

暑热宁合剂薄层色谱鉴别*

徐 聪 陈 涛 李 进 宋洁瑾

摘要 [目的] 建立暑热宁合剂薄层色谱的鉴别方法,为其质量标准的制定提供依据。[方法] 采用薄层色谱法对暑热宁合剂中的大青叶、黄连、香薷、厚朴和半夏进行定性鉴别。[结果] 在薄层色谱中,供试品溶液在与对照药材或是对照品相应位置上显相同颜色的斑点,且斑点清晰,阴性对照在相同位置上无对应的斑点。[结论] 所建立的薄层色谱定性方法专属性强,可用于暑热宁合剂的质量控制。

关键词 暑热宁合剂 薄层色谱 大青叶 黄连 香薷 半夏

中图分类号:R286.0 文献标识码:A 文章编号:1673-9043(2011)04-0232-02

暑热宁合剂是天津中医药大学第一附属医院的医院制剂,主要由广藿香、大青叶、厚朴、葛根、黄连等13味中药材配伍而成。为了确保产品质量,提高药品的检测标准,本实验对香薷对照药材、黄连对照药材、厚朴对照药材、及香薷对照品、大青叶对照品、葛根素对照品、厚朴对照品进行了薄层色谱鉴别。并通过阴性实验进行了验证。

1 材料与方法

1.1 仪器 SB-2A型紫外探测仪(天津市天分分析仪器厂),超声波清洗器(北京医疗设备二厂)。

1.2 试药 对照品靛蓝、靛玉红、厚朴酚、和厚朴酚、葛根素、百秋李醇、麝香草酚、亮氨酸、缬氨酸、精氨酸、丙氨酸、厚朴对照药材、黄连对照药材、香薷对照药材,购自中国药品生物制品鉴定所。暑热宁合剂由天津中医药大学第一附属医院制剂室提供(批号:100423)。药材原料由天津中医药大学第一附属医院主任药师李进进行鉴定,符合《中国药典》2010版标准。所用试剂均为分析纯。

1.3 大青叶的薄层鉴别

1.3.1 供试品溶液的制备 取暑热宁合剂50 mL,加三氯甲烷提取2次,第1次加40 mL,第2次加30 mL,合并三氯甲烷液,浓缩至1 mL,作为供试品液。

1.3.2 对照品溶液的制备 取靛蓝、靛玉红对照

品,加三氯甲烷制成1 mL,分别含靛蓝、靛玉红1 mg混合溶液,作为对照品溶液,即得。

1.3.3 阴性对照品溶液的制备 取缺少大青叶的样品,按“1.3.1”项下方法制成空白溶液。

1.3.4 薄层色谱法(TLC)鉴别 照薄层色谱法(《中国药典》2010年版一部附录VI B)实验,吸取上述两种溶液各15 μ L,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲烷—三氯甲烷—丙酮(5:4:1)为展开剂,展开,取出,晾干。供试品色谱中,在与对照品色谱相应位置上,显相同颜色的斑点。见图1。

1.4 黄连、粉葛的薄层色谱鉴别

1.4.1 供试品溶液的制备 取暑热宁合剂40 mL,用乙醚提取3次,每次20 mL,合并乙醚液,挥干,残渣加乙醚定容至1 mL,作为供试品溶液,即得。

1.4.2 对照品溶液的制备 取黄连对照药材0.25 g,加甲醇25 mL,超声处理30 min,滤过,取滤液作为对照药材溶液。再取葛根素对照品,加甲醇制成1 mL含葛根素2 mg的溶液,作为对照品溶液。

1.4.3 阴性对照品溶液的制备 分别取缺少黄连、粉葛的样品,按“1.3.1”项下方法制成空白溶液。

1.4.4 TLC鉴别 吸取上述供试品溶液、对照药材溶液各1 μ L,分别点于同一高效硅胶GF254薄层板上,以环己烷—乙酸乙酯—异丙酮—甲醇—水—三乙胺(3:3.5:1:1.5:0.5:1)为展开剂,展开,取出,晾干,氨蒸气熏后立即置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。见图2。

1.5 厚朴、香薷薄层色谱鉴别

1.5.1 供试品溶液的制备 取暑热宁合剂成品40 mL,

* 基金项目 国家重大新药专项资金资助项目(2010ZX09102-201)。

作者单位 300193 天津医药大学(徐 聪)

300193 天津中医药大学第一附属医院(陈 涛, 李 进, 宋洁瑾)

作者简介 徐 聪(1985-),女,硕士研究生,研究方向为中药分析与质量控制。

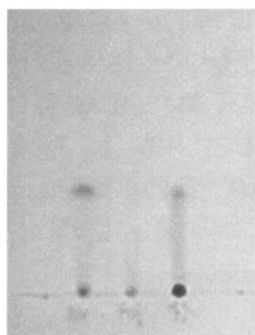


图1 成品-大青叶阴性-对照品

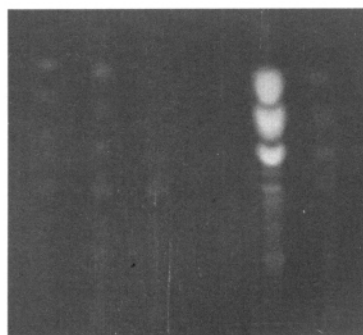


图2 成品-葛根阴性-黄连阴性-葛根素黄连对-照药材-石膏阴性

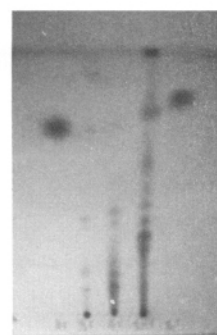


图3 香薷对照药材-百秋李醇-成品阴性-厚朴药材-和厚朴酚-厚朴酚

用乙醚提取3次,每次20 mL。合并乙醚提取液,挥干,残渣用乙醚定容至1 mL,作为供试品溶液。

1.5.2 对照品溶液的制备 取厚朴酚对照品加甲醇制成1 mL含厚朴酚1 mg的溶液,取百秋李醇对照品加乙酸乙酯制成1 mL含百秋李醇2 mg的溶液,取麝香草酚对照品加乙醚制成1 mL含麝香草酚1 mg的溶液作为对照品。取厚朴对照药材粉末0.5 g,加甲醇5 mL,密塞,振摇30 min,滤过,取续滤液作为供试品溶液。取香薷对照药材2 g,加乙醚20 mL,超声30 min,滤过,乙醚挥干,用乙醚定容至1 mL,作为供试品溶液。

1.5.3 阴性对照品溶液的制备 取缺少厚朴,香薷的样品。按“1.3.1”项下方法制成空白溶液。

1.5.4 TCL鉴别 吸取供试品溶液8 μ L,对照品溶液1~2 μ L,分别点于同一硅胶G薄层板上,展距13 cm。以环己烷-乙酸乙酯-甲酸(9:2:0.3)为展开剂,展开,取出晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液,在105 $^{\circ}$ C条件下加热5 min,至斑点显色清晰。见图3。

2 结果

照中国药典的TCL法对暑热宁合剂中大青叶、

厚朴、黄连、香薷、葛根进行定性鉴别,结果供试品色谱中,在与对照品色谱相应位置上,显相同颜色的斑点。通过条件的摸索使黄连与葛根、厚朴与香薷能在相同的展开条件及显色条件下进行鉴别。见图1-3。

3 讨论

采用TCL法鉴别暑热宁合剂成品中大青叶的实验,对照品靛蓝显色较差,在短时间颜色变浅或褪色,在展开、晾干的过程中时间不宜太长,应在展开结束后2 min内观察。展距不宜太长,应小于8 cm。在香薷、厚朴的暑热宁合剂TCL鉴别实验中,两种药材的供试品溶液及对照品溶液的边缘效应都较严重,因此在点板过程中左右两边应留出2 cm的距离。

参考文献:

- [1] 任守忠,靳德军,张俊清,等.广藿香药理作用研究进展[J].中国现代中药,2006,12(8):27-29.

(收稿日期 2011-05-27)

Thin-layer chromatography identification of Shurening mixture by TCL

XU Cong, CHEN Tao, LI Jin, et al

(Tianjin University of TCM, Tianjin 300193, China)

Abstract: [Objective] To establish a thin layer chromatographic (TCL) method for identification of Shurening mixture and provide the basis for the establishment of its quality standard. **[Methods]** Folium Isatidis, Rhizoma Coptidis, Herba Moslae, Cortex Magnoliae Officinalis and Rhizoma Pinelliae in Shurening mixture were identified by TCL method. **[Results]** Folium Isatidis, Rhizoma Coptidis, Herba Moslae, Cortex Magnoliae Officinalis and Rhizoma Pinelliae could be identified by TCL in the same site, and the spots were very clear. There were no corresponding spots at the same site in the negative sample. **[Conclusion]** TCL is a simple, reliable and specific method with good reproducibility, and can be used for the quality control of Shurening mixture.

Key words: Shurening mixture; TCL; Folium Isatidis; Rhizoma Coptidis; Herba Moslae; Cortex Magnoliae Officinalis; Rhizoma Pinelliae