

附件：槟榔四消丸（水丸）公示稿

槟榔四消丸（水丸）

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。用水泛丸，干燥，即得。

【性状】 本品为浅褐色至褐色的水丸；气微香，味苦、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5g，研细，加甲醇3ml和乙醚15ml，振摇混匀，在60 $^{\circ}$ C水浴加热回流30分钟，滤过，滤液加水5ml，振摇，乙醚层用无水硫酸钠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，105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰，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 5g, 研细, 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 5g, 研细, 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 $^{\circ}$ C)-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 取本品适量, 粉碎, 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, 超声处理 (功率 1000W, 频率 120KHz) 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用乙腈-0.5%磷酸溶液 (30:70) 补足减失的重量, 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 1g 含槟榔以槟榔碱 ($C_8H_{13}NO_2$) 计，不得少于 0.20mg。

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 取本品适量，研细，混匀，取 0.55g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，称定重量，置 80 $^{\circ}$ C 水浴加热回流 1 小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，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 1g 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 3.0mg。

【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 6g，一日 2 次。

【注意】 孕妇忌服

【贮藏】 密闭，防潮。

槟榔四消丸（水丸）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。