

• 专 栏 •
• 中药与天然药 •

加味酸枣仁合剂的薄层色谱鉴别研究

高剑锋¹, 任敏¹, 路伟², 柳玉勇¹(1.山东省安康医院, 山东 济宁 272051; 2.济宁市药品检验所, 山东 济宁 272146)

摘要:目的 建立和完善加味酸枣仁合剂的质量标准, 保障其临床疗效。方法 采用薄层色谱法对方中的知母、茯苓、川芎、甘草进行定性鉴别。结果 薄层色谱可以鉴别知母、茯苓、川芎、甘草, 且斑点清晰, 阴性对照无干扰。结论 该方法简便、可靠, 重复性好, 可作为加味酸枣仁合剂的质量控制方法。

关键词: 加味酸枣仁合剂; 薄层色谱法; 鉴别

中图分类号: R284.1 文献标志码: A 文章编号: 1007-7693(2009)06-0455-03

Identification with Thin Layer Chromatography Jiawei Suanzaoren Mixture

GAO Jianfeng¹, REN Min¹, LU Wei², LIU Yuyong¹(1.Shandong Province Ankang Hospital, Jining 272051, China; 2. Shandong Province Jining City Institute for Control of Drug Products, Jining 272051, China)

ABSTRACT:OBJECTIVE To establish and improve the quality criteria of Jiawei Suanzaoren mixture for ensuring the therapeutic effect. **METHODS** Quality of Rhizoma Anemarrhenae, Inian Bread, Rhizoma Chuanxiong and Glycyrrhizae in the prescription were identified with thin layer chromatography(TLC). **RESULTS** TLC could be used for the identification of Rhizoma Anemarrhenae, Inian Bread, Rhizoma Chuanxiong and Glycyrrhizae, the spots were clear and accurate. **CONCLUSION** The method is simple, reliable and can be used for the quality control of Jiawei Suanzaoren mixture.

KEY WORDS: Jiawei Suanzaoren mixture; TLC; identification

本方来源于我院临床经验方。我院以几十年临床经验为基础, 参考国内最新临床报道和古医方《金匱要略》方“酸枣仁汤”加五味子组合而制成中药合剂。主要由酸枣仁、知母、茯苓、川芎、甘草、五味子等6味药物组成。2004年经山东省食品药品监督管理局进行制剂注册(鲁药制字Z0820030048)。具有镇静催眠, 镇痛, 降血压, 增强免疫力, 抗衰老, 养血, 益智, 健脑等作用。临床上主要用于虚症引起的神经症, 虚烦不眠, 心悸不宁, 头晕目眩等症。该制剂的原质量标准仅对其中的酸枣仁和五味子2味药材进行鉴别, 现在笔者采用薄层色谱法, 又对知母、茯苓、川芎、甘草其余4味药材进行了鉴别研究, 斑点清晰, 阴性对照无干扰, 结果令人满意。为提高该制剂的质量标准及更好地控制其质量提供科学依据。

1 仪器与试剂

ZF-2 型三用紫外仪(上海市安亭仪器厂); PQ3120 超声波清洗器[菲罗门(天津)科技有限公司]; 茯苓、川芎、甘草对照药材和甘草酸铵对照品

(110731-200408)、菝葜皂苷元对照品(0744-200005)、阿魏酸对照品(0773-9910)(中国药品生物制品检定所); 1~3号样品来源于2004年《山东省食品药品监督管理局制剂注册标准》(鲁药制字Z0820030048)(制剂批号: 20060702, 20060703, 20060704, 本院制剂室配制), 知母、甘草、茯苓和川芎的空白样品(自制), 制剂所用的中药饮片, 经济宁市药品检验所于立佐主任药师鉴定, 均符合中国药典2005年版一部规定; 硅胶G, 硅胶GF254(青岛海洋化工厂), 其他试剂均为分析纯。

2 定性鉴别

2.1 知母的薄层色谱鉴别

2.1.1 供试液的制备 取本品(制剂)20 mL, 加盐酸2 mL, 水浴回流1 h, 置分液漏斗中, 用三氯甲烷提取2次, 每次20 mL, 合并提取液, 回收三氯甲烷至干, 残渣加三氯甲烷2 mL使溶解, 作为供试品溶液。

2.1.2 对照药材溶液的制备 取知母对照药材1 g, 加甲醇30 mL, 水浴加热回流1 h, 滤过, 滤液

蒸干,残渣加水 20 mL 溶解,滤过,滤液加盐酸 2 mL,水浴加热回流 1 h,置分液漏斗中,用三氯甲烷提取 2 次,每次 20 mL,合并提取液,回收三氯甲烷至干,残渣加三氯甲烷 2 mL 使溶解,作为对照药材溶液。

2.1.3 对照品溶液的制备 取菝葜皂苷元对照品,加三氯甲烷制成 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 按处方量取缺知母的各药材,按“2.1.1”项下方法制成阴性对照溶液。

2.1.5 薄层色谱 照薄层色谱法^[1]试验,吸取供试品溶液和阴性对照溶液各 10 μ L,对照药材溶液和对照品溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以乙醚-石油醚(30~60 $^{\circ}$ C)-乙酸乙酯(5:5:4)为展开剂,展开、取出、晾干,喷以 5%香草醛硫酸乙醇溶液,热风吹至斑点显色清晰。

2.1.6 结果 供试品色谱中,在与知母对照药材和菝葜皂苷元对照品色谱相应的位置上,显相同淡的黄色斑点,阴性对照无干扰。

2.2 甘草的薄层色谱鉴别

2.2.1 供试液的制备 取本品(制剂)20 mL,用水饱和的正丁醇提取 3 次,每次 20 mL,合并正丁醇液,用水洗涤 3 次,每次 10 mL。将正丁醇液置水浴上蒸干,残渣加甲醇 1 mL 溶解,作为供试品溶液。

2.2.2 对照药材溶液的制备 取甘草对照药材 0.2 g,加水 20 mL,加热回流 1 h,滤过,取滤液用水饱和的正丁醇提取 3 次,每次 20 mL,合并正丁醇液,用水洗涤 3 次,每次 10 mL。将正丁醇液置水浴上蒸干,残渣加甲醇 1 mL 溶解,作为甘草对照药材溶液。

2.2.3 对照品溶液的制备 取甘草酸铵对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 2 mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.2.4 阴性对照溶液的制备 按处方量取缺甘草的各药材,按“2.2.1”项下方法制成阴性对照溶液。

2.2.5 薄层色谱 照薄层色谱法^[1]试验,吸取上述 4 种溶液各 5 μ L,分别点于同一用 1%氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上,以乙酸乙酯-甲酸-冰乙酸-水(15:1:1:2)为展开剂,展开,展距 15 cm,取出凉干,喷 10%的硫酸乙醇溶液,于 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰,置紫外光灯(365 nm)下检视。

2.2.6 结果 供试品色谱,在与甘草对照药材色谱相应的位置上,显 4 个相同的黄色斑点和 2 个蓝紫色的荧光斑点。在与甘草酸铵对照品色谱相应的位置上,显相同的橙黄色荧光斑点,阴性对照无干扰。

2.3 川芎的薄层色谱鉴别

2.3.1 供试液的制备 取本品(制剂)20 mL,置分液漏斗中,用三氯甲烷振摇提取 2 次,每次 15 mL,合并三氯甲烷提取液,回收三氯甲烷至干,残渣加乙酸乙酯 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。

2.3.2 对照药材溶液的制备 取川芎对照药材 1 g,加乙醚 20 mL,冷浸 24 h,滤过,滤液回收三氯甲烷至干,残渣各加乙酸乙酯 1 mL 使溶解,作为川芎对照药材溶液。

2.3.3 对照品溶液的制备 取阿魏酸对照品,加乙酸乙酯制成为 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为阿魏酸对照品溶液。

2.3.4 阴性对照溶液的制备 按处方量取缺川芎的各药材,按“2.3.1”项下方法制成阴性对照溶液。

2.3.5 薄层色谱 照薄层色谱法^[1]试验,吸取供试品溶液和阴性对照溶液各 15 μ L,川芎对照药材溶液和阿魏酸对照品溶液各 10 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚(60~90 $^{\circ}$ C)-三氯甲烷-甲醇(10:3:2)为展开剂,展开,展距 15 cm,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,在与川芎对照药材和阿魏酸对照品色谱相应的位置上,显相同的亮蓝荧光斑点,阴性对照无干扰。

2.4 茯苓的薄层色谱鉴别

2.4.1 供试液的制备 取本品(制剂)20 mL,置锥形瓶中,加甲醇 20 mL,超声提取 40 min,滤过,滤液挥干,残渣加乙醚 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。

2.4.2 对照药材溶液的制备 另取茯苓对照药材 1 g,加甲醇 20 mL,超声提取 40 min,滤过,滤液挥干,残渣加乙醚 1 mL 使溶解,作为对照药材溶液。

2.4.3 阴性对照溶液的制备 按处方量取缺茯苓的各药材,按“2.4.1”项下方法制成阴性对照溶液。

2.4.4 薄层色谱 照薄层色谱法^[1]试验,吸取上述 3 种溶液各 10 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以乙醚-石油醚(30~60 $^{\circ}$ C)(1:1)为展开剂,展开,展距 12 cm,取出,晾干,喷以 10%磷钼酸乙醇溶液,热风吹至斑点显色清晰。

2.4.5 结果 供试品色谱中,在与茯苓对照药材色谱相应的位置上,显相同的 2 个蓝色斑点,阴性对照无干扰。

3 讨论

3.1 该制剂的原质量标准仅对其中的酸枣仁和五味子 2 味药材进行鉴别,笔者采用薄层色谱法鉴别加味酸枣仁合剂中知母、茯苓、川芎、甘草等药材,色谱

斑点清晰,附近无杂质斑点干扰,专属性强,简便迅速,重复性好,准确可靠。对于复方中药制剂的鉴别,用简便快捷并具有较强的专属性方法,才能有效控制制剂质量。更加完善了该制剂的质量标准。

3.2 加味酸枣仁合剂中知母、茯苓、川芎、甘草的薄层色谱鉴别,完善了原有质量标准,保证了制剂质量和疗效。在鉴别川芎时,供试品溶液曾分别用三氯甲烷和乙酸乙酯萃取,结果乙酸乙酯萃取样品不易分层,而用三氯甲烷结果较满意,故选三氯甲

烷作萃取剂。在知母 TLC 前处理中,先在样品中加盐酸 2 mL,水浴加热回流 1 h,以提高拔契皂苷元的提取得率,并采用三氯甲烷进行提取,比原来用苯作溶剂更加安全环保,效果良好。

REFERENCES

- [1] Ch.P (2005) Vol I (中国药典 2005 年版.一部) [S]. 2005: Appendix 31.

收稿日期: 2008-04-25