。果皮表皮细胞表面观呈类圆形或类多角形,直径 $9\sim 30\ \mu\text{m}$,壁稍厚,胞腔内含黄棕色或红棕色物;断面观角质层厚 $14\sim 18\ \mu\text{m}$ (图11)。果肉薄壁细胞皱缩,细胞界限不甚清楚,胞腔内含棕色或橙红色物(图12)。草酸钙方晶单个散在于淡黄色薄壁组织中,呈方形、长方形、锥形或菱形,直径 $13\sim 47\ \mu\text{m}$ (图13)。

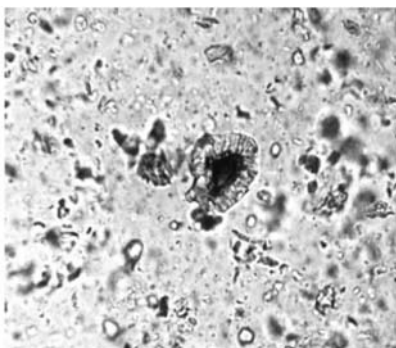


图7 单个石细胞

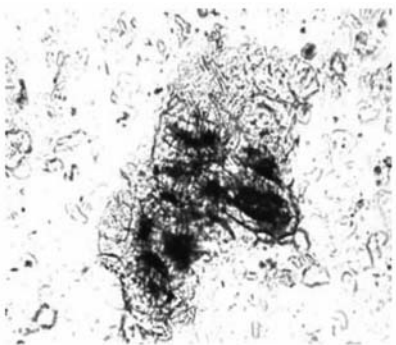


图8 石细胞群

取样品(编号14)粉末,置显微镜下观察:仅可见少数淀粉粒(图14)。

2.1.3 结果判断 根据该方法,我们对抽验的18批江中牌健胃消食片(均标示为江中药业股份有限公司生产,批准文号为国药准字Z20025003)进行显微鉴别,结果编号为1~13的样品均检出大量按标准

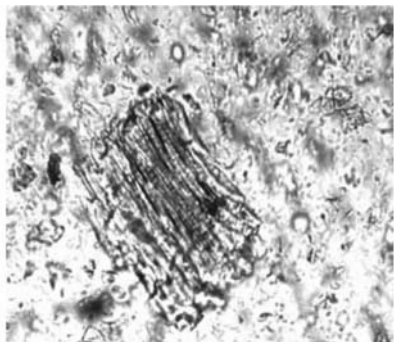


图9 假品中纤维束1

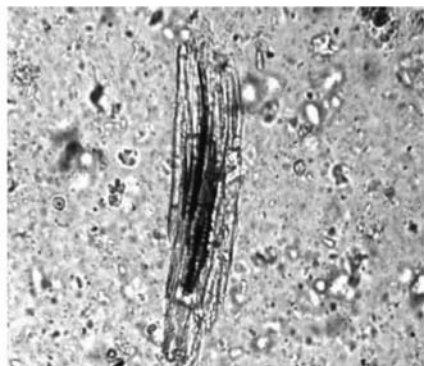


图10 假品中纤维束2

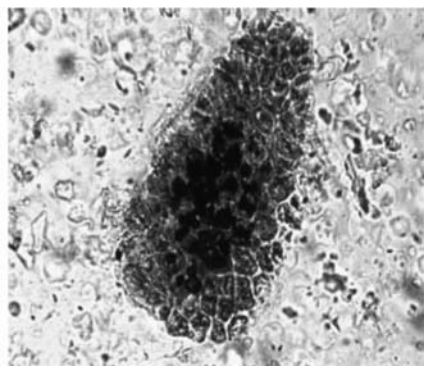


图11 假品中果皮表皮细胞

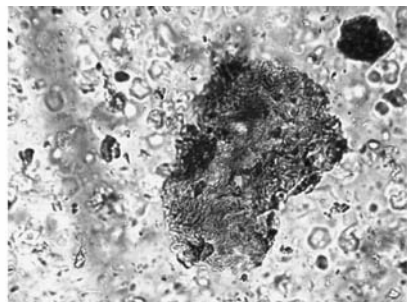


图12 皱缩的果肉组织碎片

规定不应有的植物特征:如石细胞(群)、厚壁纤维束、果皮及果肉碎片、草酸钙方晶成片存在于基本薄壁组织中等,而编号为14的样品则未检出应有的药材特征,从技术上佐证了其为假(冒)药的结论(表1)。

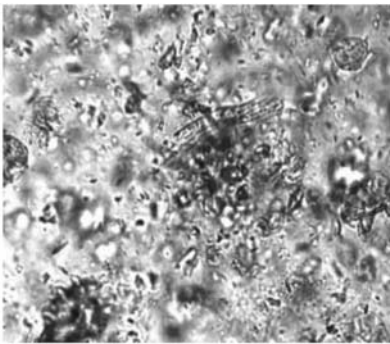


图 13 假品中草酸钙方晶

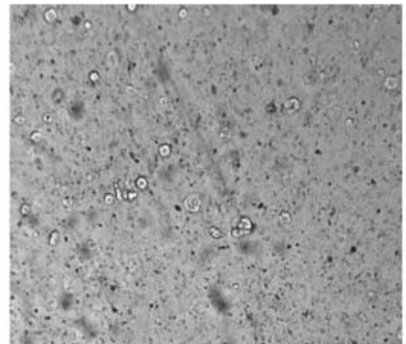


图 14 纯假药儿童装

表 1 江中牌健胃消食片检验数据

| No. | 检品批号 | 检品名称 | 供样单位 | 包装 | 效期 | 规格 | 检验结果 | 备注 |
|-----|----------|-------|----------------|--------|-----------|-----------------|------|-----------|
| 1 | 09110025 | 健胃消食片 | 枣阳市吴店镇泰康药店 | PVC 铝箔 | 2011-04 | 每片重 0.5 g | 不符合 | 性状不合格,含 |
| 2 | 10020069 | 健胃消食片 | 南漳县祝康药店 | PVC 铝箔 | 2011-7-1 | 每片重 0.5 g | 规定 | 量合格;显微特征 |
| 3 | 09110035 | 健胃消食片 | 南漳县祝康药店 | PVC 铝箔 | 2011-10-1 | 每片重 0.5 g | | 中可见多数石细 |
| 4 | 10020073 | 健胃消食片 | 枣阳市琚湾滚河大药房 | PVC 铝箔 | 2011-07 | 每片重 0.5 g | | 胞、少数厚壁纤维 |
| 5 | 10040075 | 健胃消食片 | 老河口市孟楼自然大药房 | PVC 铝箔 | 2011-09 | 每片重 0.5 g | | 束及少数果皮果肉 |
| 6 | 10010318 | 健胃消食片 | 枣阳市王城镇资山药店 | PVC 铝箔 | 2011-6-1 | 每片重 0.5 g | | 碎片等 |
| 7 | 09102504 | 健胃消食片 | 老河口市孟楼自然大药房 | PVC 铝箔 | 2011/10 | 每片重 0.8 g(薄膜衣片) | | |
| 8 | 10020712 | 健胃消食片 | 老河口市竹林桥康宁中西大药房 | PVC 铝箔 | 2012/01 | 每片重 0.8 g | | |
| 9 | 09110035 | 健胃消食片 | 枣阳市王城镇资山药店 | PVC 铝箔 | 2011-10-1 | 每片重 0.8 g(薄膜衣片) | | |
| 10 | 10010623 | 健胃消食片 | 枣阳市王城镇资山药店 | PVC 铝箔 | 2011-12-1 | 每片重 0.8 g(薄膜衣片) | | |
| 11 | 10020068 | 健胃消食片 | 枣阳市杨垱镇徐寨利民药店 | PVC 铝箔 | 2012-2-1 | 每片重 0.8 g(薄膜衣片) | | |
| 12 | 10010318 | 健胃消食片 | 襄樊市襄阳区程沙镇益民药店 | PVC 铝箔 | 2011-6-1 | 每片重 0.5 g | | |
| 13 | 10020069 | 健胃消食片 | 襄樊市襄阳区程沙镇益民药店 | PVC 铝箔 | 2011-7-1 | 每片重 0.5 g | | |
| 14 | 10020069 | 健胃消食片 | 枣阳市杨垱镇徐寨利民药店 | PVC 铝箔 | 2011-7-1 | 每片重 0.5 g | 不符合 | 性状不合格,含 |
| 15 | 10030050 | 健胃消食片 | 南漳县武安镇灵仙药店 | PVC 铝箔 | 2011-8-1 | 每片重 0.5 g | 规定 | 量测定结果为 |
| 16 | 10010021 | 健胃消食片 | 南漳县民生堂大药房 | PVC 铝箔 | 2011-6-1 | 每片重 0.5 g | | 0mg;显微特征中 |
| 17 | 10030008 | 健胃消食片 | 南漳县九集镇安康药店 | PVC 铝箔 | 2011-8-1 | 每片重 0.5 g | | 仅见少数淀粉粒 |
| 18 | 09110092 | 健胃消食片 | 南漳县祝康药店 | PVC 铝箔 | 2011-10-1 | 每片重 0.5 g | 符合规定 | 性状合格,含量 |

另外,按《中国药典》2005 年版一部、增补本或《中国药典》2010 年版一部制法生产的江中牌健胃消食片中,均仅山药、太子参是以生药原粉的形式投料的,理论上应该同时看到山药和太子参的显微特征,但我们在 4 批正品粉末(其中一批是由厂家提

供的)的显微鉴别中基本上只看到了山药的植物特征即淀粉粒和草酸钙针晶束,而太子参的显微特征(簇晶、淀粉粒)极少见,且其淀粉粒的大小和形状与山药的淀粉粒相差很大,因此我们对该品种的显微特征仅定为山药的淀粉粒和草酸钙针晶束。但该

质量标准中的鉴别项未收载显微鉴别,而显微鉴别操作简便、快捷、专属性强,且基本不需要成本,适合用于药品检测车的快速筛查。

2.2 薄层色谱

2.2.1 薄层鉴别方法的建立 按照《中国药典》2005年版一部及增补本、2010年版一部生产的江中牌健胃消食片,质量标准中均没有针对山药的薄层色谱鉴别项,在此特建立山药的薄层色谱鉴别方法。

2.2.2 方法与结果 取样品 15 g,研细,加二氯甲烷 80 mL,加热回流 2 h,滤过,取滤液置分液漏斗中,用水洗 3 次,每次 80 mL(除去辅料中的蔗糖等),分取二氯甲烷液,蒸干,残渣加二氯甲烷 2 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取山药对照药材 2 g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2010年版一部附录 VI B)试验,吸取上述两种溶液各 10 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以乙酸乙酯-甲醇-浓氨溶液(9:1:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10% 磷钼酸乙醇溶液,在 105 $^{\circ}$ 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。

2.2.3 结果判断 由薄层鉴别结果可知可看出,编号 1~14 的样品色谱中,在与山药对照药材色谱相应的位置上未显相同颜色的斑点;编号为 15~18 的样品色谱中,在与山药对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。即编号 1~14 的样品不含山

药,编号为 15~18 的样品含有山药,与显微鉴别结论一致。

3 讨论

根据《中国药典》2005年版一部及其增补本、以及《中国药典》2010年版一部,健胃消食片的质量标准处方项中太子参是君药,山药是臣药,山楂是佐药,而上述标准的鉴别项中均为两个薄层色谱鉴别,分别鉴别的是太子参和山楂,含量测定针对的是陈皮,整体标准中未见山药的任何检验项目;上述实验情况表明,我们对江中牌健胃消食片增设的显微鉴别、薄层色谱项,十分必要,且专属性强,简便快捷,有利于药品检测车快速鉴别江中牌健胃消食片的真伪。

[参考文献]

- [1] 广东省食品药品监督管理局. 关于发布 2008 年广东省药品生产企业、经营企业及使用单位评价性药品质量公告的通知[N]. 粤食药监稽[2009]104 号文件.
- [2] 湖北省食品药品监督管理局. 关于发布 2011 年第一季度《湖北省药品质量公告》的通知[N]. 2011.
- [3] 黑龙江省食品药品监督管理局. 黑食药监稽发[2011]122 号文件及药品质量公告[N]. 2011;1.
- [4] 中国药典. 一部[S]. 2005:567.
- [5] 中国药典. 增补本[S]. 2005:107.
- [6] 中国药典. 一部[S]. 2010:27,62,1001.

[责任编辑 蔡仲德]