

天仙口服液中麝香、斑蝥、蟾酥的薄层色谱鉴别

朱秀奎 申玉华 于文静 赵淑贤¹ (长春 130062 吉林省药品检验所; ¹ 洮南 137100 洮南市第二制药厂)

天仙口服液是由 30 种中药组成的复方制剂。名贵药材麝香及剧毒药材斑蝥、蟾酥,在处方中量较少,只占 0.3%~0.7%。薄层色谱鉴别未见报导。本文进行薄层色谱鉴别,斑点清晰,结果满意。

1 麝香、斑蝥的薄层色谱鉴别

取本品 1 支,充分摇匀,吸取 10 ml,加石油醚(30~60℃)20 ml,超声 20 min,分取石油醚液,滤过,滤液于 60℃以下水浴蒸干,加 2,4-二硝基苯肼试液 1 ml 溶解,作为供试品溶液。取麝香、斑蝥对照药材各 0.1 g,分别加石油醚(30~60℃)10 ml,超声 20 min,滤过,滤液

在 60℃以下水浴蒸干,各加 2,4-二硝基苯肼试液 1 ml 溶解,作为对照药材溶液。再分别取缺麝香、斑蝥的阴性样品,与供试品溶液同法制备阴性对照溶液。照薄层色谱法试验,立即吸取上述 5 种溶液及 2,4-二硝基苯肼试液各 5 μ l 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以①甲苯、②氯仿、③甲苯-环己烷(1:1)、④甲苯-环己烷(4:6)为展开剂,展开,取出,晾干,供试品溶液色谱中,在与麝香对照药材色谱相应位置上,均显相同的黄色斑点。缺麝香的阴性对照溶液无相同的黄色斑点。在与斑蝥对照药材色谱相应位置上,均显相同的黄色斑点,

缺斑蝥的阴性对照溶液无相同的黄色斑点。但用展开剂③展开薄层色谱效果好(见图1)。

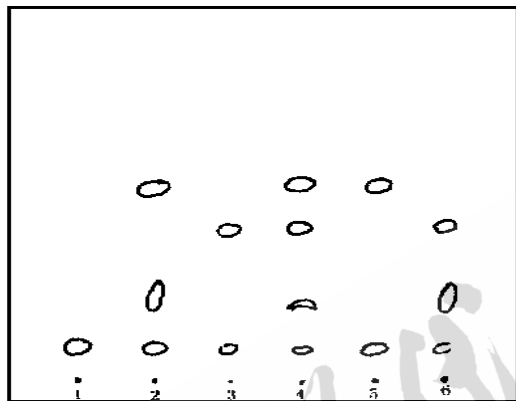


图1 麝香、斑蝥的TLC图

1 - 2,4 - 二硝基苯肼试液; 2 - 斑蝥阴性对照; 3 - 斑蝥对照药材; 4 - 供试品; 5 - 麝香对照药材; 6 - 麝香阴性对照

2 蟾酥的薄层色谱鉴别

取本品1支,充分摇匀,吸取10ml,加氯仿20ml,超声20min,分取氯仿液,加0.1mol/L氢氧化钠液10ml,振摇,静置,弃去碱液,氯仿液加水(20,20ml)洗涤2次,氯仿液浓缩至1ml,作为供试品溶液。另取蟾酥对照药材0.1g,加氯仿1ml,振摇,放置1h,滤过,滤液作为对照药材液。再取缺蟾酥的阴性样品与供试品溶液同法制备阴性对照液。照薄层色谱法试验,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①丙酮-环己烷(3:7)、②氯仿-丙酮-环己烷(3:3:4)为展开剂,展开,取出,晾干,喷0.065%盐酸苯肼硫酸(85%)溶液。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应位置上,

均显相同的红色和紫色二个斑点。阴性对照液无相同颜色的斑点。但用展开剂②展开的薄层色谱效果好(见图2)。



图2 蟾酥的TLC图

1 - 蟾酥对照药材; 2 - 供试品; 3 - 阴性对照

3 讨论

用常规方法麝香、斑蝥的薄层色谱鉴别,展开后,用2,4 - 二硝基苯肼试液为显色剂,薄层色谱的本底为淡黄色。而麝香酮、斑蝥素与2,4 - 二硝基苯肼试液生成的苯腙类化合物也是黄色,斑点不清晰。本文中,在供试品溶液中加入2,4 - 二硝基苯肼试液,衍生化之后,进行薄层色谱鉴别,本底为白色,而麝香酮、斑蝥素衍生化生成的苯腙类化合物是黄色,斑点清晰。但是黄色苯腙类化合物不太稳定。尤其是斑蝥素衍生化的产物,24h后,即无斑点,所以制备的供试品溶液、对照药材溶液应立即进行薄层色谱试验。