

羚羊感冒片薄层鉴别研究

★ 王晖 袁海铭 陈梅荣 (江西省药物研究所 南昌 330029)

关键词:羚羊感冒片;甘草;金银花;连翘;桔梗;薄层鉴别

中图分类号:R 282.5 文献标识码:B

羚羊感冒片由甘草、金银花、连翘、桔梗、羚羊角等 10 味中药组成,具有解表发汗之功效。用于流行性感,症见发热恶风、头痛头晕、咳嗽、胸闷、咽喉肿痛。本品疗效确切,临床应用广泛。为了有效控制本品质量,我们采用薄层色谱法对本品中甘草、金银花、桔梗、连翘进行鉴别研究,结果表明该法操作简便,重现性好,可作为羚羊感冒片的质量控制方法。

1 仪器与试剂

KQ-250 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);对照药材均购于中国药品生物制品检定所。批号:120908-200411;桔梗对照药材,批号:121028-200405,甘草对照药材,批号:120904-200410;绿原酸对照品,批号:110753-200212。羚羊感冒片,自制。所用试剂均为分析纯。

2 实验方法与结果

2.1 甘草 取本品 10 片,除去包衣,研细,加乙醇 20 ml,超声处理 30 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水 15 ml 使溶解,用水饱和的正丁醇振摇提取 3 次,每次 15 ml,合并正丁醇液,用正丁醇饱和的水洗涤 2 次,每次 15 ml,取正丁醇液蒸干,残渣加甲醇 1 ml 使溶解,加在中性氧化铝柱(60~100 目,2 g,内径 1 cm)上,用甲醇 50 ml 洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加甲醇 2 ml 使溶解,作为供试品溶液。另取甘草对照药材 1 g,加水 20 ml,加热回流 1 小时,滤过,滤液用水饱和的正丁醇振摇提取 3 次,每次 15 ml,以下同法处理,残渣加甲醇 1 ml 使溶解,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2005 年版一部附录 VI B)试验,吸取上述两种溶液各 3~5 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-甲醇(7:3:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)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。经阴性对照试验,结果表明无干扰。

2.2 金银花 取本品 5 片,除去包衣,研细,加甲醇 20 ml,超声处理 20 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水 20 ml 使溶解,用乙醚振摇提取 2 次,每次 20 ml,弃去乙醚液,水液加乙酸乙酯提取 2 次,每次 25 ml,合并乙酸乙酯,蒸干,残渣加甲醇 1 ml 使溶解,作为供试品溶液。另取绿原酸对照品,加甲醇制成每 1 ml 含 0.5 mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2005 年版一部附录 VI B)试验,吸取上述两种溶液各 1~2 μ l,分别点于同一聚酰胺薄膜上,以醋酸为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。经阴性对照试验,结果表明无干扰。

2.3 桔梗 取本品 10 片,除去包衣,研细,加 7% 硫酸乙醇-水(1:3)的混合溶液 20 ml,加热回流 3 小时,放冷,用三氯甲烷振摇提取 2 次,每次 20 ml,合并三氯甲烷液,加水 30 ml 振摇洗涤,弃去洗液,三氯甲烷液用无水硫酸钠脱水,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 1 ml 使溶解,作为供试品溶液。另取桔梗对照药材 1 g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2005 年版一部附录 VI B)试验,吸取上述两种溶液各 5~7 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-乙醚(1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10% 硫酸乙醇溶液,在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的主斑点。经阴性对照试验,结果表明无干扰。

2.4 连翘 取本品 7 片,除去包衣,研细,加水 50 ml,加热回流 30 分钟,放冷,离心,上清液用盐酸溶液(1 \rightarrow 2)调节 pH 值至 2,用乙醚振摇提取 2 次,每

麦冬茎叶的总皂苷含量测定及采收时间

★ 周桂芬 吕圭源 (浙江中医药大学 杭州 310053)

摘要:目的:研究麦冬茎叶的总皂苷含量测定方法及采收时间,为扩大麦冬的用药部位奠定基础。方法:选用薯蓣皂苷元为对照品,采用分光光度法,高氯酸显色,在409 nm处测定吸光度,计算麦冬茎叶中总皂苷的含量。结果:薯蓣皂苷元在15~90 μg范围内线性关系良好($r=0.9994$),平均加样回收率为96.86%,RSD为2.08%。结论:本法简便、准确、灵敏、重现性良好,适用于麦冬茎叶总皂苷的含量测定,并且最佳采收期是4月份,与传统麦冬块根的采收期相一致。

关键词:麦冬;总皂苷;薯蓣皂苷元

中图分类号:R 284.2 **文献标识码:**B

麦冬是百合科沿阶草属植物麦冬(*Ophiopogon japonicus*)的干燥块根,为一常用滋阴中药,具有养阴生津,润肺清心等功效,是临床治疗心血管疾病的重要组成部分。麦冬根部药用价值显著,《中国药典》2005版收载中药制剂中约有40多种制剂处方含有麦冬,故麦冬中成药需求量大。麦冬的主要药效成分为甾体皂苷、多糖和高异黄酮类化合物。药理研究表明:总皂苷具有抗心肌缺血损伤和抗心率失常作用^[1,2]。浙江是我国麦冬药材传统产地,临床上称之为杭麦冬,是著名的“浙八味”之一,杭麦冬的生长周期为2~3年^[3],如此大量采挖根部使资源受到了严重的破坏,不仅采挖周期长,至少需要2年以上的时间植被才能恢复,并且无法满足对原料的

需求。自古以来,人们一直使用麦冬的根部入药而废弃了地上部位,并且麦冬块根的产出量较少,远不如其地上部分的量大,而有关麦冬茎叶的成分的研究未见报道,本文作者曾通过显色反应、薄层检识和HPLC法,表明麦冬茎叶还有与块根类似的皂苷类成分,为此对麦冬茎叶中皂苷类成分进行含量测定,以供开发利用,扩大麦冬用药部位提供参考。

1 仪器与试剂

Lambda 12 紫外-可见分光光度仪(PERKIN ELMER);LP123 电子天平(常熟市恒器厂);电子恒温不锈钢水浴锅(上海东里建材试验设备有限公司)。本实验所用麦冬茎叶,是栽培后第二年的各月份,采于浙江中医药大学校园内的观赏麦冬。薯蓣

次30 ml,合并乙醚提取液,蒸干,残渣加乙醇2 ml使溶解,滤过,滤液作为供试品溶液。另取连翘对照药材1 g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典2005年版一部附录VI B)试验,吸取上述两种溶液各5~7 μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇(20:1)为展开剂,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。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。经阴性对照试验,结果表明无干扰。

3 讨论

(1)本品连翘鉴别中,按原标准方法展开剂时发现供试品一主斑点与其他干扰斑点无法有效分离,通过比较不同展开剂,最后确定以三氯甲烷-甲醇(20:1)为展开剂较好。

(2)本品甘草鉴别中,按原标准甘草对照药材处理方法处理后,发现供试品色谱中在与对照药材色谱相应位置上的斑点不能完全对应,经试验,将对照药材处理方法改为上文中所述方法后,则供试品色谱中在与对照药材色谱相应位置上的斑点能完全对应。

(3)本法增加了金银花的薄层鉴别,金银花为常用的清热解毒药,已知绿原酸为其主要有效成分,因此以绿原酸对照品为对照,对本品中金银花进行薄层鉴别研究,并建立了上文的鉴别方法,经阴性试验,结果未见干扰,表明本法专属。

(4)本法图谱清晰重复性好,阴性对照无干扰,验证了鉴别的可行性。根据药典方法,增加了金银花的薄层鉴别,增加了药品的质量可控性。

(收稿日期:2007-08-29)