

脉络宁口服液的薄层色谱鉴别

★ 熊益秀 (江西护理职业技术学院 南昌 330029)

★ 江丰 (江西省南昌市卫生学校 南昌 330006)

关键词:脉络宁口服液;牛膝;玄参;石斛;金银花;薄层色谱

中图分类号:R 282.73 文献标识码:B

脉络宁口服液由牛膝、玄参、石斛、金银花 4 味中药组成,功能为清热养阴、活血祛瘀。本文采用薄层色谱法对其中的牛膝、玄参、石斛、金银花进行鉴别,结果表明,该方法专属性强,重现性好,可为该制剂的质量控制提供参考。

1 仪器与材料

层析缸,薄层板涂布器(300 μm),玻璃板(10 cm×20 cm),硅胶 G 及硅胶 GF254(青岛海洋化工厂生产),所用试剂、试药均为分析纯。

脉络宁口服液及其阴性对照溶液(自制),齐墩果酸对照品、绿原酸对照品、石斛对照药材及玄参对照药材(由中国药品生物制品检定所提供)。

装置,加热至沸腾并保持微沸 1 小时,放冷后取下锥形瓶塞,再称定重量,用水补足减失的重量摇匀过滤,精密量取滤液 25 mL,置于已干燥至恒重的蒸发皿中,在水浴中蒸干后,于 103 ℃ 干燥 3 小时,置于干燥器中冷却 30 分钟,迅速精密称定重量,计算样品中水溶性浸出物含量。结果见表 2:

表 2 水溶性浸出物含量测定 /g

样品	测定值			X 均值
	1	2	3	
生品	5.88	5.90	5.92	5.90
样品 1	5.80	5.82	5.84	5.82
样品 2	5.90	5.92	5.94	5.92
样品 3	6.02	6.04	5.98	6.01
样品 4	5.82	5.84	5.86	5.84

3 小结

(1)结果表明:各种吴茱萸炮制品中生物碱含量差异不大,辅以水溶性浸出物含量加以比较表明吴茱萸生品与药典法、烘烤法、江西法、醋制法差异不显著。

(2)各种方法比较,烘烤法较简便易行,所需温度易于控制且样品的损耗率小,炮制后饮片较卫生、完整。在与其它炮制品的比较中,其总生物碱的含

2 方法与结果

2.1 牛膝的鉴别

2.1.1 供试品溶液的制备 取本品 50 mL,蒸干,残渣加乙醇 50 mL 加热回流 2 小时,趁热滤过,用适量乙醇洗涤残渣及滤纸,合并滤液及洗液,浓缩至约 20 mL,加水 10 mL、盐酸 3 mL,加热回流 1 小时,放冷,用石油醚(60~90 ℃)提取 3 次,每次 30 mL,合并石油醚层,蒸干,残渣加无水乙醇 1 mL 使溶解,即得。

2.1.2 对照品溶液的制备 取齐墩果酸对照品适量,加乙醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,即得。

2.1.3 阴性对照溶液的制备 不加牛膝,其它药材

量最高,江西法炮制的饮片次之,醋制法的含量最低。故认为烘烤法是较好的一种炮制方法。

(3)吴茱萸为温中散寒,止呕止痛传统中药。从其药效成分的含量与作用来看,主要赖于其生物碱,故我们以吴茱萸总生物碱作为其不同炮制工艺对比研究的主要指标,并辅以水溶性浸出物量加以对比。实验结果表明,吴茱萸生品与药典法吴茱萸、江西法盐水炒吴茱萸,以及它们的烤制法制品均含有吴茱萸碱等生物碱,生物碱含量的差异虽不很大,水溶性浸出物含量的差异也不很显著,但总的看来,烤制法制品、江西法制品含量均稍高于药典法制品,似有优于药典法制品的趋势,特别是烤制法制品尚具易于掌握火候,受热均匀,省力方便,干净卫生等优点,值得深入研究与推广。

(4)吴茱萸尚含挥发油,如吴茱萸烯、罗勒烯等有效成分,与其散寒、行气、燥湿等功效密切相关。各炮制工艺制品含挥发油等成分,以及药理效应的相关性,特别是烤制法的对比,均值得深入研究。

(收稿日期:2007-07-09)

依照处方、制法及供试品溶液的制备方法制得。

2.1.4 薄层层析 照薄层色谱法^[1]试验,分别吸取上述3种溶液各10 μL分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶G薄层板上,以甲苯-醋酸乙酯-甲酸(18:5:0.2)为展开剂,预平衡30分钟,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰。

2.1.5 结果 供试品色谱中,在与对照品色谱中相应的位置上,显相同颜色的斑点,斑点为紫红色,Rf=0.31,而阴性对照色谱中无此斑点。

2.2 石斛的鉴别

2.2.1 供试品溶液的制备 取本品50 mL,蒸干,残渣加甲醇30 mL,超声提取30分钟,滤过,蒸干,残渣加水20 mL溶解,置分液漏斗中,用氯仿提取4次,每次20 mL,合并提取液,置水浴中浓缩近干,残渣加氯仿1 mL溶解,即得。

2.2.2 对照药材溶液的制备 取石斛对照药材粉末4 g,自“加甲醇30 mL”起同上法制得。

2.2.3 阴性对照溶液的制备 不加石斛,其它药材依照处方、制法及供试品溶液的制备方法制得。

2.2.4 薄层层析 照薄层色谱法^[1]试验,吸取供试品溶液5 μL、对照药材溶液2 μL、阴性对照溶液5 μL分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶GF254薄层板上,以环己烷-氯仿-醋酸乙酯(4:7:15)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(254 nm)下检视。

2.2.5 结果 供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,主斑点为暗灰紫色荧光斑点,Rf=0.52,阴性对照色谱无此斑点。

2.3 玄参的鉴别

2.3.1 供试品溶液的制备 取本品30 mL,蒸干,残渣加甲醇30 mL,超声提取30分钟,滤过,蒸干,残渣加水20 mL溶解,置分液漏斗中,用乙醚提取2次,每次30 mL,合并提取液,置水浴中蒸干,残渣加甲醇1 mL使溶解,作为供试品溶液。

2.3.2 对照药材溶液的制备 取玄参对照药材粉末10 g,加水煎煮45分钟,滤液浓缩至30 mL,用醋酸乙酯提取2次,每次40 mL,合并提取液,置水浴中蒸干,残渣加甲醇1 mL溶解,作为对照药材溶液。

2.3.3 阴性对照溶液的制备 不加玄参,其它药材依照处方、制法及供试品溶液的制备方法同法制得阴性对照溶液。

2.3.4 薄层层析 照薄层色谱法^[1]试验,吸取供试品溶液10 μL,对照药材溶液2 μL,阴性对照溶液10 μL分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的

硅胶GF254薄层板上,以石油醚(60~90℃)-醋酸乙酯-甲酸(7:3:0.1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(254 nm)下检视。

2.3.5 结果 供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,主斑点为暗紫色,Rf=0.42,阴性对照色谱无此斑点。

2.4 金银花的鉴别

2.4.1 供试品溶液的制备 取本品50 mL,用乙醚提取3次,每次30 mL,弃去乙醚液,水液用醋酸乙酯提取2次,每次20 mL,合并醋酸乙酯液,水浴蒸干,残渣加水10 mL溶解,上样于D101大孔树脂柱(内径1.6 cm,装量为8 cm)上,用100 mL水洗脱,弃去水洗液,再用40%乙醇100 mL洗脱,收集40%乙醇液,蒸干,残渣加甲醇1 mL使溶解,即得。

2.4.2 对照品溶液的制备 取绿原酸对照品,加甲醇制成每1 mL含1 mg的溶液,即得。

2.4.3 阴性对照溶液的制备 不加金银花,其它药材依照处方、制法及供试品溶液的制备方法制得。

2.4.4 薄层层析 照薄层色谱法^[1]试验,吸取供试品溶液15 μL,对照品溶液5 μL,阴性对照溶液15 μL分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶GF254薄层板上,以醋酸乙酯-丙酮-甲醇-水(10:3:3:2)为展开剂,于30℃烘箱中饱和30分钟,展开,取出,晾干,置紫外光灯(254 nm)下检视。

2.4.5 结果 供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,主斑点为暗蓝色荧光斑点,Rf=0.47,阴性对照色谱无此斑点。

3 讨论

本制剂对牛膝的鉴别,曾取本品加水溶解,加乙醇、盐酸适量水浴回流,再用氯仿提取,提取液蒸干,残渣用氯仿溶解作为供试品溶液,取对照药材粉末加乙醇回流,静置,取适量上清液加盐酸继续回流,后浓缩至一定体积,加水稀释,再用氯仿提取,提取液蒸干,残渣加氯仿溶解作为对照药材溶液,以氯仿-甲醇(40:1)为展开剂,喷磷钼酸试液,110℃加热至斑点显色清晰,结果斑点不对应且模糊不清,故未采纳。后采用本实验甲苯-醋酸乙酯-甲酸(18:5:0.2)为展开剂,基本解决了此问题。

本薄层鉴别方法简便,结果稳定,重现性好,可用于脉络宁口服液的鉴别试验。

参考文献

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[S]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 附录VI B

(收稿日期: 2007-04-03)