

于进一步研究。

References:

- [1] Jiangxi Provincial Health Bureau. *Chinese Medicinal Material Standards of Jiangxi Province* (江西省中药材标准) [M]. Nanchang: Jiangxi Science and Technology Press, 1997.
- [2] Xie C, Xu L Z, Zhao B A. Studies on chemical constituents of *Herba Lysimachiae Capillipe* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2000, 31(2): 81-83.
- [3] Ding Z H, Wu J Y. Compounds of volatile oil in *Herba Lysimachiae Capillipe* [J]. *Acta Bot Yunnan* (云南植物研究), 1989, 11(2): 209-214.
- [4] *Ch P* (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol . .
- [5] Information Center of Chinese Herbal Medicine, State Pharmaceutical Administration of China. *Handbook of Active Constituents in Phytomedicine* (植物药有效成分手册) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1986.

《中华人民共和国药典》中苦参和延胡索药材的薄层色谱探讨

罗 杰

(广州白云山中药厂, 广东 广州 510515)

薄层色谱以其色彩丰富、直观、印象深刻的可见光或荧光色谱图, 且操作简便易行的特点^[1]被广泛用于中药材和中药制剂鉴别和指纹图谱的研究。有些中药材、中成药质量标准中的含量测定及薄层鉴别, 存在方法不合理, 操作复杂繁琐, 重现性差的现象。这和在制定标准时, 只重工艺的优化, 忽略质量标准的优化有关。其实检测方法的优化同一个工艺优化一样重要, 一个优秀检验方法不但具有良好的操作性和重现性, 同样也具有减轻工作量和降低成本的作用。现对《中华人民共和国药典》(简称药典) 2000 年版一部中苦参、延胡索药材的薄层鉴别进行色谱条件的优化对比实验。

1 实验器材

玻璃展开槽(双槽), 薄层色谱用硅胶 G(青岛海洋化工厂), 延胡索对照药材(0928-9904), 苦参药材(广州市药材公司)经广州市药品检验所刘伯英老师鉴定。

2 实验方法

2.1 苦参供试品溶液和苦参碱、槐定碱对照品溶液的制备: 按药典 2000 年版一部苦参项下的制备方法制备。

2.1.1 药典色谱条件^[2]: 见彩 8, 图 1-A, C。改用紫外光 365 nm 下显示参照图见彩 8, 图 1-B, D。

2.1.2 色谱条件: 点样量: 各 5 μ L; 薄层板: 硅胶 G; 展开剂: 甲苯-醋酸乙酯-三乙胺(25:10:1), 于展开槽, 另一槽放置浓氨, 饱和 15 min。显色: 置碘蒸气蒸后, 于 365 nm 下检视。见彩 8, 图 1-E。

2.1.3 色谱条件: 点样量: 各 5 μ L; 薄层板: 2%

NaOH 溶液制备的硅胶 G 薄层板; 展开剂: 醋酸乙酯-甲醇-水-氨(30:5:1:2)。显色: 置碘蒸气熏后, 于 365 nm 下检视。见彩 8, 图 1-F。

2.2 延胡索供试品溶液、延胡索乙素对照品溶液的制备: 按药典 2000 年版一部延胡索药材项下制备方法制备。

2.2.1 药典色谱条件^[2]: 见彩 8, 图 2-A, B。

2.2.2 色谱条件: 点样量: 各点 3 μ L; 薄层板: 硅胶 G 薄层板; 展开剂: 环乙烷-醋酸乙酯(2:1); 显色剂: 碘蒸气熏, 挥走碘后, 置紫外光 365 nm 下检视。见彩 8, 图 2-C。

3 讨论

苦参的薄层色谱图分析: 药典的色谱条件, 色谱的重现性不理想, 斑点拖尾, 见彩 8, 图 1-A, C。产生这种情况与采用双展开系统展开有关, 一般情况下采用双展开剂展开, 会存在一个重现性问题。在展完第 1 个展开剂时, 应放置多久后才用第 2 个展开剂展开, 虽然每次放置时间可确定, 但薄层的湿度却是不一样的。因为薄层板放置挥干的程度不但和时间、温度有关, 更决定于环境的湿度, 一旦薄层板的湿度和环境的湿度达到某种平衡, 放置时间就变得无意义了, 因此很难通过放置时间来保证薄层板的湿度大致一样, 这样色谱的重现性问题难以解决。同样该色谱的显色也存在类似问题, 每次显色难以保证 2 种显色剂的比例、两种显色剂的覆盖是否均匀, 如彩 8, 图 1-A, C, F, 造成同一板显色后的斑点、底版颜色不均匀。还有展开剂 S2 的配制也需放置较长时间才完全分层, 非常耗时^[2]。色谱条件 , , 解决了苦

参碱、槐定碱斑点拖尾现象,能获得较好的分离效果,于碘熏后,置紫外光 365 nm 下检视,斑点清晰、稳定,具有良好的显示效果。因此单展开系统、紫外光显色的色谱条件,大大优于采用双展开系统、双显色的药典色谱条件。在色谱条件和 中,色谱条件 中的斑点圆而集中,故色谱条件 较理想。

延胡索色谱分析:该色谱条件较易产生边缘效应,同时在实验的过程中,色谱的重现性不甚理想。还有一个问题是,样品的处理过程不够严谨,即样品处理中“残渣加水溶解”并无标注具体体积,如采用加水 15 和 25 mL 溶解处理,加水体积相差到一定体积,会引起色谱的差别,这样造成同样品因加水量不用而造成色谱差异。加“25 mL 水”溶解处理的供试品的色谱较加“水 15 mL”溶解处理的供试品色谱斑点颜色较浅,斑点数也少。为考察加水量的差别,“残渣加水溶解”中水的量设定 25 和 15 mL 两个体积(所提取的供试品分别称供试品 A 和供试品 B),进行考察,同时也考察超声提取(供试品 A 和供试品 B)和热回流提取(供试品 C)之间的差异以作对比实验。从彩 8,图 2-D 看,延胡索药材采用超声提取和热回流提取处理的供试品的色谱基本一样,但热回流提取处理的供试品色谱斑点量要大于超声提

取的供试品色谱斑点。展开剂采用环乙烷-醋酸乙酯(2-1)组成展开系统,色谱分离度、重现性良好,且只由 2 种溶剂组成,组成简单,展开时几乎不需预饱和,也不产生边缘效应,采用硅胶 G 薄层板代替碱性硅胶 G 薄层板,通用性好,方便快捷。而药典的色谱系统,采用 3 种溶剂,展开时,需充分饱和,也只能减少边缘效应。因此色谱条件 明显优于药典的色谱条件。很多因素都可影响薄层色谱的分离度、重现性,不但要从样品的提取、展开剂的选择到显色的每一环节都需做充分优化实验,就连不为人注意的点样量,都应予以考察,有时不同的点样量会产生不同的色谱,应尽可能避免因步骤繁琐而带来的不稳定因素。在从事质量标准制定工作以来,接触药典过程中,发现药典中有些实验方法存在较粗糙、不合理的问题(如黄芪、山萸肉的含量测定和其他一些药材鉴别方法),希望药典 2005 年版能够减少上述问题,制定的更为严谨。

References:

- [1] Xie P S. A feasible strategy for applying chromatography fingerprint to assess quality of Chinese herbal medicine [J]. *Tradit Chin Drug Res Clin Pharmacol* (中药新药与临床药理), 2001, 12(3): 141-151.
- [2] *Ch P* (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol . .

山东药圣生物科技(平邑)有限公司荣誉推出“药圣 1+ 1^R天然澄清剂”

“药圣 1+ 1^R天然澄清剂”主要用于:1. 传统中药“水提醇沉”工艺中乙醇的替代;2. 传统中药提取物(如银杏叶干浸膏、山楂叶黄酮、叶绿素等)工艺中有机溶媒的水溶媒替代;3. 中药水针、粉针、冻干粉针的澄清处理;4. 无菌、无热原的中医药原料、生化原料澄清处理;5. 中草药、生化药品、保健食品、口服液、果汁、茶饮料、啤酒等产品的澄清处理;6. 氨基酸类、维生素类、有机酸类、抗生素类发酵液的澄清处理;7. 对重金属污染的工业废液(水)及其他工业废水的澄清处理;8. 对出口食品、药品、药材、保健品重金属农药残留超标的有效处理。

收得率分别提高 30% ~40 倍;含量提高 10% ~50%;工厂成本下降 30% ~80%;还生产硫酸软骨素、黄连素系列、注射用黄芩苷(95%),双花连翘苷,银杏叶干浸膏、丹参素、丹参川芎浸膏等,以及口服级中药提取物,可根据客户要求生产,亦可进行相应品种的技术转让。

地 址:山东平邑县浚河路 78 号
江西公司地址:江西 苍源药业 四楼
四川公司地址:雅安鸿龙大厦 三楼

电 话(传真):(0539) 4088727 4089366 13573927737
电 话(传真):(0794) 8231658 13307040029
电 话(传真):(0835) 7632956 13320931132

《中华人民共和国药典》中苦参和延胡索药材的薄层色谱探讨

(见正文第 459 页)

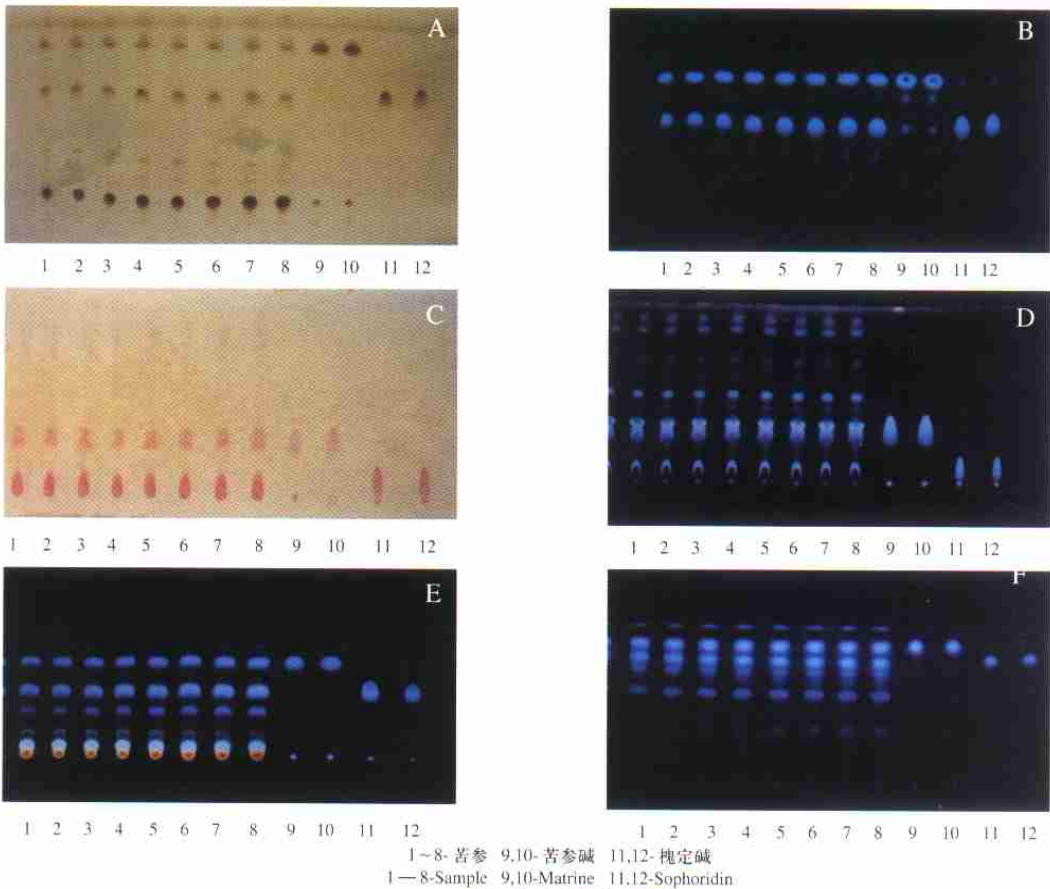


图 1 苦参薄层色谱图
Fig.1 TLC chromatogram of Radix Sophorae Flavescentis

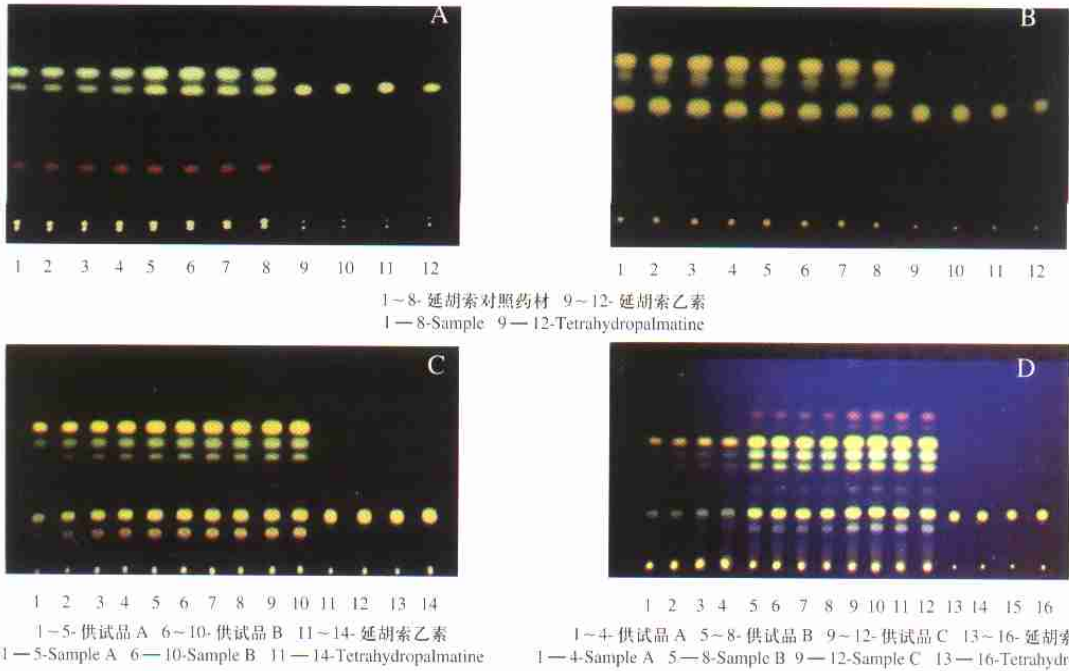


图 2 延胡索薄层色谱图
Fig.1 TLC chromatogram of Rhizoma Corydalis