

金礞石人工胃液和水溶性浸出物及其主要元素分析

王栋¹, 刘卉², 王伯涛^{1*}

(1. 南京工业大学药学院, 南京 211816;
2. 湖北省黄石市食品药品监督管理局, 湖北 黄石 435000)

[摘要] 目的: 分析金礞石人工胃液和水溶性浸出物及其主要元素, 为金礞石药用有效成分的研究提供参考资料。方法: 对金礞石药材进行人工胃液浸出和水煎煮浸出, 测定浸出率, 并采用 ICP-AES 测定浸出液中主要元素含量。结果: 样品的人工胃液浸出率在 5% 以上, 浸出液中主要元素为 Ca, Mg, 其次为 Fe, Al; 样品水煎煮的浸出率及各元素的浸出量均较低。结论: 金礞石在临床上多用于丸散少见于汤剂是有科学依据的, 其药用物质基础可能与 Ca, Mg 等人工胃液浸出元素有关。

[关键词] 金礞石; 浸出率; 浸出元素; 有效成分

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)12-0058-04

Analysis of Major Leaching Elements of Lapis Micae Aureum in Simulated Gastric Juice and Water Extract

WANG Dong¹, LIU Hui², WANG Bo-tao^{1*}

(1. School of Pharmaceutical Science, Nanjing University of Technology, Nanjing 211816, China;
2. Huangshi Institute for Food and Drug Control, Huangshi 435000, China)

[Abstract] **Objective:** To study the active component of Chinese traditional medicine Lapis Micae Aureum in simulated gastric juice and water extract. **Method:** Simulated gastric juice and boiled water were used for

[收稿日期] 20101116(002)

[基金项目] “十一五”国家科技支撑计划重点项目(2008BAI55B00)

[第一作者] 王栋, 硕士, 研究方向为药物分析, E-mail: dongwang86@163.com

[通讯作者] *王伯涛, 教授, 从事药物分析及质量评价研究, Tel: 025-58133721, E-mail: hywbt@sina.com

3.2 提取溶媒的选择 参考文献[6,8]方法, 选用含 5% 醋酸的 20% 甲醇溶液和三氯甲烷加氨水作为提取溶媒, 结果采用含 5% 醋酸的 20% 甲醇溶液为提取溶媒时, 制八角枫中八角枫碱的提取率高。

3.3 溶媒浓度及提取时间的选择 对溶媒中醋酸和甲醇的浓度、提取时间进行了考察, 结果采用含 5% 醋酸的 30% 甲醇溶液超声处理提取 50 min 制八角枫中八角枫碱可提取完全。

3.4 提取方法的考察 分别考察了超声处理、加热回流和索氏提取的方法对样品进行了, 结果八角枫碱的提取率无显著性差别, 但超声处理提取方法简便快速, 故选择超声处理作为本品的提取方法。

[参考文献]

[1] 中国药典. 一部[S]. 1977:6.

[2] 余启荣, 和芳, 高柏丽, 等. 制八角枫 HPLC 指纹图谱

研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(6):117.

[3] 贾敏如, 李星炜. 中国民族药志要[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2005:24.

[4] 杨仓良. 毒药本草[M]. 北京: 中国中医药出版社, 1993:172.

[5] 全国中草药汇编组. 全国中草药汇编(上册)[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1982:14.

[6] 石钺, 杨帅, 李开通. 高效液相色谱法测定风湿定胶囊中毒藜碱的含量[J]. 中国医院药学杂志, 2009, 29(1):87.

[7] 梁从庆, 李书渊, 房志坚. HPLC 法测定风湿定片中藜碱的含量[J]. 中药新药与临床研究药理, 2004, 15(4):268.

[8] 中国药典. 一部[S]. 2005:256.

[责任编辑 蔡仲德]

leaching, and then both of the leaching rates were measured. The major elements of the extracts were determined with ICP-AES. **Result:** The leaching rate of simulated gastric juice was above 5%, that's much higher than water leaching rate, which was less than 0.4%. The major leaching elements in extract of simulated gastric juice were Ca and Mg, and also there were some Fe and Al. **Conclusion:** It is reasonable that Lapis Micae Aureum usually used as pills and powder rather than decoction in clinical. Ca and Mg may relate to its therapeutical effect.

[**Key words**] Lapis Micae Aureum; leaching rate; leaching elements; active component

金礞石是传统矿物药,具有坠痰下气、平肝镇惊的功效,多用于顽痰胶结,咳逆喘急,癫痫发狂,烦躁胸闷,惊风抽搐等症^[1]。金礞石在临床上多以丸散入药,也可见于汤剂中。为了探讨金礞石药材的药用有效成分,更加科学地指导临床用药,本研究根据金礞石的人药特点,设计了人工胃液浸出和水煎煮浸出实验,对金礞石药材在两种条件下的浸出率和浸出元素进行了测定。根据实验结果,分析了金礞石中可被人体吸收的成分,并解释了其人工胃液的浸出机制。

1 材料

1.1 仪器与试药 Optima 2000DV 型电感耦合等离子体原子发射光谱仪(美国 Perkin Elmer 公司),药物溶出仪(天津大学无线电厂),数显鼓风干燥箱(上海博讯实业有限公司医疗设备厂),分析天平(德国赛多利斯股份公司),电热炉,盐酸(AR,上海中试化工总公司),测定浸出元素所用标准溶液规格及来源如表 1 所示,所用水为娃哈哈纯净水,一般试剂常规制备。

1.2 样品来源 金礞石药材样品 8 批,经本校药学院王伯涛教授鉴定为 Lapis Micae Aureum,见表 2。

表 1 ICP-AES 标准储备液

元素	规格	浓度/mg·L ⁻¹	来源
Al	GSB04-1713-2004	1 000	国家有色金属及电子材料分析测试中心
Ca	GSB04-1720-2004	1 000	国家有色金属及电子材料分析测试中心
Fe	GSB04-1726-2004	1 000	国家有色金属及电子材料分析测试中心
K	GSBG62011-90(1901)	1 000	国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院
Mg	GSBG62005-90(1201)	1 000	国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院
Si	GSB04-1752-2004	1 000	国家有色金属及电子材料分析测试中心
Ti	GSBG62014-90(2201)	1 000	国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院
Mn	GSBG62019-90(2502)	1 000	国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院

表 2 样品收集及鉴别情况

样品编号	来源	基源	药材鉴定结果 ¹	经验鉴别结果 ²
JC01	南京鹿江中药饮片厂	蛭石化的黑云母片岩	√	☆
JC03	安徽亳州市场	蛭石化的黑云母石英片岩	√	☆
JC04	安徽亳州市场	蛭石化的黑云母片岩	√	☆
JC07	安徽亳州市场	蛭石化的石英黑云母片岩	√	☆
JC08	安徽亳州市场	蛭石化的黑云母片岩	√	☆
JC09	安徽亳州市场	蛭石化的黑云母片岩	√	☆
JS03	南京药业股份有限公司	蛭石化的黑云母片岩	√	
JS08	西安中药饮片厂	蛭石化的黑云母片岩	√	

注 1. “√”符合《中国药典》规定;“×”不符合《中国药典》规定;2. “☆”经验鉴别认为质量较好。

1.3 ICP-AES 工作参数 仪器采用轴向方式观测,射频频率为 1 300 W,辅助气流速为 0.2 L·min⁻¹,雾化气流速 0.8 L·min⁻¹,等离子气流速 15 L·

min⁻¹。各元素的分析线为 Al(396.153 nm), Ca(317.933 nm), Fe(238.204 nm), K(766.490 nm), Mg(285.213 nm), Si(251.611 nm), Ti(334.940

nm), Mn(257.610 nm)。

2 方法及结果

2.1 人工胃液浸出 金礞石以丸散入药时,一次口服量在 3~5 g。本试验模拟人体内胃液浸出的环境,并参考 2010 年版《中国药典》二部“附录 XC 溶出度测定法”中第二法:浆法,设计的金礞石人工胃液浸出实验方法。

取金礞石药材细粉 6 g,精密称定,置溶出仪中,加入人工胃液 500 mL,在 37 °C 恒温、100 r·min⁻¹ 转速下溶出 5 h,取出滤过。取续滤液 50 mL,于已事先干燥至恒重的称量瓶中,水浴上蒸干,再于 105 °C 干燥至恒重,称重,以浸出残渣计算样品的人工胃液浸出率(%)。另取续滤液,用 ICP-AES 测定其中主要元素含量,见表 3。

表 3 人工胃液浸出液元素测定

样品	浸出率/%	元素/mg·L ⁻¹							
		Al	Ca	Fe	K	Mg	Si	Ti	Mn
JC01	5.62	3.63	31.89	12.57	0.45	6.59	-	-	0.77
JC03	5.94	-	40.9	9.98	0.44	14.36	-	-	0.63
JC04	10.56	-	104.26	19.12	2.66	29.33	-	0.03	0.42
JC07	5.49	-	49.35	19.49	4.48	20.32	-	-	1.64
JC08	7.16	2.76	62.32	7.24	4.16	30.09	-	-	0.4
JC09	5.66	54.45	63.04	53.72	18.55	33.28	10.43	0.13	2.26
JS03	5.47	16.36	42.21	9.32	1.23	12.48	-	-	1.4
JS08	12.17	5.07	59.04	23.33	0.1	43.8	-	0.11	1.03

注:ICP-AES 测定结果由南京工业大学材料学院分析测试中心提供。

2.2 水煎煮浸出 本试验模拟普通汤剂的煎煮过程,并参考 2010 年版《中国药典》一部“附录 XA 浸出物测定法”中水溶性浸出物热浸法,设计金礞石水煎煮浸出试验方法。

取金礞石样品细粉 10 g,精密称定,置锥形瓶中,加水 100 mL,静置 1 h 后,回流煮沸 30 min。待

冷却后,滤过。取续滤液 25 mL,于已事先干燥至恒重的称量瓶中,水浴上蒸干,再于 105 °C 干燥至恒重,称重,以进出残渣计算样品的水煎煮浸出率(%)。另取续滤液,用 ICP-AES 测定其中主要元素的含量,见表 3。

2.3 结果 金礞石药材中各元素分析结果见表 4。

表 4 水煎煮浸出物分析

样品	浸出率/%	元素/mg·L ⁻¹							
		Al	Ca	Fe	K	Mg	Si	Ti	Mn
JC01	0.27	1.74	3.05	1.46	0.66	0.94	3.96	0.09	0.02
JC03	0.18	0.37	0.33	0.86	0.07	0.22	-	0.03	0.01
JC04	0.08	0.61	0.24	1.02	0.07	0.37	-	0.06	0.01
JC07	0.32	0.04	0.19	0.58	0.02	0.06	-	0.00	0.00
JC08	0.14	1.67	3.19	1.70	0.89	1.72	-	0.11	0.01
JC09	0.26	0.42	1.47	0.48	0.44	0.46	-	0.03	0.01
JS03	0.23	1.73	3.24	1.30	0.87	0.60	9.95	0.07	0.02
JS08	0.21	1.79	0.99	2.88	0.50	1.48	10.54	0.23	0.04

注:ICP-AES 测定结果由南京工业大学材料学院分析测试中心提供。

3 讨论

由以上的实验数据可以发现,样品的人工胃液浸出率远远高于水煎煮浸出率,样品的人工胃液浸出率都在 5% 以上,水煎煮率均低于 0.4%,这从一定角度反映了在用药上,金礞石多入丸散,少见汤剂是有其科学依据的。人工胃液浸出液中 Ca, Mg 含量最高,其次为 Fe, Al;水煎煮液中各元素的浸出

量则极低。现代药理研究表明, Ca, Mg 都可以起到降低神经细胞的兴奋性,维持肌肉的正常兴奋的作用^[2-3],这与传统中医认为金礞石可以镇惊、解挛是一致的。因此,金礞石中 Ca, Mg 是否与药材的药理作用相关值得进一步的研究。

对样品的人工胃液浸出元素进行进一步分析发现,人工胃液中各元素的浸出量与药材中元素组成

不成比例。样品中含量最高的 Si 在人工胃液中几乎没有浸出,而含量较低的 Ca 则浸出量最大,这说

明金礞石的人工胃液浸出机理与其矿物组成及结构特点密切相关。

表 5 金礞石样品元素分析

%

样品	Al ₂ O ₃	CaO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	MgO	SiO ₂	TiO ₂	MnO
JC01	14.85	1.23	9.50	3.99	8.08	53.17	1.05	0.10
JC03	14.97	0.99	9.98	3.44	7.35	54.03	1.31	0.10
JC04	13.54	2.52	12.78	4.68	11.41	39.60	4.34	0.06
JC07	14.31	0.86	9.26	3.94	8.13	55.47	0.97	0.10
JC08	16.78	1.05	9.81	6.15	13.03	41.97	2.43	0.05
JC09	14.79	0.93	10.24	4.45	8.02	54.43	1.18	0.10
JS03	15.20	1.31	10.12	3.78	8.81	53.18	1.14	0.12
JS08	12.59	1.63	11.88	2.44	11.89	45.21	1.85	0.12

注:金礞石样品的元素分析结果由南京工业大学材料学院分析测试中心采用 X 射线荧光光谱法测得。

金礞石药材的主要矿物组成为蛭石、黑云母及黑云母-蛭石间层结构,常见伴生矿物为石英,此外部分样品中还伴生有少量角闪石^[4]。结合实验结果和药材的结构特点,作者认为金礞石的人工胃液浸出过程分为以下 2 个部分:一是 H⁺ 对蛭石、黑云母结构层的溶蚀作用,二是 H⁺ 对石英、斜长石、角闪石等伴生矿物的溶蚀作用。

H⁺ 对蛭石、黑云母结构层的溶蚀作用可分为 2 种:H⁺ 与蛭石层间阳离子的交换作用和 H⁺ 对蛭石、黑云母结构层的酸蚀破坏作用。蛭石层间阳离子具有可交换作用,在人工胃液浸出过程中,半径较小的 H⁺ 容易进入结构层将其替换出来。蛭石层间的水化阳离子主要是 Ca 和 Mg,因此在样品的的人工胃液浸出液中,Ca 和 Mg 的含量最高。此外,H⁺ 还可以与蛭石、黑云母中结构 OH 结合,生成水分子,使结构层破坏^[5]。但是由于结构 OH 都位于结构层中间,仅部分结构边缘、结构缺陷处的 OH 可以与 H⁺ 接触而发生反应,因此 H⁺ 对结构层的破坏作用有限,Fe,Al,Si 等的溶出度较低。

对于主要伴生矿物石英,其结构紧密,化学性质稳定,不溶于水和盐酸,在人工胃液浸出条件下不溶

出。因此虽然金礞石样品中石英含量较高,但是人工胃液浸出液中 Si 含量却很低,实验中浸出的 Si 也是由 H⁺ 对蛭石、黑云母结构层的酸蚀作用所造成。角闪石由于在样品中含量很低,对人工胃液的溶出影响较小。

人工胃液浸出与金礞石药材的矿物组成和结构密切相关,浸出率的高低可以反映出样品的结构特点,对药材的质量评价也具有一定参考价值。

[参考文献]

- [1] 中国药典.一部[S].2005.154.
- [2] 陈诗书.医学生物化学[M].北京:科学出版社,2004:380.
- [3] 周新,涂植光.床生物化学和生物化学检验[M].北京:人民卫生出版社,2003:338.
- [4] 国家中医药管理局《中华本草》编委会.中华本草[M].上海:上海科学技术出版社,1999:295.
- [5] 彭同江,刘福生,张宝述,等.金云母-蛭石间层矿物的酸浸取物与酸蚀机理研究[J].岩石矿物学杂志,2005,24(6):622.

[责任编辑 蔡仲德]