

消食口服液中党参、白术和山楂的薄层鉴别法

中国药品生物制品检定所(北京 100050) 马翠英*

摘要 采用薄层色谱法对消食口服液中君药党参、白术及臣药陈皮进行了鉴别试验。鉴别方法灵敏,重现性好,并分别做了3种组分的空白对照,结果均呈阴性。

关键词 消食口服液 薄层色谱法 党参 白术 陈皮

消食口服液是由党参、白术等13味中药研制的复方制剂,已经通过新药审评。具有消食化滞的功能。用于饮食积滞、胸脘痞满、噎腐吞酸。为控制该成药的内在质量,保证药效,现建立了薄层色谱法鉴别该成药中党参、白术和陈皮的试验方法。该方法灵敏,重现性好。

1 试药

硅胶G(青岛海洋化工厂),聚酰胺薄膜(国营浙江黄岩化学实验厂),党参,白术对照药材(厂方提供),橙皮甙对照品(中国药品生物制品检定所),消食口服液样品(厂方提供),党参、白术、陈皮空白对照样品(自制),所用试剂均为分析纯。

2 党参的鉴别

2.1 供试品溶液的制备:取本品10ml置分液漏斗中,用乙醚提取3次(10、5、5ml),弃去乙醚液,再用水饱和的正丁醇提取3次,每次10ml。合并正丁醇液,用20ml水洗涤1次,分取正丁醇液,蒸干,用甲醇溶解至2ml量瓶中,备用。

2.2 对照药材溶液的制备:取党参对照药材3g,加水煎煮2次,第1次1h,第2次0.5h,过滤。合并滤液,浓缩至50ml,放置过夜,过滤,取滤液20ml,照供试品溶液的制备方法制成对照药材溶液,备用。

2.3 缺党参空白对照溶液的制备:按处方取除党参外的各单味药,照样品制备方法制成空白对照样品。取空白对照样品10ml,照供试品溶液的制备方法制成缺党参空白对照溶液。

2.4 薄层层析:吸取供试品溶液和空白对照溶液各5 μ l及对照药材溶液10 μ l,分别点于同一用0.1%羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶G薄层板上,以氯仿-甲醇-水(11:6:2)下层液为展开剂,饱和15min,展开,取出,晾干,喷以10%磷钼酸乙醇溶液,110℃烘5min。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置处($R_f=0.25$)显相同颜色的斑点,空白对照色谱呈阴性,见图中A。

3 白术的鉴别

3.1 供试品溶液的制备:取本品30ml置分液漏斗中,用石油醚(60~90℃)提取4次(30、20、20、10ml),合并提取液,蒸干,用0.5ml甲醇溶解,备用。

3.2 对照药材溶液的制备:取白术对照药材1g,研碎,加石油醚(60~90℃)20ml,冷浸0.5h,并不断振摇,过滤,蒸干滤液,用0.5ml甲醇溶解,备用。

3.3 缺白术空白对照溶液的制备:按处方取除白术外的各单味药,照样品制备方法制成空白对照样品。空白对照样品30ml,照供试品溶液的制备方法制成缺白术空白对照溶液。

3.4 薄层层析:吸取供试品溶液、对照药材溶液和空白对照溶液各20 μ l,分别点于同一用

*Address: Ma Cuiying, National Institute for the Control of Pharmaceutical and Biological Products, Beijing

0.1%羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶G板上,以石油醚(60~90℃)-醋酸乙酯(8.8:1.2)为展开剂展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,105℃烘7min,置紫外灯光(365nm)下观察。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置处($R_f=0.40$, $R_f=0.16$)显相同颜色的荧光斑点,空白对照色谱呈阴性,见图中B。

4 山楂的鉴别

4.1 供试品溶液的制备:取本品10ml,加无水乙醇至100ml,摇匀,放置0.5h,过滤,滤液浓缩至干。残渣用10ml水溶解,置分液漏斗中,用乙醚提取2次,每次10ml,弃去乙醚液,再用水饱和的正丁醇提取4次(15、10、10、10ml)。合并正丁醇提取液,用水洗涤2次,每次10ml,分取正丁醇液,蒸干,用甲醇溶解至2ml量瓶中,备用。

4.2 对照品溶液的制备:取橙皮甙对照品1mg置1ml量瓶中,加甲醇至刻度,加热溶解。

4.3 缺陈皮空白对照溶液的制备:按处方取除陈皮外的各单味药,照样品制备方法制成空白对照样品。取空白对照样品10ml,照供试品溶液的制备方法制成缺陈皮空白对照溶液。

4.4 薄层层析:吸取供试品溶液,对照品溶液和空白对照溶液各10 μ l,分别点于同一硅胶G板上,以醋酸乙酯-甲醇-水(100:17:13)为展开剂,展开,约3cm,取出,晾干。再以甲苯-醋酸乙酯-甲酸-水(20:10:1:1)的上层液为展开剂,展至约8cm,取出、晾干。喷10%三氯化铝乙醇液,置紫外灯光(365nm)下观察。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置处($R_f=0.64$)显相同的黄色荧光斑点,空白对照色谱呈阴性,见图中C。

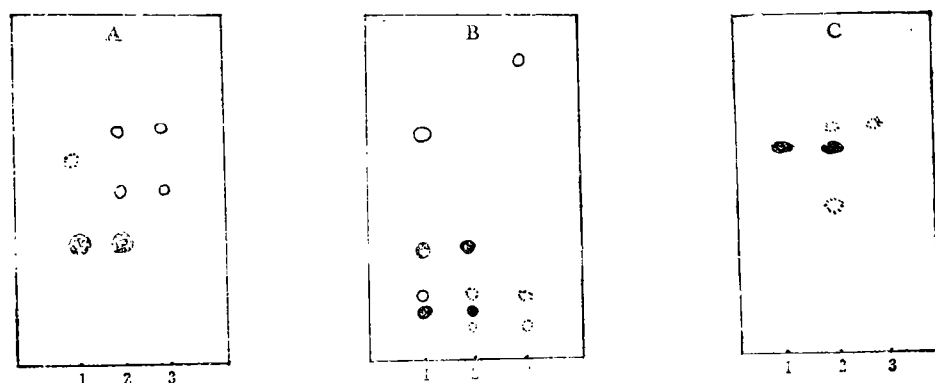


图 TLC图

1-对照药材(C中橙皮) 2-供试品 3-空白对照

A-党参 B-白术 C-山楂

5 讨论

5.1 党参中主要有效成分是皂甙类化合物。供试品溶液的制备过程,首先用乙醚萃取除去脂溶性杂质,用正丁醇萃取可使皂甙类成分提出和水溶性杂质分离,使供试品溶液得到净化。

5.2 白术中的主要有效成分是挥发油,为脂溶性成分。本品为水溶性制剂,则脂溶性成分相对量少,所以制备白术的供试品溶液时取样量较大。另外,萃取过程中要用力振摇,以增大水和石油醚的接触面积,使有效成分充分被提出,若有乳化现象,可先分取乳化层,通过过滤消除乳化。

(1994-07-11收稿,1995-05-20修回)