

原子吸收法建立舒筋活血中成药的无机元素的控制方法的探讨

张奇凤¹, 范玖玖², 王官民¹, 涂龙飞¹, 王 晟¹

1. 南昌大学应用化学研究所, 江西 南昌 330047

2. 中药固体制剂制造技术国家工程研究中心, 江西 南昌 330006

摘 要 人们已认识到无机元素与中成药的疗效有密切相关。但是在研究舒筋活血中成药化学成分的质量控制时, 无机成分常被忽视。文章用原子吸收光谱法, 测定了中成药大活络丸和几种中药中 15 种无机元素 Cu, Ca, Fe, K, Mg, Mo, Ni, Sr, V, Mn, Zn, Na, Cr, Cd 和 Hg 的含量, 探讨了无机元素与中药的药效关系, 并通过大活络丸与几种中药所含无机元素含量的对照比较, 得出大活络丸中 Fe, Cu, Mn 和 Zn 等与药效之间的关系。中成药大活络丸中所含一定量的 Fe, Cu, Mn 和 Zn 等微量元素与其祛风除湿, 理气豁痰, 舒筋活络等药效存在一定关联。对大活络丸的无机元素测定与分析可为今后其指纹图谱的建立提供数据和参考依据。

关键词 原子吸收光谱; 大活络丸; 无机元素

中图分类号: O657.3 文献标识码: A 文章编号: 1000-0593(2007)12-2595-03

引 言

大活络丸始于明代《奇效良方》, 原名“大神效活络丹”, 从古到今临床应用广泛, 在国内外享有盛名。中医临床上常用大活络丸治疗因气血双亏、肝肾不足和风痰阴络引起的中风、痹证、胸痹等, 或风寒湿痹、关节疼痛。

近年来, 随着对中医药无机元素研究的不断深入, 人们认识到中成药中无机元素与疗效密切相关。无机元素与有机成分相互协同、相互渗透, 共同发挥疗效^[1]。中药成分的有机成分的指纹图谱的建立已有报道。无机元素的质量控制是有机成分控制的补充。中成药的质量评价和中成药的质量标准现代化一直是中成药出口与国际接轨研究的难点与重点, 如何有效地评价中成药的质量, 保证其疗效是一个亟待解决的问题^[2]。

无机元素的质量控制还未见报道^[3, 4], 由于中成药的基体复杂, 协同、拮抗作用千变万化, 靠单一控制每个元素是行不通的。通过研究探讨认为, 用原子吸收法建立中成药中无机元素的质量控制是较科学的方法^[5, 6]。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

Z 8000 型偏振塞曼原子吸收分光光度仪(日本日立公司

制造), 仪器测试条件见表 1 和表 2。

试剂: HNO_3 和 HClO_4 为 AR 级, V, Mo, Ni 和 Hg 标准溶液储备液浓度为 $100 \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ 。

实验中所用玻璃器皿均用 HNO_3 (1: 1) 浸泡 24 h, 然后用去离子水洗干净, 晾干, 防尘储藏备用。

1.2 样品采集

各种中成药均为市售, 详见表 3。

1.3 样品处理

准确称取样品 1 g 左右, 置于 100 mL 烧杯中, 分别加入 6 mL HNO_3 和 2 mL HClO_4 浸置过夜。在电炉上加热消化至清亮。再加入 5 mL 1: 1 HNO_3 煮沸, 待冷却后, 用蒸馏水定容于 50 mL 容量瓶中, 摇匀, 备用。

2 结果与讨论

(1) 样品测定结果见表 4。采用标准加入法与本方法进行考察, 其回收率为 91.3% ~ 104%, 测定结果的数据可靠。

(2) 从表 4 可见, 江西樟树制药厂生产的大活络丸, 生产批号不同, 无机元素的含量有波动。我国中药质量控制模式用简单的化学定性分析, 乃至有效成分含量测定等化学药品质量控制模式, 即分解模式是行不通的。中成药是由多种中药材组成方剂的, 机体复杂, 各种无机元素变化大, 加上其

收稿日期: 2006-10-08, 修订日期: 2007-01-09

基金项目: 江西省科学技术委员会工业攻关项目, 江西省自然科学基金重点项目(0040019)和江西科技厅工业科技重点项目(200120205700)资助

作者简介: 张奇凤, 女, 1951 年生, 南昌大学应用化学研究所教授 e-mail: zqf@ncu.edu.cn

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

Table 1 Conditions of FAAS for determination

元素	波长/nm	光谱通带/nm	灯电流/ mA	乙炔压力/(kg cm ⁻²) (L • min ⁻¹)	空气压力/(kg cm ⁻²) (L • min ⁻¹)
铜	324.8	1.3	7.5	0.3(2.3)	1.6(9.5)
钙	422.7	0.4	7.5	0.3(2.3)	1.6(9.5)
铁	248.3	0.2	10.0	0.3(2.3)	1.6(9.5)
钾	766.5	1.3	10.0	0.3(2.3)	1.6(9.5)
镁	285.2	0.2	10.0	0.35(2.5)	1.6(9.5)
锶	460.7	1.3	1.0	0.25(2.0)	1.6(9.5)
锰	279.6	0.4	7.5	0.3(2.3)	1.6(9.5)
锌	213.8	1.3	10.0	0.2(2.0)	1.6(9.5)
钠	589.0	0.4	10.0	0.25(2.2)	1.6(9.5)

Table 2 Conditions of GFAAS for determination

元素	波长/nm	光谱通带/nm	灯电流/ mA	干燥/℃ 30 s	灰化/℃ 30 s	原子化/℃ 10 s	除残/℃ 3 s
镉	228.8	1.3	7.5	80~120	300	1 500	1 800
镍	232.0	0.2	10.0	80~120	700	2 700	2 800
钼	313.3	0.4	15.0	80~120	1 000	2 700	2 800
钒	318.4	0.4	12.5	80~120	900	3 000	3 000
铬	359.3	1.3	7.0	80~120	700	2 800	3 000
汞	253.7	1.3	6.0	80~120	150	1 500	1 800

Table 3 Actions and indications of samples

样品名称	生产厂家	功能与主治
大活络丸	江西樟树制药 (批号: 041117、041012、041118、970811)	祛风止痛、除湿豁痰、舒筋活络。用于中风痰厥引起的瘫痪、足萎痺痛、筋脉拘急、腰腿疼痛及跌打损伤、行走不便、胸痹等症。
大活络丸	江西樟树制药厂(浓缩型, 批号 050830)	(同上)
大活络丸	武汉中联药业集团股份有限公司(批号: 057040)	(同上)
大活络丸	广州陈李济药厂	(同上)
乌鸡白凤丸	江西樟树制药厂	益气养血、调经止带。月经不调、行经腹痛、崩漏带下、少腹冷痛、体弱乏力、腰酸腿软、产后虚弱、阴虚盗汗。
板兰根冲剂	江西南昌白马庙制药厂	清热解毒。用于病毒性感冒、咽喉肿痛。
板兰根冲剂	南昌济生制药厂	(同上)
香砂养胃丸	武汉市健民制药厂	温中和胃。用于不思饮食、呕吐酸水、胃脘满闷、四肢倦怠。
VC 银翘片	江西德兴大茅山制药厂	清热解毒、散风解表。用于流行性感冒引起的发热头痛、咳嗽、口干、咽喉疼痛。
穿心莲片	黑龙江省一面坡制药厂	清热解毒、凉血消肿。用于感冒发热、咽喉肿痛、口舌生疮等。
七厘散	北京同仁堂制药厂	活血化瘀、消肿止痛。跌打损伤、闪腰岔气、伤筋动骨、瘀血不散、红肿疼痛、外伤出血。

Table 4 Determination results of samples(μg • g⁻¹)

药品名	Cu	Ca	Fe	K	Mg	Mo	Ni	Sr	V	Mn	Zn	Na	Gr	Cd	Hg	批号
大活络丸 1	6.46	5 848.0	827.0	2 795.0	1 024.0	0.38	1.54	1.10	2.63	34.80	20.86	2 574.0	6.61	未测出	未测出	041117
大活络丸 2	6.7	7 419.0	559.0	2 995.0	1 220.0	0.27	2.90	0.95	2.65	35.43	23.62	2 440.0	5.24	0.23	未测出	041012
大活络丸 3	6.29	7 014.0	533.0	2 846.0	1 204.0	0.40	2.53	0.97	3.12	36.78	49.95	1 507.0	6.83	0.23	未测出	041118
大活络丸 4	6.77	6 885.0	445.0	2 741.0	929.0	0.46	1.80	1.00	1.12	35.59	26.54	1 137.0	2.69	0.23	未测出	970811
大活络丸浓缩型	14.18	13 876.0	1279.6	7 349.0	2 253.5	1.58	6.96	25.65	1.90	119.50	47.24	2 438.34	9.06	4.41	未测出	050830
大活络丸	4.98	7 354	702.2	3 241	1 142.25	0.98	4.04	16.82	0.30	32.04	23.81	1 416.85	未测出	0.17	未测出	057040
大活络丸	5.20	7 366	694.2	3 516.5	1 025.85	0.06	3.66	16.27	0.34	31.78	24.98	1 693.1	1.34	0.16	未测出	广州陈李济
乌鸡白凤丸	14.74	3 162.0	735.0	2 250.0	777.0	2.23	1.88	14.87	25.68	19.25	37.12	1 235.0	2.72	0.37	未测出	江西樟树
板兰根冲剂 1	3.64	1 024.0	23.34	1 314.0	1058.0	未测出	0.48	10.38	62.42	2.44	20.37	436.0	0.44	0.36	未测出	
板兰根冲剂 2		2 030.0	106.98	1 859.5	1 090.2	0.09	未测出	3.65	0.53	3.99	5.10	414.32	0.07	未测出	0.02	南昌济生
香砂养胃丸	10.59	2 265.0	564.0	1 545.0	2 267.0	0.19	5.17	1.56	1.33	78.77	30.35	521.0	2.66	未测出	未测出	
VC 银翘片	1.18	11 282.0	141.0	8 511.0	1 966.0	未测出	3.00	0.44	0.40	56.13	9.14	6 013.0	0.74	未测出	未测出	
穿心莲片	3.9	2 526.0	27.65	19 585.0	4 766.0	未测出	1.92	11.09	未测出	1.03	26.46	271.0	1.47	0.06	未测出	
七厘散	7.81	901.0	454.0	3 131.0	742.0	未测出	3.25	5.15	未测出	15.42	80.37	1 729.0	1.11	未测出	未测出	

他因素的影响,使分解模式的局限性越来越明显。从综合角度来研究中成药的质量,用指纹图谱控制中成药无机元素的质量比较合理^[7]。

(3) 生产批号不同而引起无机元素含量的波动提示我们,进厂中药材的无机元素应该加以控制,以便有效地缩小中成药的无机元素的波动范围,保证中成药中无机元素的可控性。

(4) 中药的剂型不同,无机元素含量不同,生产工艺不同,无机元素含量也不同。江西樟树制药厂生产的浓缩型大

活络丸,工艺是经过煮沸后过滤,浓缩制造成的。过滤后的药渣滓全部倒掉,可以预测,浓缩型的大活络丸中无机元素含量会低。可是从表 4 可见,实际测定结果浓缩型的大活络丸中无机元素含量高反而偏高。所以,浓缩型要另外建立无机元素指纹图谱。

(5) 从表 4 可见,不同厂家生产的大活络丸,无机元素波动更大,这给建立全国统一指纹图谱带来一定难度。在建立全国统一指纹图谱时,应将样品量尽量取多些,以使更具有代表性。

参 考 文 献

- [1] CAO Zhiquan, SUN Zuomin, SUN Aizhen(曹治权,孙作民,孙爱贞). Trace Elements and Chinese Medication(微量元素与中医药). Beijing: Chinese Medicine Press of China(北京:中国中医药出版社), 1993. 5.
- [2] ZENG Bailin, CHEN Qixia, JU Mingqiao(曾白林,陈启霞,居明乔). Li Shizhen Medicine and Materia Medical Research(时珍国医国药), 2001, 12(7): 658.
- [3] ZHANG Qifeng, LIU Qin, YAO Xing, et al(张奇凤,刘琴,姚兴,等). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2004, 24(3): 366.
- [4] ZHANG Qifeng, FAN Meimei, WU Yiyang, et al(张奇凤,范玫玫,吴义洋,等). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2004, 24(4): 481.
- [5] XIE Peishan(谢培山). Traditional Chinese Drug Research & Clinical Pharmacology(中药新药与临床药理), 2002, 13(4): 201.
- [6] XIE Peishan(谢培山). World Science and Technology/Modernization of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica(世界科学技术-中药现代化和质量控制), 2003, 5(3): 56.
- [7] XIE Peishan(谢培山). Traditional Chinese Drug Research & Clinical Pharmacology(中药新药与临床药理), 2001, 12(3): 188.

Exploration of Quality Control of Inorganic Elements in Chinese Herbal Medicines for Stimulating Blood Circulation and Relaxing Muscles and Joints by Atomic Absorption Spectrophotometry

ZHANG Qifeng¹, FAN Meimei², WANG Guamin¹, TU Longfei¹, WANG Cheng¹

1. Institute of Applied Chemistry, Nanchang University, Nanchang 330047, China

2. National Pharmaceutical Engineering Center, Nanchang 330006, China

Abstract Researches have shown the close relationships between inorganic elements and curative efficiencies of various Chinese herbal medicines. Yet, in studies of chemical composition and quality control of Chinese herbal medicines for stimulating blood circulation and relaxing muscles and joints, inorganic substances are often overlooked. In order to improve and reestablish the standard of quality control of Chinese herbal medicines, the authors attempted a method that would incorporate the composition of inorganic elements as part of the quality control. In the present study, the authors used atomic absorption spectrophotometry to measure the contents of fifteen inorganic elements, namely, Cu, Ca, Fe, K, Mg, Mo, Ni, Sr, V, Mn, Zn, Na, Cr, Cd, and Hg, in several Chinese herbal medicines, including *Da Huo Luo Wan*. The authors then discussed the relationship between these inorganic elements and curative efficiencies of these Chinese herbal medicines. By comparing the levels of inorganic elements found in *Da Huo Luo Wan* with those found in other Chinese herbal medicines used in the study, it was revealed that trace elements, Fe, Cu, Mn, and Zn, contribute to the curative efficiency of *Da Huo Luo Wan*. The authors' results showed that the amounts of trace elements Fe, Cu, Mn and Zn found in Chinese herbal medicine *Da Huo Luo Wan* are related to the following curative effects of *Da Huo Luo Wan*: relieving rheumatism, rectifying breathing and alleviating phlegm, stimulating blood circulation and relaxing muscles and joints. The measurement and analysis of inorganic elements in *Da Huo Luo Wan* will also provide evidences and references for the fingerprint establishment of *Da Huo Luo Wan* in the future.

Keywords AAS; *Da Huo Luo Wan*; Inorganic elements

(Received Oct. 8, 2006; accepted Jan. 9, 2007)