

复方中风康复片的 TLC 鉴别研究

刘元^{*}, 文志云, 宋志钊, 李星宇

(广西壮族自治区中医药研究院, 南宁 530022)

[摘要] 目的: 完善复方中风康复片的质量标准。方法: 采用薄层色谱法分别鉴别复方中风康复片中的麻黄、五味藤、红杜仲、马钱子。结果: 各供试品色谱中, 在与对照品及对照药材色谱相应的位置上显相同颜色的斑点, 色谱清晰, 无杂质斑点干扰。结论: 该方法专属性强, 可更好地控制制剂质量。

[关键词] 薄层色谱法; 复方中风康复片; 麻黄; 五味藤; 红杜仲; 马钱子

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010) 03-0034-02

复方中风康复片是我研究院根据广西地方民族经验方, 经筛选后进行研制的中药制剂, 由麻黄、五味藤、红杜仲、马钱子等中药组成, 具有疏风活血, 化痰通络之功效。用于中风(中经络)恢复期风痰瘀阻证, 症见头晕目眩、口舌歪斜、言语蹇涩、半身不遂、肢体麻木、舌质暗淡、舌苔白腻、脉弦滑。为了控制本品质量, 确保其疗效, 采用薄层色谱法定性鉴别了处方中的麻黄、五味藤、红杜仲、马钱子。

1 仪器与试药

1.1 仪器 YOKO-ZS 紫外分析摄影仪; YOKO-BD 薄层电动点样仪, 武汉药科新技术开发公司。

1.2 试药 麻黄对照药材批号(10514-200202); 盐酸麻黄碱对照品批号(171241-200404); 五味藤对照药材(由广西药品检定所鉴定); 马钱子对照药材(批号 121164-200302); 马钱子对照品(批号 0706-200104); 土的宁对照品(批号 0705-9304); 红杜仲对照药材(批号 1181-200001), 均购自中国药品生物制品检定所。样品: 复方中风康复片, 南宁市冠峰药业有限公司提供(批号 060309、060310、060311)。

2 薄层色谱鉴别

2.1 麻黄的 TLC 鉴别 取本品 10 片, 除去包衣, 研细, 加无水乙醇 40 mL, 超声(功率 80 W, 频率 50 kHz) 30 min, 滤过, 滤液蒸至 1 mL, 通过中性氧化铝柱(1 g, 100~200 目, 湿法装柱, 内径 1.5 cm), 用乙

醇 70 mL 洗脱, 收集洗脱液, 蒸干, 残渣加乙醇 1 mL 使溶解, 作为供试品溶液。取阴性对照样品(缺麻黄) 10 片, 按供试品溶液制备方法制得阴性对照溶液。另取麻黄对照药材 1 g, 同法制成对照药材溶液。另取盐酸麻黄碱, 加乙醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2005 年版一部附录 B) 试验, 吸取供试品溶液、阴性对照溶液、对照药材溶液各 10 μ L, 对照品溶液 5 μ L, 分别点于同一以 2% 氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上, 以氯仿-甲醇-浓氨(40:7:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以茚三酮试液, 在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。日光下检视, 供试品色谱中, 在与对照药材及对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。阴性无干扰。(见图 1)。



1 2 3 4 5 6

图 1 麻黄 TLC 色谱图

1. 复方中风康复片 060309 供试品; 2. 复方中风康复片 060310 供试品; 3. 复方中风康复片 060311 供试品; 4. 麻黄对照药材; 5. 盐酸麻黄碱对照品; 6. 缺麻黄阴性对照



1 2 3 4 5

图 2 五味藤 TLC 色谱图

1. 复方中风康复片 060309 供试品; 2. 复方中风康复片 060310 供试品; 3. 复方中风康复片 060311 供试品; 4. 五味藤对照药材; 5. 缺五味藤阴性对照

[收稿日期] 2009-04-28

[基金项目] 广西科技攻关项目(桂科攻 0537018-13)

[通讯作者] * 刘元, Tel: (0771) 5883405, E-mail: liuyuan0821@vip.163.com

2.2 五味藤的 TLC 鉴别 取本品 10 片, 除去包衣, 研细, 加甲醇 50 mL, 超声(功率 80 W, 频率 50 kHz) 20 min, 放置 12 h, 取上清液 20 mL, 加 3 倍量乙醚放置 1 h, 倾去上清液, 沉淀加 10% 盐酸 50 mL, 沸水浴回流 1 h, 过滤得沉淀, 将沉淀物用甲醇 10 mL 溶解, 甲醇液浓缩至 1 mL, 作为供试品溶液。取阴性对照样品(缺五味藤药材) 10 片, 按供试品溶液制备方法制得阴性对照溶液。另取五味藤对照药材 2 g, 同法制成对照药材溶液。吸取供试品溶液、阴性对照溶液各 10 μ L, 对照药材溶液 5 μ L, 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上, 以氯仿-丙酮-正己烷-乙酸(8 4 0.2 0.5) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 8% 香草醛无水乙醇硫酸溶液(7 10), 在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。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。阴性无干扰见图 2。

2.3 红杜仲的 TLC 鉴别 取本品 10 片, 除去包衣, 研细, 加甲醇 30 mL, 加热回流 30 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣用盐酸溶液(3 100) 20 mL 溶解, 滤过, 滤液用氨试液调 pH 至 12, 用三氯甲烷振摇提取 2 次, 每次 20 mL, 合并三氯甲烷, 蒸干, 残渣加三氯甲烷 1 mL 使溶解, 作为供试品溶液。取阴性对照样品(缺红杜仲药材) 10 片, 按供试品溶液制备方法制得阴性对照溶液。另取红杜仲对照药材 2 g, 同法制成对照药材溶液。吸取上述 3 种溶液各 10 μ L, 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上, 以甲苯-甲醇(9 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。阴性无干扰见图 3。

2.4 马钱子的 TLC 鉴别 取本品 10 片, 除去包衣, 研细, 加浓氨 2 mL 与三氯甲烷 20 mL 摇匀, 放置过夜, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加三氯甲烷 30 mL 溶解并转移至分液漏斗中, 用硫酸溶液(3 100) 振摇提取 2 次, 每次 20 mL, 合并硫酸溶液, 置另一分液漏斗中, 加浓氨成碱性, 用三氯甲烷振摇提取 2 次, 每次 20 mL, 合并三氯甲烷溶液, 蒸干, 残渣加三氯甲烷 0.5 mL 使溶解, 作为供试品溶液。取阴性对照样品(缺马钱子药材) 10 片, 按供试品溶液制备方法制得阴性对照溶液。另取马钱子对照药材 1 g, 同法制成对照药材溶液。另取土的宁对照品、马钱子碱对照品, 加三氯甲烷制成每 1 mL 各含 2 mg 的溶液, 作为



图 3 红杜仲 TLC 色谱图
1. 复方中风康复片 060309 供试品; 2. 复方中风康复片 060310 供试品; 3. 复方中风康复片 060311 供试品; 4. 红杜仲对照药材; 5. 缺红杜仲阴性对照

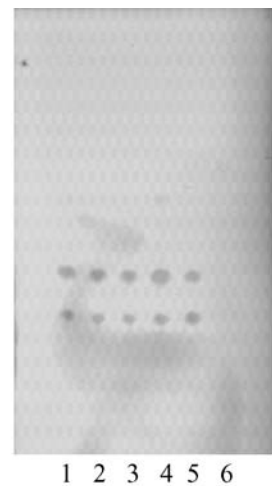


图 4 马钱子 TLC 色谱图
1. 复方中风康复片 060309 供试品; 2. 复方中风康复片 060310 供试品; 3. 复方中风康复片 060311 供试品; 4. 马钱子对照药材; 5. 马钱子碱对照品; 6. 缺马钱子阴性对照

对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2005 年版一部附录 B) 试验, 吸取上述 5 种溶液各 2 μ L, 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上, 以甲苯-丙酮-乙醇-浓氨(4 5 0.6 0.4) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以稀碘化铋钾溶液, 在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。日光下检视, 供试品色谱中, 在与对照药材及对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。阴性无干扰见图 4。

3 讨论

为了更好的控制复方中风康复片药品的质量标准, 本文制定了麻黄、五味藤、红杜仲、马钱子 4 项薄层色谱鉴别, 从而更好地控制该药品的质量, 保证临床疗效。

在鉴别五味藤时, 针对五味藤含有甲基阿魏酸类成分^[1]、三萜皂甙类成分^[2], 结果发现根据三萜皂甙元的提取方法, 供试与药材相应位置上出现相同颜色的荧光斑点, 阴性无干扰, 结果满意。

在鉴别红杜仲时, 按《广西地方药材标准》红杜仲药材的薄层鉴别方法对其鉴别, 供试在与对照药材色谱相应的位置上, 不出现斑点。后根据红杜仲含有生物碱类成分, 参考青风藤药酒鉴别红杜仲的薄层方法, 结果供试在与对照药材相应的位置上出现相同颜色的荧光斑点, 阴性无干扰, 结果满意。

[参考文献]

- [1] 陆敏仪, 石山. 五味藤化学成分研究[J]. 中药材, 2002, 25(4): 258.
- [2] 李丽, 李勇文, 徐庆. 五味藤属药用植物的研究概况[J]. 华夏医学, 2006, 19(4): 825.