

杞菊地黄糖浆的薄层鉴别

★ 陈杰¹ 李诒光² 王超群³ (1. 江西中医学院中药系 南昌 330006; 2. 江中药业股份有限公司 南昌 330077; 3. 江西中医学院 2003 级硕士研究生 南昌 330006)

关键词:杞菊地黄糖浆;菊花;山茱萸;泽泻;牡丹皮;薄层色谱
中图分类号:R 284.2 文献标识码:B

杞菊地黄糖浆是由杞菊地黄口服液改制的新剂型,功能滋肾养肝,用于肝肾阴虚引起的眩晕耳鸣、羞明畏光、视物昏花。杞菊地黄口服液的质量控制仅限于一个化学反应鉴别和芍药苷的含量测定,不能有效控制制剂的质量。因此,我们对糖浆的质量标准进行了提高研究,对制剂中牡丹皮、山茱萸、泽泻和菊花建立了薄层鉴别,能有效控制制剂的质量。

1 实验材料

硅胶 G 预制板(批号:20020822,青岛海洋化工厂分厂),聚酰胺(柱层析用,批号:990302,中国医药集团上海化学试剂公司),聚酰胺薄膜(薄层层析用,批号:20020608,浙江台州路桥四甲生化塑料厂),试剂均为分析纯。丹皮酚对照品(批号:0708-9704)、泽泻对照药材(批号:21081-200302)购自中国药品

生物制品检定所;山茱萸和菊花对照药材自制;杞菊地黄糖浆(自制,批号:0301001、0301002、0301003)。

2 方法与结果

2.1 牡丹皮的鉴别

2.1.1 供试品的制备 取本品 20 ml,加醋酸乙酯振摇提取 2 次,每次 20 ml,分取醋酸乙酯液,合并,低温蒸干,残渣加醋酸乙酯 1 ml 溶解,作为供试品溶液。

2.1.2 对照品的制备 取丹皮酚对照品适量,加甲醇溶解成每 1 ml 含 0.1 mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.1.3 缺牡丹皮阴性对照品的制备 取按处方(不含牡丹皮)制备的阴性糖浆,同“2.1.1”供试品的制备,作为阴性对照品溶液。

RSD 为 0.31%。结果表明该方法精密度良好。

2.8 溶液稳定性实验 取同一供试品溶液于 0、2、4、6、8 h 分别测定,记录峰面积,结果 RSD 为 0.84%,表明样品溶液在 8 h 内稳定。

2.9 重复性实验 分别取同一批供试样品 5 份,同法制备,测定,结果 RSD 为 1.37%。

2.10 回收率实验 精密称取已知含量的供试品共 5 份,分别加入土的宁对照品适量,照 2.3 供试品溶液制备方法操作,测定平均回收率为 99.15%,RSD 为 1.36% ($n=5$)。

2.11 样品测定 照 2.3 供试品溶液制备方法制备供试品溶液,依法测定 3 批跳骨片,结果见表 1。

表 2 样品含量测定结果

样品	土的宁含量/mg·粒 ⁻¹
050401	0.091
050501	0.086
050502	0.083

3 讨论

3.1 检测波长的确定 取土的宁对照品适量,加甲醇溶解制成对照品溶液,于 200~400 nm 波长范围内进行紫外扫描,结果表明对照品溶液在 254 nm 波长处有最大吸收,故确定检测波长为 254 nm。

3.2 流动相的选择 我们比较了以下两种流动相:(1)乙腈-0.01 mol/L 庚烷磺酸钠液与 0.02 mol/L 磷酸二氢钾液的等量混合液(10%磷酸调 pH=2.8)=21:79;(2)乙腈-0.01 mol/L 庚烷磺酸钠液与 0.02 mol/L 磷酸二氢钾液的等量混合液(10%磷酸调 pH=2.8)=20.5:79.5。结果发现前者对照品主峰未下基线,且与杂质峰分不开,而换用流动相(2)后发现对照品主峰能下基线,且分离度较好。

参考文献

[1]《中药辞海》编写组. 中药辞海(第三卷)[M]. 北京:中国医药科技出版社出版,1997:168.

(收稿日期:2007-03-27)

2.1.4 薄层层析 照薄层色谱法^[1]试验,吸取上述3种溶液各10 μ l,分别点在同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶G薄层板上,以正己烷-醋酸乙酯(3:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%三氯化铁乙醇溶液。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同的蓝黑色斑点。阴性对照品色谱中,无相应的斑点。

2.2 山茱萸的鉴别

2.2.1 供试品的制备 取本品20 ml,上聚酰胺柱(3 g,30~60目,直径1 cm),先后以水、10%乙醇、30%乙醇、95%乙醇各50 ml洗脱,收集30%和95%乙醇流份,分别蒸干,30%乙醇的残渣加无水乙醇2 ml溶解,作为供试品溶液。

2.2.2 对照品的制备 取山茱萸对照药材2 g,加水煎煮两次,每次20 ml,合并,同“2.2.1”法制成对照品溶液。

2.2.3 阴性对照品的制备 取按处方(不含山茱萸)制备的阴性糖浆,同2.2.1法制备,作为阴性对照品溶液。

2.2.4 薄层鉴别 照薄层色谱法^[1]试验,吸取上述两种溶液各10 μ l,分别点在同一聚酰胺薄膜上,以醋酸为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%三氯化铁乙醇溶液。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同的灰黑色斑点。阴性对照品色谱中,无相应的斑点。

2.3 菊花的鉴别^[2]

2.3.1 供试品的制备 “2.2.1”中95%乙醇流份的残渣加无水乙醇2 ml溶解,作为供试品溶液。

2.3.2 对照品的制备 取菊花对照药材2 g,加水煎煮两次,每次20 ml,合并,同“2.2.1”法制成对照品溶液。

2.3.3 阴性对照品的制备 取按处方(不含菊花)制备的阴性糖浆,同“2.2.1”法制备,作为阴性对照品溶液。

2.3.4 薄层层析 照薄层色谱法^[1]试验,吸取上述两种溶液各10 μ l,分别点在同一聚酰胺薄膜上,以甲醇-醋酸(1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以

5%三氯化铁乙醇溶液。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同的灰黑色斑点。阴性对照品色谱中,无相应的斑点。

2.4 泽泻的鉴别

2.4.1 供试品的制备 取本品60 ml,加乙醚振摇提取3次,每次30 ml,合并乙醚液,用5%碳酸氢钠溶液振摇提取两次,每次15 ml,弃去碱水液,乙醚液加水15 ml振摇提取,水液弃去,乙醚液蒸干,残渣加醋酸乙酯0.5 ml溶解,作为供试品溶液。

2.4.2 对照品的制备 取泽泻对照药材4 g,加70%乙醇50 ml,回流提取1 h,滤过,滤液蒸干,残渣加水20 ml溶解,加醋酸乙酯振摇提取两次,每次10 ml,合并醋酸乙酯液,蒸干,残渣加醋酸乙酯0.5 ml溶解,作为对照药材溶液。

2.4.3 缺泽泻阴性对照品的制备 取按处方(不含泽泻)制备的阴性糖浆,同“2.4.1”法制备,作为阴性对照品溶液。

2.4.4 薄层层析 照薄层色谱法^[1]试验,吸取上述两种溶液各10 μ l,分别点在同一硅胶G薄层板上,以正己烷-醋酸乙酯-甲酸(7:4:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以醋酐-硫酸-无水乙醇(1:1:5),室温放置数分钟至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同的紫红色斑点。阴性对照品色谱中,无相应的斑点。

3 讨论

(1)首次建立了杞菊地黄制剂中菊花和泽泻的薄层鉴别,并首次采用聚酰胺柱层析法同时制备山茱萸和菊花供试品溶液,提高了工作效率。

(2)四个鉴别经空白对照试验,结果表明本研究建立的方法有较好的专属性,能有效控制制剂的质量。

参考文献

- [1]国家药典委员会.中国药典(一部)[S].北京:化学工业出版社,2000:附录VI B.
- [2]谷彦杰,彭广芳,钟方晓,等.我国8种主流菊花商品药材中木犀草素含量测定[J].山东中医药大学学报,2000,24(1):65.

(收稿日期:2007-06-25)

专题征稿

《江西中医药》为中医药核心期刊,新设重点栏目《专题谈荟》,以专病列专题,论述该病的病因病机、诊疗方案及临床经验,要求观点、方法新,经验独到。专题有:小儿麻痹后遗症、红斑狼疮、类风湿性关节炎、慢性肾炎、哮喘、糖尿病、老年痴呆、高血压、中风、盆腔炎、萎缩性胃炎、癌症疼痛。欢迎广大中西医结合临床工作者不吝赐稿。