

“双喜牌”救心丹鉴别

郑纯* 潘 馨 胡远忠

(福建省药品检验所, 福州 350001)

摘要 采用粉末显微、薄层色谱及紫外光谱法对日本“双喜牌”救心丹成药中牛黄麝香、番红花、羚羊角、人参及蟾酥等六种成份进行定性分析。本法取样量较少, 定性准确、简便。

关键词 “双喜牌”救心丹 牛黄 麝香 番红花 羚羊角 人参 蟾酥 显微 薄层 紫外光谱 鉴别

“双喜牌”救心丹是继“真龙牌”救心丹又一日生产的主治心脏病的成药。其成份每2粒(40 mg)含麝香1.0 mg, 牛黄 2.5 mg, 蟾酥3.5 mg, 番红花1.2 mg, 牛胆1.2 mg, 羚羊角末1.2 mg, 人参末2.0 mg, 含量甚微, 因厂方提供的检验方法证明取样量大且专属性不强, 本文试用显微鉴别、薄层色谱及紫外光谱法对上述六种成份进行定性研究, 得到满意的结果。

1 仪器与材料

PE λ-2型紫外分光光度仪(美国); 硅胶G, 硅胶GF254(青岛海洋化工厂); 实验所用试剂均为分析纯。对照药材: 麝香、牛黄、牛胆、蟾酥、羚羊角、水牛角、人参(本所中药室鉴定); 对照品: 麝香酮、酯蟾毒配基、胆酸、去氧胆酸、人参皂甙Rb₁、Rg₁。(中国药品生物制品检定所)

2 方法与结果

2.1 显微鉴别

样品粉末用少量水浸泡数小时, 倾去水液取粉制片。显微镜下观察: 不规则黄棕色团遇水合氯醛液, 色素溶解, 并显鲜明的金黄色, 久置后变绿色(牛黄); 不规则碎块近

无色, 微透明稍有光泽, 均匀布有多数近平行排列的纵向空隙(羚羊角); 表皮细胞表面观呈长条形、壁薄、微弯曲, 有的细胞外壁凸出呈乳头状或短绒毛状(番红花); 此外尚有导管及大量的淀粉粒^[1]。

2.2 薄层色谱

2.2.1 样品液制备: 取救心丹20粒, 研细, 加乙醚适量, 浸置, 超声提取15 min, 滤过, 微温蒸干, 加无水乙醇0.5 ml溶解, 供检查麝香用。乙醚提取过的样品加乙醇适量, 回流1 h, 滤过, 浓缩至1.0 ml, 供检查牛黄、人参用。另取样品40粒, 研细, 加氯仿适量, 回流2 h, 滤过, 蒸干, 加乙醇1.0 ml溶解, 供检查蟾酥、羚羊角用^[2]。

2.2.2 对照液制备: 取上述七种药材, 按处方标示量分别配制, 提取相应量混合物及单味药材乙醇液, 配成1.0 mg/ml的乙醇液。

2.2.3 薄层色谱条件: 硅胶G、硅胶GF254, Stahl涂布器涂布制板, 活化(105℃) 1 h。点样量: 样品液及对照液均为5 μl。

2.2.4 展开剂:

S-1: 氯仿—乙醚—冰醋酸(2:2:1)(牛黄)

S-2: 石油醚—二氯甲烷(12:18)(麝香)

S-3: 环乙烷—氯仿—丙酮(4:3:3)(蟾酥)

S-4: 氯仿—甲醇—水(65:35:10)(人参)

*郑纯, 男, 27岁, 1987年毕业于江西医学院药学专业。

S-5; 苯-丙酮(7:3)(羚羊角)

2.2.5 显色剂:

D-1; 5%香草醛-硫酸, 热风吹至显色。

D-2; 10%磷钼酸乙醇液, 热风吹至显色。

D-3; 30%硫酸乙醇液, 热风吹至显色。

D-4; 三氯化锑试液, 热风吹至显色。

2.2.6 薄层色谱见图1~5。

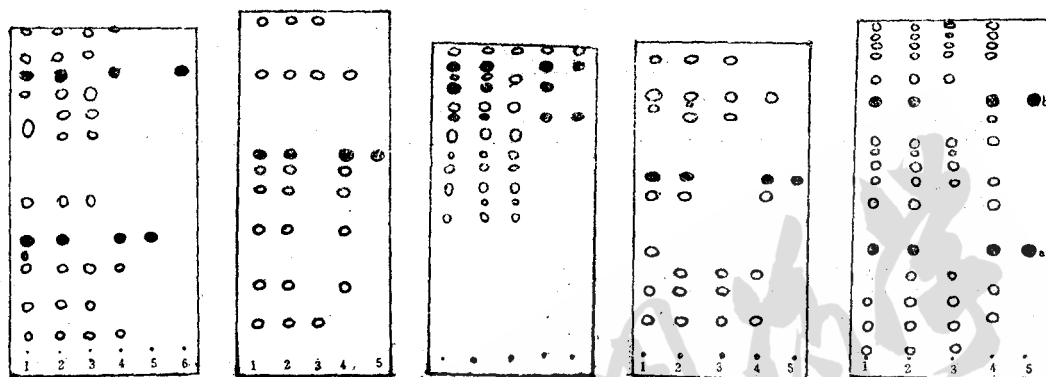


图1 牛黄薄层

检查

- 1: 样品液
 - 2: 混合对照液
 - 3: 阴性对照液
 - 4: 天然牛黄对照液
 - 5: 胆酸对照液
 - 6: 去氧胆酸对照液
- 展开剂: S-1
显色剂: D-2

图2 蟾酥薄层

检查

- 1: 样品液
 - 2: 混合对照液
 - 3: 阴性混合对照液
 - 4: 蟾酥对照液
 - 5: 脂蟾毒配基对照液
- 展开剂: S-3
显色剂: D-1

图3 羚羊角薄层

检查

- 1: 样品液
 - 2: 混合对照液
 - 3: 阴性混合对照液
 - 4: 羚羊角对照液
 - 5: 水牛角对照液
- 展开剂: S-6
显色剂: D-4

图4 麝香薄层

检查

- 1: 样品液
 - 2: 混合对照液
 - 3: 阴性对照液
 - 4: 麝香对照液
 - 5: 麝香酮对照液
- 展开剂: S-2
显色剂: D-1

图5 人参薄层

检查

- 1: 样品液
 - 2: 混合对照液
 - 3: 阴性混合对照液
 - 4: 人参对照液
 - 5: a-人参皂甙Rb₁
b-人参皂甙Rg₁
- 展开剂: S-4
显色剂: D-2

2.3 紫外光谱鉴别

取样品10粒及相应量的番红花药材, 分别研细, 加5ml乙醇超声溶解, 按分光光度法在 $\lambda 400 \sim 500$ nm内扫描, 结果在 $\lambda 458$ 、 432 nm处均有特征吸收峰, 见图6。

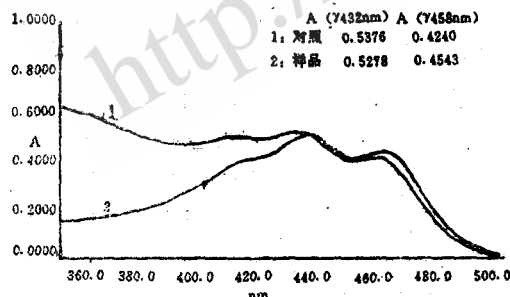


图6 番红花紫外光谱鉴别

3 讨论

采用水浸泡法可排除赋形剂中存在大量玉米淀粉粒产生的干扰。在麝香薄层鉴别中, S-2展开剂比苯为展开剂分离的斑点多而清晰, 但麝香酮显色不灵敏且含量少, 其斑点不易检出, 样品增加到原来的四倍量点样, 方可显示其斑点。

参考文献

- 1 徐国钧主编. 中药材粉末显微鉴定. 北京: 人民卫生出版社. 1986. 334~762.
- 2 刘训红等编. 中药材薄层色谱鉴别. 天津: 天津科学技术出版社. 1990年. 621~646.

收稿日期: 1992-01-06