

附件：槟榔四消丸（大蜜丸）公示稿

槟榔四消丸（大蜜丸）

Binglang Sixiao Wan

【处方】 槟榔 200g 酒大黄 400g 炒牵牛子 400g
 猪牙皂（炒） 50g 醋香附 200g 五灵脂（醋炙） 200g

【制法】 以上六味，粉碎成细粉，过筛，混匀。每 100g 粉末加炼蜜 110~130g 制成大蜜丸，即得。

【性状】 本品为黄褐色的大蜜丸；气微香，味甜、苦、微辛。

【鉴别】 （1）取本品，置显微镜下观察：草酸钙簇晶大，直径 60~140 μ m（酒大黄）。分泌细胞类圆形，含黄棕色至红棕色分泌物，其周围细胞作放射状排列；纤维束红棕色或黄棕色，细长，壁甚厚（醋香附）。纤维束淡黄色，周围细胞含草酸钙方晶及少数簇晶，形成晶纤维，并常伴有类方形厚壁细胞（猪牙皂）。种皮栅状细胞淡棕色或棕色，长 48~80 μ m（炒牵牛子）。内胚乳细胞碎片无色，壁较厚，有较多大的类圆形纹孔（槟榔）。

（2）取本品 12g，剪碎，加甲醇 8ml，研磨使溶散，加乙醚 20ml，在 60 $^{\circ}$ C 水浴加热回流 30 分钟，滤过，滤液加水 5ml，振摇，分取乙醚液，用无水硫酸钠 1g 脱水，乙醚液挥干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取大黄对照药材、槟榔对照药材各 0.3g，分别加甲醇 3ml，超声处理 10 分钟，取上清液作为对照药材溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 3~6 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-甲酸（12：3：0.1）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，在与两种对照药材色谱相应的位置上，分别显相同颜色的荧光斑点。

（3）取香附对照药材 0.5g，加甲醇 3ml，超声处理 10 分钟，取上清液作为对照药材溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取上述对照药材溶液和[鉴别]（2）项下的供试品溶液各 5~6 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（9.3：1）为展开剂，展开，展距 11cm，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视，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；喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰，在室

温放置 20~30 分钟，置紫外光灯（365nm）下检视，供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显一个相同的蓝紫色荧光斑点。

（4）取本品 8g，剪碎，加水 50ml 煎煮 20 分钟，放冷，离心，取上清液用盐酸调节 pH 值至 1~2，用乙酸乙酯 30ml 振摇提取，分取乙酸乙酯液，回收溶剂至干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取牵牛子对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。再取咖啡酸对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-甲酸（75：25：10：6）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，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（5）取本品 8g，剪碎，加三氯甲烷 20ml，浸泡 4 小时，滤过，滤液浓缩至 1ml，作为供试品溶液。另取五灵脂对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90℃）-乙酸乙酯（3：1）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，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定（通则 0108）。

【含量测定】 槟榔 照高效液相色谱法（通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以强阳离子交换键合硅胶为填充剂（SCX-强阳离子交换树脂柱）；以乙腈-0.5%磷酸溶液（浓氨试液调节 pH 值至 3.8）（30:70）为流动相；检测波长为 215nm。理论板数按槟榔碱峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取氢溴酸槟榔碱对照品适量，精密称定，加乙腈-0.5%磷酸溶液（30:70）制成每 1ml 含 30 μ g 的溶液，即得（槟榔碱重量=氢溴酸槟榔碱重量/1.5214）。

供试品溶液制备 取重量差异项下的本品，剪碎，混匀，取 2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入乙腈-0.5%磷酸溶液（30:70）25ml，密塞，称定重量，加热回流 30 分钟，放冷，再称定重量，用乙腈-0.5%磷酸溶液（30:70）补足缺失的重量，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 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每丸含槟榔以槟榔碱（ $C_8H_{13}NO_2$ ）计，不得少于 1.0mg。

酒大黄 照高效液相色谱法（通则0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇为流动相 A，0.1%磷酸溶液为流动相 B 按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 254nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于 8000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	64	36
10~25	64→70	36→30
25~60	70→80	30→20

对照品溶液的制备 取芦荟大黄素对照品、大黄酸对照品、大黄素对照品、大黄酚对照品、大黄素甲醚对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含芦荟大黄素、大黄素甲醚各 5 μ g，大黄酸、大黄素各 10 μ g、大黄酚 22 μ g 的混合溶液，即得。

供试品溶液制备 取重量差异项下的本品，剪碎，混匀，取 1.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，称定重量，浸泡 10 小时以上，用玻棒搅拌使样品溶散，用数滴甲醇冲洗玻棒于锥形瓶中，置 80 $^{\circ}$ C 水浴加热回流 15 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，或挥散至原重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 5ml，置烧瓶中，挥去溶剂，加 8% 盐酸溶液 10ml，超声处理（功率 1000W，频率 120KHz）2 分钟，再加三氯甲烷 10ml，置 85 $^{\circ}$ C 水浴加热回流 1 小时，放冷，置分液漏斗中，用少量三氯甲烷洗涤容器，并入分液漏斗中，分取三氯甲烷层，酸液再用三氯甲烷提取 2 次，每次 10ml，合并三氯甲烷液，回收溶剂至干，残渣加甲醇使溶解，转移至 10ml 量瓶中，加甲醇至刻度，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 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每丸含酒大黄以芦荟大黄素（ $C_{15}H_{10}O_5$ ）、大黄酸（ $C_{15}H_8O_6$ ）、大黄素（ $C_{15}H_{10}O_5$ ）、大黄酚（ $C_{15}H_{10}O_4$ ）和大黄素甲醚（ $C_{16}H_{12}O_5$ ）的总量计，不得少

于 12.0mg。

【功能与主治】 消食导滞，行气泻水。用于食积痰饮，消化不良，脘腹胀满，暖气吞酸，大便秘结。

【用法与用量】 口服，一次 1 丸，一日 2 次。

【注意】 孕妇忌服。

【规格】 每丸重 9g

【贮藏】 密封。

槟榔四消丸（大蜜丸）药品标准修订草案起草说明

1. 建立了槟榔的 HPLC 测定方法。
2. 修订了大黄的含量测定方法。
3. 建立了炒牵牛子的薄层色谱鉴别方法。
4. 建立了五灵脂（醋制）的薄层色谱鉴别方法。