

地虎前列颗粒的薄层色谱鉴别^{*}

★ 江丰¹ 袁飞锋² (1. 江西省南昌市卫生学校 南昌 330006; 2. 江西省南昌市医学科学研究所 南昌 330077)

摘要:目的:建立地虎前列颗粒的薄层鉴别方法。方法:采用薄层色谱法对地虎前列颗粒中的地龙、淫羊藿、黄芪、甘草进行定性鉴别,结果:地龙、淫羊藿、黄芪、甘草的薄层色谱清晰,且阴性无干扰。结论:建立的鉴别方法可行,专属性强,重现性好,可用作地虎前列颗粒的质量控制方法。

关键词:地虎前列颗粒;地龙;淫羊藿;黄芪;甘草;薄层鉴别

中图分类号:R 284.1 **文献标识码:**B

地虎前列颗粒由地龙、虎杖、淫羊藿、车前子、黄芪、甲珠、甘草等中药组成,主治前列腺炎引起的尿急、尿频、尿痛、尿潴留等症。本文采用薄层色谱法对其中的地龙、淫羊藿、黄芪、甘草进行鉴别,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(青岛海洋化工厂生产),所用试剂、试药均为分析纯。

地虎前列颗粒(由南昌市医学科学研究所自制,批号:20080608,20080712,20080816);淫羊藿苷对照品(批号:0737-200312)、黄芪对照品(批号:0781-9908)、甘草次酸对照品(批号:110723-200411)及地龙对照药材(批号:0987200204)均由中国药品生物制品检定所提供。

2 方法与结果

2.1 地龙的鉴别

2.1.1 供试品溶液的制备 取本品2 g,研细,加甲醇20 mL,超声处理30分钟,滤过,滤液置水浴上蒸干,残渣加甲醇1 mL,使其溶解,作为供试品溶液。

2.1.2 对照药材溶液的制备 取地龙对照药材1 g,同2.1.1法制成对照药材溶液。

2.1.3 阴性对照溶液的制备 取缺地龙全处方5倍量药材,经制备工艺制得阴性对照浸膏。取阴性对照浸膏2 g,同2.1.1法制得1 mL阴性对照溶液。

2.1.4 薄层层析^[1] 照薄层色谱法试验,吸取上述溶液各10 μL分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶G薄层板上,以甲苯-丙酮(10:1)为展开剂,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视。

2.1.5 结果 供试品色谱中与地龙对照药材色谱相应的位置上显相同颜色的荧光斑点,空白样品无干扰。

2.2 淫羊藿的鉴别^[2]

2.2.1 供试品溶液的制备 取本品5 g,研细,加乙酸乙酯10 mL,振摇,分取乙酸乙酯层,蒸干,加甲醇至1 mL,作为供试品溶液。

2.2.2 对照品溶液的制备 取淫羊藿苷对照品适量,加甲醇制成每1 mL含1 mg的溶液,作为对照品溶液。

2.2.3 阴性对照溶液的制备 取缺淫羊藿全处方5倍量药材,制备方法同地龙阴性对照溶液。

2.2.4 层析 照薄层色谱法试验,吸取上述溶液各15 μL,硅胶H-CMC(0.5%)薄层板上,以醋酸丁酯:甲酸:水(8:5:3)展开,展距15 cm,取出、烘干,喷雾1%三氯化铝乙醇溶液,在紫外灯(365 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的暗紫色斑点,阴性对照品色谱中无此斑点。

2.3 黄芪的鉴别^[3]

2.3.1 供试品溶液的制备 取本品5 g,研细,加甲醇超声提取2次,每次30 mL,滤过,滤液蒸干,加水20 mL使溶解,用水饱和的正丁醇提取2次,每次30 mL,合并正丁醇液蒸干,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 取黄芪甲苷对照品1 mg,加甲醇制成每1 mL含1 mg的溶液,作为对照品溶液。

2.3.3 阴性对照溶液的制备 同2.3.1法制得黄芪的阴性对照品溶液。

2.3.4 层析 照薄层色谱法试验,吸取上述溶液各10 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(18:9:5)在10℃以下长时间放置的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%的硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰。

2.3.5 结果 供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显红棕色的斑点,阴性对照品色谱中无此斑点。

* 江西省南昌市科技局2006年资助课题

HPLC 法测五积丸中厚朴酚的含量

★ 段春玲 姚闽 李玉云 胡蓉 曾宪仪 (江西省药物研究所 南昌 330029)

摘要:目的:建立五积丸质量标准中的含量测定方法 方法:用 HPLC 测定五积丸中厚朴酚的含量。结果:厚朴酚对照品在 0.152 56~1.220 48 μg 之间线性关系良好 $r=0.999\ 9$ ($n=5$),重复性 $RSD=0.79\%$,加样回收率为 101.6%,回收率 RSD 为 1.8%,含量限度为每袋含厚朴酚($\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{O}_2$)不得少于 7.7 mg。结论:本方法操作简便、灵敏度高、重复性好。结论:本方法可有效地控制五积丸的产品质量。

关键词:HPLC;五积丸;厚朴酚

中图分类号:R 927.2 **文献标识码:**B

五积丸^[1]为一传统中药,由十五味中药组方而成,处方源于“太平惠民和剂局方”,能消“寒食气血痰”五积。现代临床报道可辨证用于产后发热、痛经、瘕气、胃痛泻泄、鹤膝风等症,本方又治疗肋间神经痛,治疗胃扩张,胃酸过多症,治疗心源性喘息。方中厚朴具有平胃土而祛湿之功效,现代药理实验表明,厚朴中的厚朴酚具有抗菌作用^[2]。因此选择厚朴酚作为控制质量标准的指标之一^[3],有一定意义。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 高效液相色谱仪:大连依利特分析仪器有限公司,P200 II 高压恒流泵,UV200 II 紫外可变波

长检测器;千谱 HW 色谱工作站。

甲醇为色谱纯,水为重蒸水,其余试剂均为分析纯。

1.2 试剂 五积丸为本实验室自制产品,规格为 9 g/袋;厚朴酚对照品(供含量测定用,中国药品生物制品检定所,批号:110729-200309);甲醇为色谱纯;水为重蒸水;其余试剂均为分析纯。

2 实验方法

2.1 色谱条件 色谱柱:大连依利特 Hypersil BDS C_{18} 柱,5 μm ,4.6 mm $\times$ 200 mm;流动相:甲醇-水(68:32),流速 1 ml/min;检测波长:294 nm,柱温 35 $^{\circ}\text{C}$,进样量:10 μl 。

2.4 甘草的鉴别

2.4.1 供试品溶液的制备 取本品 10 g,研细,加稀盐酸 10 ml、氯仿 30 ml,加热回流 1 小时,放冷,分取氯仿液,水液再加氯仿 10 ml 提取,合并氯仿液,蒸干,残渣加甲醇 2 ml 使溶解,作为供试品溶液。

2.4.2 对照品溶液的制备 取甘草次酸对照品适量,加甲醇制成每 1 ml 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.4.3 阴性对照溶液的制备 取缺甘草全处方 5 倍量药材,制备方法同地龙阴性对照溶液。

2.4.4 薄层色谱 照薄层色谱法试验,吸取供试品溶液 5 μl 、对照品溶液 3 μl ,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 GF254 薄层板上,以石油醚(30~60 $^{\circ}\text{C}$)-氯仿-醋酸乙酯-冰醋酸(12:18:7:1)为展开剂,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,显褐色的斑点;而阴性对照溶液无此斑点。

3 讨论

在对黄芪的鉴别实验过程中发现,展开剂的极性对分离

效果影响较大,极性过小会造成 R_f 值偏低,最后以三氯甲烷-甲醇-水(18:9:5)在 10 $^{\circ}\text{C}$ 以下长时间放置的下层溶液为展开剂为最佳。

在制定标准中,我们曾对制剂中的虎杖、车前子进行了薄层色谱鉴别,结果重现性不好,故不能作为该制剂的质量控制指标。

地龙、淫羊藿、黄芪均为本品的君药,而甘草则为佐药,且这 4 项薄层鉴别均进行了阴性对照试验,方法简便,结果各薄层色谱斑点清晰,专属性强,重现性好,可用于地虎前列颗粒的质量控制。

参考文献

- [1] 国家药典委员会编. 中华人民共和国药典(一部)[S]. 北京:化学工业出版社,2005:521.
- [2] 罗毅,杨俊,马俊玲. 淫黄颗粒质量控制方法研究[J]. 中国药房,2007,18(9):29.
- [3] 聂明华,黄淑君. 中风康复胶囊中黄芪、红花、丹参的薄层色谱鉴别[J]. 中国药业,2006,15(8):29.

(收稿日期:2009-07-09 责任编辑:周茂福)