

归白药膜的薄层色谱鉴别

陈建真^① 吕圭源 (浙江中医学院中药系, 杭州 310009)

陈建明 (浙江省中医院, 杭州 310006)

摘要 应用薄层色谱法对制剂中的当归、黄芩和白芷进行鉴别, 方法专属性强, 重现性好。

关键词 归白药膜 薄层鉴别 当归 黄芩 白芷

归白药膜由当归、黄芩、白芷三味中药组成, 具有清热解毒、活血祛斑的功效。适用于痤疮、黄褐斑、手足皲裂等皮肤疾病。本文采用薄层色谱法对制剂中的三味中药进行鉴别, 为成品的质量控制提供依据。

1 仪器与试剂

UV—1 型三用紫外分析仪(上海顾村电光仪器厂); LQ—250 型超声波提取器(上海音波声电科技公司)。

对照品: 阿魏酸、黄芩苷(中国药品生物制品检定所)

对照药材: 黄芩(唇形科植物黄芩 *Scutellaria*

baicalensis Georgi 的干燥根)、白芷(伞形科植物白芷 *Angelica dahurica* (Fisch ex Hoffm) Benth et Hook f 的干燥根), 经本院中药鉴定教研室来平凡副教授鉴定。

归白药膜(杭州天诚药业有限公司)。

硅胶 G(青岛海洋化工厂), 所用化学试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 当归的鉴别

取样品 20ml, 加 10ml 水稀释, 加 10% HCL 调 PH 至 2~3, 用乙醚提取三次(25、20、20ml), 合并乙醚液, 水浴挥干, 残渣加无水乙醇 1ml 溶解, 作为供

① 作者简介: 陈建真, 32 岁, 1988 年毕业于上海医科大学药系。

试品溶液,取缺当归的阴性样品同法制备阴性对照液。取阿魏酸对照品,加无水乙醇制成每毫升含1mg的溶液作为对照品溶液。吸取供试品溶液、阴性对照液各10 μ l,对照品溶液2 μ l,分别点于同一含羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶G板上,以苯-甲醇-冰醋酸(15:1.5:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视,供试品色谱在与对照品色谱相应位置上显相同的兰色荧光斑点,阴性对照液色谱中无相应斑点(见图1)。

2.2 黄芩的鉴别

取样品20ml,加10ml水稀释,用水饱和的正丁醇提取三次(25、20、20ml),合并正丁醇液,水浴蒸干,残渣加无水乙醇1ml溶解,作为供试品溶液。取缺黄芩的阴性样品同法制备阴性对照液。取黄芩对照药材1g,加95%乙醇10ml超声处理20分钟,滤过,滤液浓缩至5ml作为对照药材溶液。吸取上述三种溶液各10 μ l,分别点于同一用0.5mol/L草酸液和羧甲基纤维素钠溶液调制的硅胶G板上,以氯仿-甲醇(8:2)为展开剂,展开,取出,晾干,在可见光下检视,供试品色谱在与对照药材色谱相应位置(R_f约0.67处)显相同颜色的斑点,阴性对照液色谱中无相应斑点(见图2)。

2.3 白芷的鉴别

取样品20ml,加10ml水稀释,用乙醚提取三次(25、20、20ml),合并乙醚液,浓缩至1ml作为供试品溶液。取缺白芷的阴性样品同法制备阴性对照液。取白芷对照药材1g,加乙醚15ml超声处理15分钟,滤过,滤液浓缩至5ml,作为对照药材溶液。吸取供试品溶液、阴性对照液、对照药材溶液各10 μ l,分

别点于同一含羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶G板上,以石油醚-乙醚(1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视,供试品色谱在与对照品色谱相应位置显相同颜色的荧光斑点,阴性对照液色谱中无相应斑点(见图3)。

3 讨论

3.1 当归薄层色谱鉴别中,样品分别用酸化后以乙醚提取与直接用乙醚提取,两者薄层对比,结果前者色谱图中斑点更清晰,其原因为酸化使游离完全,利于乙醚萃取。在选择展开剂时,曾采用正己烷-醋酸乙酯(9:1)、苯-醋酸乙酯-冰醋酸(9:0.5:0.5)为展开剂进行展开,但结果均不理想,以正文中的展开剂为最佳。

3.2 黄芩的薄层色谱鉴别中,另取黄芩苷,加无水乙醇制成每毫升含1mg的溶液,作为对照品溶液,按2.2项下的方法点在同一块薄层板上,展开,结果供试品色谱在与黄芩苷相应位置处斑点不明显(见图2)。将样品分别用正丁醇、醋酸乙酯及酸化后再以上述溶剂提取,进行色谱对比,其结果基本一致,说明样品液本身中黄芩苷成分较少,而并非未从样品中提取出来,故选黄芩药材作对照品。又将薄层板置于紫外光灯(365nm)下检视,斑点间有一定干扰,而在可见光下检视斑点较清晰,无干扰。曾选用氯仿-甲醇(10:1)或(9:1)为展开剂,斑点位置偏低,以正文中的氯仿-甲醇(8:2)为较佳的展开剂。比较用草酸液和羧甲基纤维素钠调制的硅胶G板及单纯用羧甲基纤维素钠调制的硅胶G板进行薄层层析,结果后者展开后斑点不明显。

收稿日期:1997-04-16

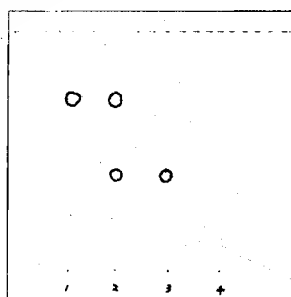
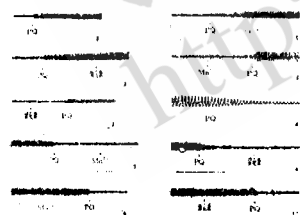


图2 黄芩的TLC图

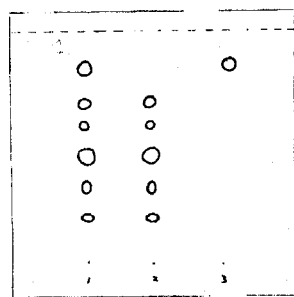


图3 白芷的TLC图

1. 供试品
2. 阿魏酸
3. 阴性对照品

1. 供试品
2. 黄芩对照药材
3. 黄芩苷
4. 阴性对照品

1. 供试品
2. 白芷对照药材
3. 阴性对照品