

伤科止痛膏的薄层鉴别

李晓松, 叶锐彬*, 阳秀平, 肖锋
(成都体育学院附属体育医院,
成都 610041)

伤科止痛膏是我院已故著名武医专家郑怀贤教授的经验方, 是用于治疗运动损伤的外用膏药。由麝香、肉桂、丁香、红花、檀香、排草、白芷、羌活、没药、川芎、木香、山柰、当归、续断、独活、血竭 16 味中药组成。现将原方中除麝香外的 15 味中药经提取得浸膏, 麝香粉碎成细粉待用, 另取合成橡胶、氧化锌、液体石蜡等基质, 与上述浸膏和麝香细粉混匀, 制成膏浆, 涂布、盖衬、分切、包装, 得到用于运动创伤及损伤后遗症的中药贴膏(即伤科止痛膏)。为有效控制药品质量, 笔者采用薄层色谱法对方中的白芷、续断、独活、川芎、当归进行鉴别, 其方法简便易行, 可用于该制剂的质量控制。

1 仪器与试药

三用紫外分析仪(上海 ZF—I 型); 电子分析天平(万分之一 FA1004N); 本试验所用样品伤科止痛膏由本院制剂室提供, 批号为 080301、080302、080303。供研究用的白芷对照药材(120945-200406)、川芎对照药材(120918-200608)、当归对照药材(120927-200613)、独活对照药材(120940-200708)及川续断皂苷对照品(111685-200401)均由中国药品生物制品检定所提供。硅胶 G 由青岛海洋化工厂出品; 所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 白芷的 TLC 鉴别 取本品 2 片, 除去盖衬, 剪成小块, 加乙醇 50 mL, 回流 1 h, 滤过, 滤液浓缩至约 2 mL, 加 1% 盐酸溶液 20 mL, 搅拌, 滤过, 滤液加三氯甲烷 30 mL, 振摇提取, 分取三氯甲烷层, 蒸干, 残渣加甲醇 0.5 mL 使溶解, 作为供试品溶液。取白芷对照药材 1 g, 加乙醇 20 mL, 同法制成对照药材溶液。按伤科止痛膏的处方比例称取不含白芷的其他药材, 按膏的制备工艺和上述供试品溶液的制备方法, 制成阴性对照溶液。照薄层色谱法试验, 吸取上述三种溶液各 10 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 三氯甲烷—甲醇(9:1)^[1] 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视。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, 缺白芷阴性对照液在相应位置上无

特征斑点。

2.2 独活 TLC 鉴别 取本品 2 片, 除去盖衬, 剪成小块, 加乙醇 100 mL, 加热回流 1 h, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加氯仿 1 mL 使溶解, 作为供试品溶液。取独活对照药材 1 g 同法制成对照药材溶液。按伤科止痛膏的处方比例称取不含独活的其他药材, 按膏的制备工艺和上述供试品溶液的制备方法, 制成阴性对照溶液。照薄层色谱法试验, 吸取上述三种溶液各 5 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正己烷—苯—乙酸乙酯(2:1:1)^[2] 溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视。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, 缺独活阴性对照液在相应位置上无特征斑点。

2.3 续断 TLC 鉴别 取本品 2 片, 除去盖衬, 剪成小块, 加乙醇 100 mL, 回流 1 h, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 20 mL 使溶解, 用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次, 每次 20 mL, 合并正丁醇液, 蒸干, 残渣加甲醇 1 mL 使溶解, 作为供试品溶液。取川续断皂苷对照品, 加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液作为对照品溶液。按伤科止痛膏的处方比例称取不含续断的其他药材, 按膏的制备工艺和上述供试品溶液的制备方法, 制成阴性对照溶液。照薄层色谱法试验, 吸取上述 3 种溶液各 10 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 正丁醇—醋酸—水(4:1:5)^[2] 上层为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 置 110 $^{\circ}$ C 烘至斑点显色清晰。供试品色谱图中, 在与川续断皂苷对照品溶液色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点, 缺续断阴性对照液在相应位置上无特征斑点。

2.4 当归、川芎鉴别 取本品 4 片, 除去盖衬, 剪成小块, 加乙醇 50 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。取当归、川芎对照药材 0.5 g, 同法制成对照药材溶液。按伤科止痛膏的处方比例称取不含当归、川芎的其他药材, 按膏的制备工艺和上述供试品溶液的制备方法, 制成阴性对照溶液。照薄层色谱法试验, 吸取上述供试品溶液、当归、川芎对照药材溶液与阴性对照溶液各 5 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正己烷—乙酸乙酯(9:1)^[2] 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视。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, 缺当归、川芎阴性对照液在相应位置上无特征斑点。

3 讨论

采用 TLC 法鉴别伤科止痛膏中白芷、独活、续断、川芎、当归的色谱斑点清晰, 附近无杂质斑点干扰, 专属性强, 方法简便, 快速, 重现性好, 结果准确, 可靠。

[参考文献]

- [1] 中华人民共和国卫生部. 卫生部药品标准中药成方制剂[S]. 第十七册, 214: (WS3-B-3299).
- [2] 国家药典委员会, 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2005: 28, 185-186, 231.

[收稿日期] 2009-08-28
[基金项目] 四川省科技厅基金项目资助(07JY029-096)
[通讯作者] * 叶锐彬, Tel: (028) 85093790, E-mail: ruibin-y@hotmail.com