

金丹前列片的薄层色谱鉴别

★ 张冬梅¹ 江丰² 袁飞锋³ (1. 江西省护理职业学院 南昌 330029; 2. 江西省南昌市卫生学校 南昌 330006; 3. 江西省南昌市医学科学研究所 南昌 330077)

关键词:金丹前列片;黄柏;丹参;淫羊藿;金银花;甘草;薄层色谱;鉴别

中图分类号:R 248.1 **文献标识码:**B

金丹前列片由黄柏、丹参、金银花、淫羊藿、生地、知母、白花蛇舌草、甘草等12味中药组成,功能为清热利湿、活血化瘀。主要用于湿热下注型慢性前列腺炎及下焦湿热型、瘀血阻滞型前列腺增生。本文采用薄层色谱法对其中的黄柏、丹参、淫羊藿、金银花、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 $\times$ 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。

金丹前列片(自制),盐酸小檗碱对照品、绿原酸对照品、淫羊藿苷对照品、甘草次酸对照品、黄柏对照药材、丹参对照药材、金银花对照药材(由中国药品生物制品检定所提供)。

2 方法与结果

2.1 黄柏的鉴别

2.1.1 供试品溶液的制备 取金丹前列片20片,研细,取粉末4 g,加乙醇30 ml,超声溶解30 min,溶液置离心机中,离心10 min(3 000 r/min),取上清液水浴浓缩定容至1 ml,作为供试品溶液。

2.1.2 对照药材溶液的制备 取黄柏对照药材粉末2 g,煎煮后同法制成1 ml对照药材溶液。

2.1.3 对照品溶液的制备 取盐酸小檗碱对照品,加乙醇制成每1 ml含1 mg的溶液,作为对照品溶液。

2.1.4 阴性对照溶液的制备 取缺黄柏全处方5倍量药材,经制备工艺制得阴性对照浸膏。取阴性对照浸膏少量,同法制得1 ml阴性对照溶液。

2.1.5 薄层层析 照薄层色谱法^[1]试验,分别吸取上述四种溶液各10 μl 点于同一硅胶G薄层板上,以正丁醇-冰醋酸-水(10:1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外灯(366 nm)下检视。

2.1.6 结果 供试品色谱中,在与对照品和对照药材色谱相应的位置,显相同的一个黄色荧光斑点,而阴性对照色谱无此斑点。

2.2 丹参的鉴别

2.2.1 供试品溶液的制备 取金丹前列片20片,研细,取粉末5 g,加80%的乙醇50 ml,超声提取30 min,滤过,滤液

蒸干,加水20 ml使溶解,用稀盐酸调pH值为2,用乙酸乙酯萃取2次,每次2 ml,合并萃取液,蒸干,残渣以甲醇2 ml溶解,作为供试品溶液。

2.2.2 对照药材溶液的制备 取丹参对照药材粉末6 g,煎煮后同法制成1 ml对照药材溶液。

2.2.3 阴性对照溶液的制备 取缺丹参全处方5倍量药材,制备方法同黄柏阴性对照溶液。

2.2.4 薄层色谱 照薄层色谱法^[1]试验,分别吸取上述3种溶液各20 μl 点于同一硅胶G薄层板上,以氯仿-丙酮-甲酸(10:2:1)下层液为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外灯(366 nm)下检视。

2.2.5 结果 供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同的一个黄色荧光斑点,而阴性对照色谱中无此斑点。

2.3 金银花的鉴别

2.3.1 供试品溶液的制备 取金丹前列片40片,研细,取粉末10 g,用水湿润,加醋酸乙酯40 ml,超声5 min,弃去醋酸乙酯液,残渣自“加醋酸乙酯40 ml”起同法重复处理一次,残渣加入1 mol/L盐酸溶液5滴,加醋酸乙酯30 ml,超声处理5 min,取醋酸乙酯液,残渣自“加醋酸乙酯30 ml”起同法重复处理2次,合并醋酸乙酯液,蒸干,残渣用1 ml乙醇溶解,作为供试品溶液。

2.3.2 对照药材溶液的制备 取金银花对照药材1 g,同法制成对照药材溶液。

2.3.3 对照品溶液的制备 取绿原酸对照品适量,加乙醇制成每1 ml含0.5 mg的溶液,作为对照品溶液。

2.3.4 阴性对照溶液的制备 取缺金银花全处方5倍量药材,制备方法同黄柏阴性对照溶液。

2.3.5 层析 照薄层色谱法^[1]试验,吸取上述4种溶液各10 μl ,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。

2.3.6 结果 供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同蓝色的荧光主斑点;在与对照品色谱相应的位置上,显相同蓝色的荧光斑点,其R_f值为0.61;而阴性对照溶液无此斑点。

2.4 淫羊藿的鉴别

麻黄与麻黄碱的共性与区别

★ 黄云珍 (上海石化地段医院药剂科 上海 200540)

关键词:麻黄;麻黄碱;中药;西药;共性与区别

中图分类号:R 284.1 文献标识码:B

麻黄(*Herba Ephedrae*)是我国应用历史悠久的中药材之一,始载于汉代《神农本草经》,历代本草均收载,直至今日仍为临床常用中药之一。其主要成分为麻黄碱(ephedrine)和伪麻黄碱(pseudoephedrine),二者作为拟肾上腺素药物,被广泛用于多种制剂中。以麻黄碱为主的制剂在国外还有营养补充剂、减肥剂等。但医学研究者最近指出,数百万美国人正在用于健美和减肥的中草药刺激剂麻黄会导致严重的疾病,包括心脏病、中风等各种并发

症,甚至死亡。2003年12月30日美国卫生部长汤普森宣布,含有麻黄的药品全面禁售。但笔者认为麻黄与麻黄碱之间既有相同相似的一面,更有不同之一面。本文就麻黄及麻黄碱来源、有效成分、药理作用3方面加以总结和分析。

1 麻黄与麻黄碱的来源之异同

1.1 麻黄的来源

麻黄是一种药用植物,为麻黄科植物草麻黄或木贼麻黄或中麻黄的干燥草质茎。

2.4.1 供试品溶液的制备 取金丹前列片20片,研细,取粉末10g,加乙酸乙酯10ml,振摇,分取乙酸乙酯层,蒸干,加甲醇至1ml,作为供试品溶液。

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

2.4.3 阴性对照溶液的制备 取缺淫羊藿全处方5倍量药材,制备方法同黄柏阴性对照溶液。

2.4.4 层析 照薄层色谱法^[1]试验,吸取上述3种溶液各5 μ l,硅胶H-CMC(0.5%)薄层板上,以醋酸丁酯-甲酸-水(5:3:2)展开,展距15cm,取出,烘干,喷雾1%三氯化铝乙醇溶液,在紫外灯(365nm)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的暗紫色斑点,阴性对照品色谱中无此斑点。

2.5 甘草的鉴别

2.5.1 供试品溶液的制备 取金丹前列片20片,研细,取粉末4g,研细,加稀盐酸10ml、氯仿10ml,加热回流1h,放冷,分取氯仿液,水液再加氯仿10ml提取,合并氯仿液,蒸干,残渣加甲醇2ml使溶解,作为供试品溶液。

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

2.5.3 阴性对照溶液的制备 取缺甘草全处方5倍量药材,制备方法同黄柏阴性对照溶液。

2.5.4 薄层色谱 照薄层色谱法^[1]试验,吸取供试品溶液2~5 μ l、对照品溶液2 μ l,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(30~60℃)-氯仿-醋酸乙酯-冰醋酸(12:20:8:1)为展开剂,展开,取出、晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。

2.5.5 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,而阴性对照溶液无此斑点。

3 讨论

(1)本制剂对黄柏的鉴别,先用2005版《中国药典》黄柏项下的展开剂苯-醋酸乙酯-异丙醇-甲醇-浓氨试液进行试验,但发现拖尾现象严重。曾改变浓氨试液的比例、用氨蒸气饱和和方法,均没有解决拖尾现象,后采用本实验正丁醇-冰醋酸-水(10:1:1)为展开剂,基本解决了拖尾问题。

(2)由于本制剂主要是以醇为溶剂提取的制备工艺,丹参含有多种活性成分,在80%乙醇中的溶解度较大,加酸调pH值为2,则可使部分干扰成分沉淀除去,以乙酸乙酯萃取,使原儿茶醛转入乙酸乙酯中,以氯仿-丙酮-甲酸(10:2:1的)下层为展开剂,色谱分离度好,阴性对照无干扰。

(3)在制定标准中,我们曾对制剂中的生地、知母、白花蛇舌草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。

本文提交的这5种薄层鉴别方法简便,结果稳定,重现性好,可用于金丹前列片的质量控制。

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:2007-03-26)