

用多次层析法鉴别中药成方制剂中的蟾酥

国家医药管理局天津药物研究院(300193) 伊惠贤* 孔令俐

摘 要 名贵中药往往在成方制剂中含量甚微,给层析鉴别带来困难。本文介绍多次层析法对于含蟾酥量少、其他成分干扰严重的成方制剂,是一个可行的鉴别方法。

关键词 蟾酥 成方制剂 多次层析

蟾酥是一味常用的重要中药,有解毒、消肿、强心、止痛的作用,广泛应用于中医内科、外科、小儿科、口腔科等,近代临床医学已将其用于治疗恶性肿瘤。中国药典、卫生部颁布的药品标准及各省市区地方药品标准中收录了含蟾酥的制剂品种。在这些成方制剂中,蟾酥在方中所占的比例都很小,而且这些成方制剂都没有蟾酥的定性鉴别方法。1995年版中国药典规定蟾酥的日用量为15~30 mg。为确保产品质量和疗效,建立可行、可控的蟾酥定性鉴别的方法是很有必要的。

加味西黄丸是其中一个有代表性的品种,蟾酥仅占全方的0.17%,而且组方中乳香、没药、麝香对其鉴别的干扰严重。我们以加味西黄丸中蟾酥的定性鉴别,叙述多次层析方法。

1 仪器与试药:

定容毛细管 2 μ L (CAMAG), 高效硅胶 G 层析板 (青岛海洋化工厂), 酯蟾毒配基对照品 (中国药品生物制品检定所), 蟾酥药材 (天津市药材公司第二批发部), 加味西黄丸 (市售), 试剂为二级化学试剂。

2 方法及结果:

2.1 对照品溶液的制备: 取酯蟾毒配基对照品, 加氯仿配制成每毫升含 1 mg 的溶液。

2.2 样品溶液的制备: 取加味西黄丸粉末 1 g, 加无水乙醇 50 mL 加热回流 30 min, 过滤, 滤液浓缩至 5 mL 左右, 加 1 g 层析硅胶拌样, 将乙醇挥干, 用环己烷装于已装好硅胶

的层析柱的顶部, 然后依次用环己烷-氯仿 (9 : 1) 50 mL、环己烷-氯仿 (1 : 1) 50 mL、氯仿 25 mL 洗脱, 再用 25 mL 氯仿洗脱, 收集此洗脱液, 浓缩至干, 加 1 mL 氯仿溶解, 备用。

2.3 药材溶液的制备: 取药材粉末 1 g, 加氯仿 20 mL, 磁力搅拌 2 h, 过滤, 滤液浓缩至 1 mL, 备用。

2.4 薄层层析: 用定容毛细管吸取样品溶液 4 μ L, 对照品溶液 2 μ L、药材溶液 2 μ L, 分别点于同一块高效硅胶 G 板上, 以环己烷-氯仿 (6 : 4) 为展开剂, 展距为 8.0 cm, 取出, 晾干, 在样品点样原点位置上再点样品溶液 2 μ L, 以环己烷-氯仿 (6 : 4) 为展开剂, 展距 8 cm, 挥干溶剂后, 再在样品点样原点位置上点样品溶液 2 μ L, 以苯-丙酮 (7 : 3) 为展开剂, 展开, 展距 8 cm, 取出, 挥尽溶剂, 用 5% 硫酸乙醇溶液显色,

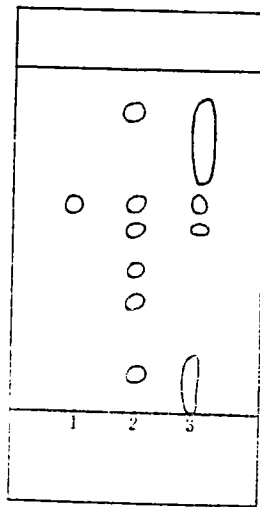


图1 样品 TLC 图

- 1-脂蟾毒配基
- 2-蟾酥药材
- 3-加味西黄丸

120℃烘 5 min。
2.5 结果: 在样品与药材色谱中对照品色谱相应位置上显相同的蓝紫色斑点, R_f 0.60, 见图 1。

* Address: Yi Huixian, Tianjin Institute of Pharmaceutical Research, State Pharmaceutical Administration of China, Tianjin

3 讨论

3.1 多次层析法是基于样品中被鉴别的成分甚微,且此成分在前几次展开中位于原点不动,而其它非鉴别的成分则随展开系统展开,如此反复多次,可以在原点保留了较多的需鉴别的成分,而又排除了其它成分的干扰,最终达到鉴别的目的。

3.2 多次层析法不同于一次性层析,一次层析无法使样品点样太多,对于含有被鉴别成分甚微的样品是难以鉴别的,而且样品中杂质成分随着样品点样量的增加而增多,加大了干扰,而多次层析法恰恰克服了一次层析这两个缺陷。多次层析法既不同于一次层析,

又不同于多次展开。多次展开仅增加了样品分离的手段,而不增加样品的点样量,不能有效地鉴别样品中含量甚微的成分。

3.3 多次层析法用于加味西黄丸,蟾酥在其中的含量为 0.17%;对于含蟾酥更少的中成药制剂也可用此法鉴别,只是展开剂系统可以根据组方药味及蟾酥量的不同进行选择。

3.4 由于多次层析的效果好,斑点边缘清晰、杂质成分干扰少,可以采用薄层扫描法进行含蟾酥成分的含量测定。

致谢:本文承蒙魏吉城研究员指导。

(1996-04-05 收稿)

薄层-导数荧光分光光度法测定香连丸、左金丸中小檗碱、巴马亭的含量

江苏省江宁县人民医院(211100) 陶美英*
中国药科大学 赵金慧

摘 要 香连丸、左金丸其主药均为黄连,主要有效成分为小檗碱、巴马亭等生物碱。采用薄层-导数荧光法测定该类药中的有效成分,检出灵敏度高,点样量少,回收率好。

关键词 香连丸 左金丸 薄层-导数分光光度法 小檗碱 巴马亭

香连丸、左金丸都具有清热化湿,行气止痛的作用。其主药黄连中的有效成分是小檗碱、巴马亭等生物碱。该类药的含量测定文献报道不多^[1~6],用薄层-导数荧光法测定尚未见报道。我们选择了较合适的展开系统,进行导数荧光测定,杂质或共存物的干扰,可以通过波长和求导条件的选择加以清除。

1 仪器与试剂:

仪器:605 型-60 多功能荧光计;2537 Å 紫外分析仪,H66025J 超声清洗机,薄层自动铺板仪。试剂均为分析纯,硅胶 G(青岛海洋化工厂);对照品小檗碱、巴马亭由中国药科大学金蓉鸾教授提供。药品:原料药黄连、吴

茱萸、木香由南京市药材公司提供;香连丸(批号 880405,871201,860705)黄石制药厂;左金丸(批号 840113)武汉市中联制药厂。

2 方法与结果

2.1 样品液的制备:香连丸、左金丸、黄连、吴茱萸、木香粉碎,恒重,并同时炮制吴茱萸、制黄连。精称上述药品,置索氏提取器中,90%乙醇提取至无色,并定容到一定体积备用。

2.2 样品测定用薄板系统的制备:薄板的制备:0.7% CMC-Na;硅胶 G 和粘合剂的比例:1:3;板厚 0.6 mm;105℃活化 1.5 h,干燥器中冷却备用。

* Address: Tao Meiying, Jiangsu Provincial Jiangning County People's Hospital, Jiangning