

# 复方脑清胶囊的薄层色谱鉴别

梁惠珍<sup>1</sup>, 倪艳<sup>2</sup>, 李先荣<sup>2\*</sup>

(1. 山西中医学院中药学院, 太原 030024; 2. 山西省中医药研究院, 太原 030012)

**[摘要]** 目的: 建立复方脑清胶囊的薄层色谱鉴别方法。方法: 采用 TLC 对复方脑清胶囊中三七、石菖蒲、连翘和大黄进行定性鉴别。结果: TLC 能明显检出三七、石菖蒲、连翘和大黄, 斑点清晰, 分离度好, 专属性强。结论: 该方法简便、准确、重复性好, 能有效地控制复方脑清胶囊的质量。

**[关键词]** 复方脑清胶囊; 薄层色谱鉴别; 三七; 石菖蒲; 连翘; 大黄; 大黄酸

**[中图分类号]** R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)15-0070-03

**[doi]** 10.11653/syfj2013150070

## TLC Identification of Compound Naoqing Capsules

LIANG Hui-zhen<sup>1</sup>, NI Yan<sup>2</sup>, LI Xian-rong<sup>2\*</sup>

(1. School of Chinese Materia Medica, Shanxi University of Traditional Chinese Medicine, Taiyuan 030024, China;  
2. Shanxi Academy of Chinese Medicine, Taiyuan 030012, China)

**[Abstract]** **Objective:** To establish TLC for compound Naoqing capsules. **Method:** TLC was performed to qualitatively identify Radix et Rhizoma Notoginseng, Rhizoma Acori tatarinowii, Fructus Forsythiae and Radix et Rhizoma Rhei. **Result:** Radix et Rhizoma Notoginseng, Rhizoma Acori tatarinowii, Fructus Forsythiae and Radix et Rhizoma Rhei were well identified by TLC. TLC spotting was clear with high separation and strong specificity. **Conclusion:** This method was simple and accurate with highly reproducible, it could be adopted for quality control of compound Naoqing capsules.

**[Key words]** compound Naoqing capsules; TLC; Radix et Rhizoma Notoginseng; Rhizoma Acori tatarinowii; Fructus Forsythiae; Radix et Rhizoma Rhei; rhein

复方脑清胶囊来源于临床经验方, 由三七、石菖蒲、连翘和大黄等组成, 具有活血利水、化痰通腑的功效, 临床用于治疗中风之颅脑水肿, 该急症以突然昏倒、不省人事、伴有口眼歪斜、半身不遂为主要特征<sup>[1]</sup>。为有效控制该制剂的质量, 本实验通过对处方中三七、石菖蒲、连翘和大黄进行 TLC 定性鉴别, 为该制剂的质量控制提供参考。

### 1 材料

MS101-1 型电热恒温干燥箱(上海市松江县枫

泾机电厂), DS 型电热三用水箱(北京医疗设备厂), YOKO-PN 型电动喷雾器(武汉药科新科技开发有限公司), YOKO-XR 型显色加热器(武汉药科新科技开发有限公司), 939 型薄层制板器(重庆南岸贝尔德仪器技术厂), UV-8 型三用紫外分析仪(上海分析仪器厂无锡分厂), BP211D 型 1/10 万电子天平(德国 Startorius), 薄层色谱用硅胶 G、H(青岛海洋化工有限公司)。

三七、石菖蒲、连翘、大黄(均购自山西省药材公司, 经山西省中医药研究院主任药师倪艳鉴定, 均符合 2010 年版《中国药典》相关项下要求), 大黄酸对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 0757-200405), 复方脑清胶囊(大同市光明制药有限责任公司), 试剂均为分析纯。

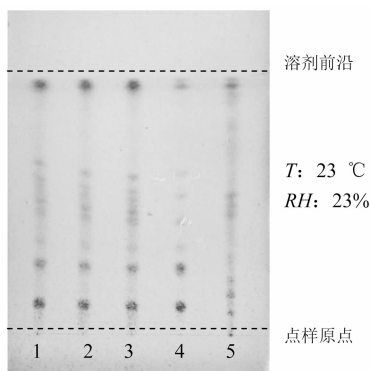
**[收稿日期]** 20121218(007)

**[第一作者]** 梁惠珍, 讲师, 硕士, 从事中药化学研究, Tel: 13935114507, E-mail: lianghui25@sina.com

**[通讯作者]** \* 李先荣, 教授, 从事中药复方物质基础及新剂型研究, Tel: 0351-4668040, E-mail: XPLi-01@163.com

## 2 方法与结果

**2.1 三七 TLC 鉴别** 取本品内容物 5 g,加甲醇 30 mL 超声处理 30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加水 20 mL,微热使溶解,用水饱和的正丁醇振摇提取 4 次,每次 20 mL,合并正丁醇提取液,用氨试液洗涤 2 次,每次 30 mL,弃去氨液,正丁醇提取液蒸干,残渣加水 10 mL,微热使溶解,放冷,通过中性氧化铝柱(100~120 目,3 g,内径 10 mm),用水 50 mL 洗脱,弃去水液,用 70% 乙醇 80 mL 洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。另称取三七对照药材 1 g,同法制成对照药材溶液。照《中国药典》2010 年版一部附录 VI B 的 TLC 进行试验,分别精密吸取供试品溶液、对照药材溶液 6,2  $\mu$ L,点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)于 10  $^{\circ}$ C 以下放置 12 h 的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10% 硫酸乙醇溶液,在 105  $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。结果见图 1~2,表明在与对照药材色谱相应的位置上,供试品色谱显相同颜色斑点,置紫外光灯(365 nm)下检视,显相同颜色的荧光斑点。



1,2,3. 供试品;4. 对照药材;5. 阴性对照样品(图 2~5 同)

图 1 三七的可见 TLC

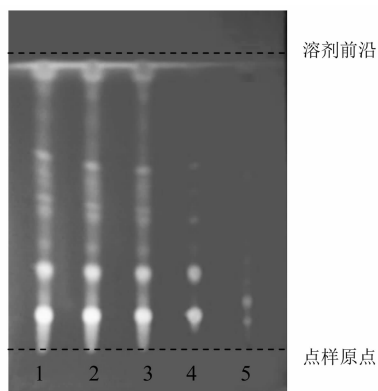


图 2 三七紫外 TLC

**2.2 石菖蒲 TLC 鉴别** 取本品内容物 4 g,加乙酸乙酯 20 mL,超声处理 20 min,滤过,滤液蒸干,残渣加乙酸乙酯 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取石菖蒲对照药材 2 g,同法制成对照药材溶液。照 TLC 试验,吸取上述 2 种溶液各 4  $\mu$ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(8:1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视。结果见图 3,显示供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

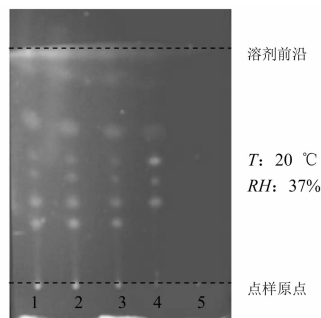


图 3 石菖蒲 TLC

**2.3 连翘 TLC 鉴别** 取本品内容物 5 g,加乙醇 20 mL,加热回流 1 h,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇 2 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取连翘对照药材 2 g,同法制成对照药材溶液。照 TLC 试验,依次精密吸取供试品溶液、对照药材溶液 10,5  $\mu$ L,点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-甲醇(20:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以醋酐-浓硫酸(20:1)试液,置 105  $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。结果见图 4~5,显示供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点;置紫外光灯(365 nm)下检视,显相同颜色的荧光斑点。

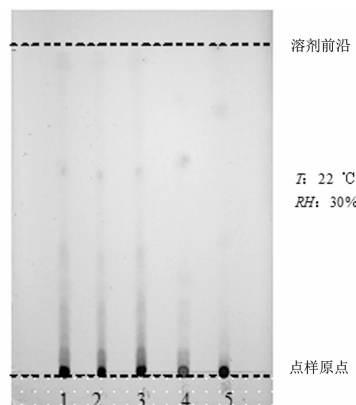


图 4 连翘的可见 TLC

**2.4 大黄 TLC 鉴别** 取本品内容物 4 g,加甲醇 20 mL,加热回流 1 h,滤过,滤液蒸干,残渣加水 10 mL 使溶解,加盐酸 1 mL,加热回流 30 min,立即

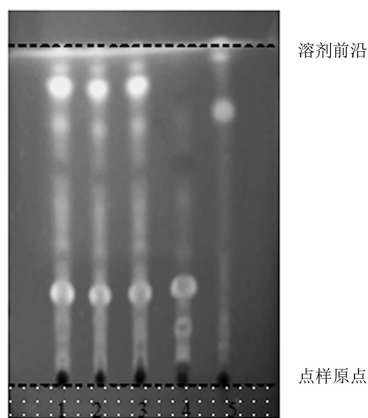
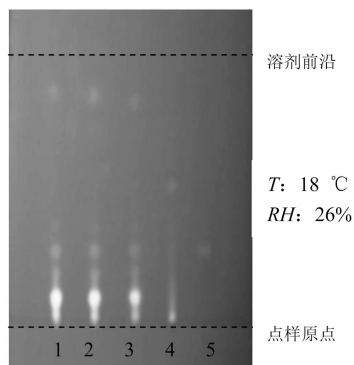


图 5 连翘的紫外 TLC

冷却,用乙醚振摇提取 3 次,每次 20 mL,合并乙醚液,蒸干,残渣加三氯甲烷 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取大黄酸对照品,加甲醇制成  $1 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  的对照品溶液。照 TLC 试验,分别精密吸取供试品溶液、对照品溶液 6,4  $\mu\text{L}$ ,点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 H 薄层板上,以石油醚(30 ~ 60  $^{\circ}\text{C}$ )-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,置氨蒸气中熏。结果见图 6,显示供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同的红色斑点。



1,2,3. 供试品;4. 阴性对照样品;5. 大黄酸对照品

图 6 大黄 TLC

### 3 讨论

供试品溶液的制备过程中,过中性氧化铝柱处理背景的效果较过大孔树脂柱好,各斑点清晰可见,因此采用中性氧化铝柱<sup>[2-3]</sup>。三七皂苷  $R_1$  是反映该处方功能主治的有效成分,曾尝试选其为对照指标,通过预试验发现,三七皂苷  $R_1$  不能得到很好的

分离,故最终采用三七药材作对照。

石菖蒲的主要有效成分为挥发性成分,需用亲脂性有机溶剂提取。比较了使用石油醚加热回流提取,以石油醚(60 ~ 90  $^{\circ}\text{C}$ )-乙酸乙酯(4:1)为展开剂和用乙酸乙酯超声提取,以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(8:1:1)为展开剂的方法,结果后者较前者更简便、快速、重复性好,且阴性空白对照无干扰。

连翘 TLC 鉴别时,直接采用乙醇回流提取,在 2010 年版《中国药典》基础上,对展开剂比例进行调整,以三氯甲烷-甲醇(20:1)为展开剂,并喷以醋酐-浓硫酸(20:1)试液显色,结果斑点分离度好、显色清晰,且阴性样品未见干扰。在 2010 年版《中国药典》中,大黄 TLC 鉴别的提取是用甲醇 20 mL 浸泡 1 h,通过预试验发现提取率不高,故改用加热回流提取 1 h。方中其他药味由于阴性对照有干扰,或 TLC 结果重复性不理想,故均未列入实验。

### [参考文献]

- [1] 朱连科,魏文阁. 中西医结合治疗急性脑血管脑水肿 43 例[J]. 现代中西医结合杂志,2000,9(4):331.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:化学工业出版社,2010:11.
- [3] 王术玲. 人参、三七、黄芪的薄层色谱鉴别[J]. 中国药品标准,2003,4(2):48.
- [4] 甘雨,徐惠波,孙晓波. 三七总皂苷的药理作用研究进展[J]. 时珍国医国药,2007,18(5):1251.
- [5] 吴启端,吴清和,王绮雯,等. 石菖蒲挥发油及  $\beta$ -细辛醚的抗血栓作用[J]. 中药新药与临床药理,2008,19(1):29.
- [6] 韩亚亮,刘萍,何新荣. 石菖蒲挥发油的基本成分及其药理作用研究进展[J]. 中国药物应用与监测,2011,8(2):120.
- [7] 吴启端,方永奇,陈奕芝,等. 石菖蒲挥发油及  $\beta$ -细辛醚对心血管的保护作用[J]. 中药新药与临床药理,2005,16(4):244.
- [8] 何玉萍,吴宏,方永奇,等.  $\beta$ -细辛醚对脑缺血大鼠血小板活化影响的动态研究[J]. 中医医学刊,2005,23(3):468.

[责任编辑 全燕]