

蒙成药四味地格达散的TLC鉴别和小檗碱含量测定

王青虎 (内蒙古医学院蒙药系, 通辽市 028041)

付淑清 (黑龙江七台河铁西监狱医院, 铁西 115000)

哈斯额尔顿 (内蒙古医学院蒙医系 通辽市 028041)

摘要 采用薄层色谱法对四味地格达散中的紫花地丁、黄连、瞿麦、栀子进行定性鉴别, 并用分光光度法测定该方中小檗碱的含量, 方法简单, 结果可靠。

关键词 四味地格达散 薄层色谱法 盐酸小檗碱 含量测定

四味地格达散是由紫花地丁、黄连、瞿麦、栀子四味蒙药制成的一个用于血热相搏, 肝胆热, 咽喉肿痛, 口渴烦躁的制剂^[1]。目前尚未收载本品的薄层色谱鉴定和含量测定。笔者采用薄层色谱法对本品中四味单药进行定性检验, 并应用分光光度法对薄层分离所得的小檗碱进行含量测定。

1 实验仪器与药品:

721型分光光度计(上海市第三分析厂); 80—1型离心沉淀机(上海市粤秀路—351号); UV-1型三用紫外分析仪(上海顾村光电仪器厂)。

黄连、紫花地丁、栀子、瞿麦购于通辽市医药总公司, 并经辽宁省阜新市药检所鉴定(黄文远)。黄连为毛茛科植物黄连 *Coptis Chinensis* Franch 的干燥根茎; 紫花地丁为堇菜科植物紫花地丁 *Viola Yeloensis* Makino 的干燥全草, 栀子为茜草科植物栀子 *Gardenia Jasminodes* Ellis 的干燥成熟果实; 瞿麦为石竹科植物瞿麦 (*Dianthus Superbus* Z) 的干燥花。四味地格达散, 自制。

硅胶G(青岛化工厂)板: 110℃活化1 h。盐酸小檗碱对照品和栀子对照品购于中国药品生物制品鉴定所。试剂均为分析纯。

2 定性分析:

2.1 紫花地丁的鉴定: 取本品1.0 g, 加甲醇10 ml, 浸泡过夜, 过滤, 滤液浓缩至5 ml, 作为供试品液; 另取紫花地丁对照药材1 g, 加甲醇5 ml, 浸泡过夜, 滤过作为紫花地丁对照品液。吸取供试品液10 μ l, 紫花地丁对照品液5 μ l 点于同一硅胶G板上, 以氯仿—甲醇—甲酸(17.5:2.5:0.5)为展开剂, 展开, 展距为12 cm, 取出晾干, 在紫外灯(365 nm)下观察, 供试品色谱与紫花地丁对照品色谱在

R_f 约0.65处有一相同天蓝色荧光斑点。经空白对照实验表明, 本品除紫花地丁外的其它三味药材, 对此鉴别无干扰。见图1。

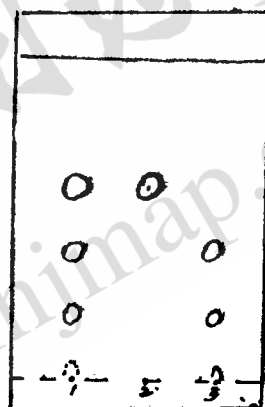


图 1

1. 供试品液
2. 紫花地丁药材对照液
3. 空白对照液

2.2 黄连的鉴定: 采用紫花地丁的供试品液。另取黄连对照药材0.1 g, 加甲醇10 ml, 浸泡过夜, 滤过, 滤液作为黄连对照品液。再取盐酸小檗碱对照品1 mg, 溶于10 ml 甲醇中, 所得溶液为盐酸小檗碱对照品液。吸取供试品液和黄连对照品液各5 μ l, 盐酸小檗碱对照品液2 μ l, 分别点于同一硅胶G板上, 以氯仿—甲醇(15:4)为展开剂, 缸内加适量氨水装于烧杯内, 展开, 展距为13 cm, 取出晾干, 在可见光下观察, 供试品、黄连对照品在色谱中, 盐酸小檗碱对照品色谱相应的位置上, 显相同的黄色斑点, 经空白对照表明, 本品除黄连

外其它三味药材对此鉴别无干扰。见图2。

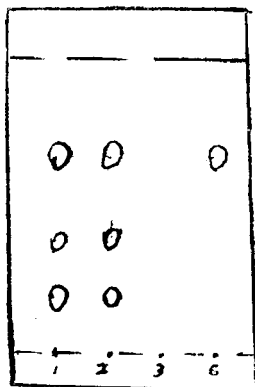


图 2

1. 供试品液
2. 黄连药材对照品液
3. 空白对照液
4. 盐酸小檗碱甲醇溶液

2.3 栀子的鉴定：采用紫花地丁的供试品液。另取栀子对照药材1g，按紫花地丁对照品液制备法制成对照品液。再取栀子甙对照品1mg，溶于10ml甲醇中，所得溶液为栀子甙对照品液。吸取供试品液与栀子对照品液各10μl，栀子甙对照液5μl，分别点于同一硅胶G板上，以正丁醇-冰醋酸-水(10:1.5:1.5)为展开剂，展开，展距为13cm，取出晾干，喷从10%硫酸乙醇溶液，热风吹至斑点显色清晰，供试品色谱、栀子对照品色谱在 R_f 约0.75处有一相同的紫色斑点。经空白对照表明，本品栀子外三味药材对此鉴别无干扰。见图3。

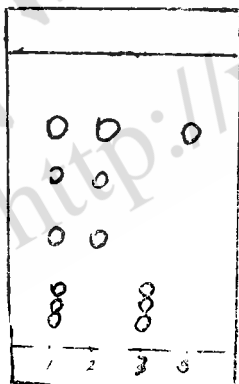


图 3

1. 供试品液
2. 栀子药材对照品液
3. 空白对照液
4. 栀子甙对照品液

2.4 瞿麦的鉴定：采用鉴别紫花地丁的供试品液。

取瞿麦对照药材1g，按紫花地丁对照液制备法制成瞿麦对照品液。吸取供试品液与对照液各10μl，分别点于同一硅胶G板上，以石油醚(60—90℃)为展开剂，展开，展距为12.5cm，取出晾干，在紫外光(365nm)下观察，供试品色谱与瞿麦对照品色谱在约0.55处有一相同红色斑点。经空白对照表明，本品除瞿麦外其它三味药材对此鉴别无干扰，见图4。

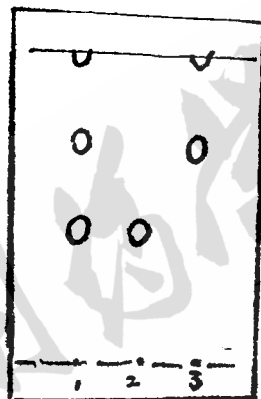


图 4

1. 供试品液
2. 瞿麦药材对照液
3. 空白对照液

3 定量分析：

3.1 标准溶液的制备：精密称取盐酸小檗碱对照品20mg，加1%盐酸甲醇溶液，微热使其溶解，移至25ml容量瓶中，再用1%盐酸甲醇液稀释至刻度，摇匀，即得。

3.2 标准曲线的绘制：精密吸取对照品溶液各25、50、75、100、125μl分别置于10ml容量瓶中，用1%盐酸甲醇溶液稀释至刻度，摇匀。于430nm最大吸收峰处以1%盐酸甲醇为空白对照测定其吸收度，以浓度为横坐标，吸收度为纵坐标制备标准曲线。其回归方程为 $A = 0.0144C + 0.0043$ ， $r = 0.9956$ 。

3.3 盐酸小檗碱硅胶G板上洗脱率测定：精密吸取盐酸小檗碱对照品液25、50、75、100、125μl点于硅胶G板上。以正丁醇-醋酸-水(4:1:5，上层液)为展开剂，展开，展距为12cm，取出，挥干溶剂后在紫外灯(365nm)下画出盐酸小檗碱范围。刮下该部分硅胶，用1%盐酸甲醇温热液(60℃)洗脱，洗脱液离心分离5min。吸取上清液，残渣再用上法反复提取3次。合并上清液并定容至10ml，

摇匀。在430 nm 波长处以同样面积的空白硅胶按上述洗脱法制备成空白对照液测其吸收度,测出的平均洗脱率($n = 5$)为97.9%, $RSD = 1.55\%$

3.4 样品溶液的制备:精密称取样品〔黄连2.5 g、四味地格达散10.0 g〕,加无水乙醇100 ml,回流2 h,滤过,残渣用无水乙醇温洗(60°C)两次,滤液和洗液合并,静置,抽滤,滤液浓缩至25 ml,即为样品液。

3.5 含量测定:精密吸取样品液〔黄连30 μ l,四味地格达散30 μ l〕及盐酸小檗碱标准液10 μ l,分别点于同一块硅胶G板上,展开,洗脱和测定吸收度方法如同洗脱率测定法。测定结果见表1。

表1 样品中盐酸小檗碱的含量测定结果(%)

样	品	含 量	$\bar{x}$	S	RSD
四 味 地格达散	1	1.736	1.719	0.019	1.107
	2	1.716			
	3	1.705			
黄 连	1	7.324	7.452	0.116	1.550
	2	7.482			
	3	7.549			

3.6 加样回收率试验:精密称取盐酸小檗碱对照品适量加到四味地格达散样品粉末中,混匀,按样品溶液制备项下制备乙醇液。在硅胶G板上点样品液30 μ l,展开,按洗脱测定项下操作,得回收率

结果。见表2。

表2 加样回收率试验结果

编 号	盐 酸 小 檗 碱		
	加 入 量 (mg)	测 得 量 (mg)	回 收 率 (%)
1	0.2600	0.2587	99.5
2	0.2000	0.2024	101.2
3	0.2309	0.2319	100.4
	0.2510	0.2531	100.8
$\bar{x}$		100.5%	
RSD		0.72%	

3.7 稳定性试验:经考察盐酸小檗碱提取液在24 h内吸光度稳定不变。

4 讨论

4.1 用薄层色谱法对本品中四味药材进行确认试验,均得明显的效果。

4.2 本文对四味地格达散中的盐酸小檗碱进行测定,其结果:本品中盐酸小檗碱的含量较近于黄连中盐酸小檗碱的相对含量。故对于进一步质量控制研究提供了方便。

参 考 文 献

- 1 内蒙古卫生厅.内蒙古蒙成药标准.赤峰:内蒙古科技出版社,1984,269.
- 2 丁林生、白头翁汤有效成分检查和测定.中成药,1992,14(9),34.

收稿日期:1995-10-20