

对《中国药典》小儿解表颗粒 薄层鉴别项的几点商榷

张玉东^{*}, 徐士云, 徐士龙

(吉林迈丰生物药业有限公司, 吉林 长春 130124)

小儿解表颗粒由金银花、连翘、牛蒡子、黄芩、葛根等 10 味中药组成, 临床用于风热感冒。中国药典(2005 年版) 采用薄层色谱法鉴别了金银花、牛蒡子、黄芩和葛根。笔者在检验操作中发现, 黄芩、牛蒡子两项鉴别较好, 但金银花、葛根

鉴别项操作步骤过于简单, 供试品杂质较多, 目标斑点不清晰, 结果难以判断。因此我们对药典中的薄层鉴别方法作了探索与改进, 获得满意的结果。

1 实验材料与试药

对照品: 绿原酸(批号: 110753-200212)、葛根素(批号: 752-200108)、连翘苷(批号: 0821-200104), 均由中国药品生物制品检定所提供。硅胶 G: 由青岛海洋化工厂生产。聚酰胺薄膜(规格: 8 cm × 8 cm): 由台州市路桥四甲生化塑料厂生产。小儿解表颗粒(自制)。所用试剂均为分析纯。

2 实验部分

2.1 金银花的鉴别

2.1.1 供试品溶液的制备 取本品 15 g, 研细, 加甲醇 50 mL, 超声处理 30 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 20 mL 使溶解, 用 1 mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值 12~13^[1], 用乙酸乙酯提取 2 次, 每次 30 mL, 弃去乙酸乙酯液, 水液用稀盐酸调节 pH 值 2~3, 用甲酸乙酯提取 2 次, 每次 20 mL, 弃去甲酸乙酯液, 再用乙酸乙酯提取 3 次, 每次 20 mL, 合并提取液, 蒸

[收稿日期] 2006-08-15

[通讯作者] * 张玉东, Tel: (0431) 86177742

干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。

2.1.2 阴性对照溶液的制备 按处方比例制成缺金银花的阴性对照品,按 2.1.1 项制成阴性对照溶液。

2.1.3 对照品溶液的制备 取绿原酸对照品加甲醇制成每 1 mL 含 0.2 mg 的对照品溶液。

2.1.4 薄层层析 吸取供试品溶液、阴性对照溶液各 5 μ L,对照品溶液 5 μ L,分别点于同一聚酰胺薄膜^[2]上,用醋酸-水(1:1)展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,阴性对照液无干扰。

2.2 葛根的鉴别

2.2.1 供试品溶液的制备 取本品 10 g,研细,加水饱和的正丁醇 30 mL,超声处理 30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇适量使溶解,加入聚酰胺粉(30~60 目)0.5 g,拌匀,挥尽甲醇,上一已处理好的聚酰胺柱(30~60 目,内径 1.5 cm,高 3 cm,1.5 g),用水 50 mL 洗脱,弃去水液,再用 20% 乙醇 50 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。

2.2.2 阴性对照溶液的制备 按处方比例制成缺葛根的阴性对照品,按 2.2.1 项制成阴性对照溶液。

2.2.3 对照品溶液的制备 取葛根素对照品加甲醇制成每 1 mL 含 0.5 mg 的对照品溶液。

2.2.4 薄层层析 吸取供试品溶液、阴性对照溶液各 10 μ L,对照品溶液 10 μ L 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,用三氯甲醇-水(28:10:1)展开,取出,晾干,喷以 0.5% 氢氧化钠溶液,置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。阴性对照溶液无此斑点。

2.3 连翘的鉴别

2.3.1 供试品溶液的制备 取本品 20 g,研细,加甲醇 70 mL,超声处理 20 min,滤过,滤液蒸干,残渣加水 20 mL 使溶解,用乙醚提取 3 次,每次 20 mL,弃去乙醚液,水液用乙酸乙酯提取 3 次,每次 20 mL,合并乙酸乙酯液^[3],用浓氨试液:水(3:100)的氨溶液提取 2 次,每次 20 mL,弃去氨溶液层,乙酸乙酯层蒸干,残渣加甲醇 0.5 mL 使溶解,作为供试品溶液。

2.3.2 阴性对照溶液的制备 按处方比例制成缺连翘的阴性对照品,按 2.3.1 项制成阴性对照溶液。

2.3.3 对照品溶液的制备 取连翘苷对照品加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的对照品溶液。

2.3.4 薄层层析 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,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,用甲苯-丙酮-乙酸乙酯-甲酸-水(20:25:30:3:3)展开,取出,晾干,喷以香草醛硫酸试液,在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。阴性对照溶液无此斑点。

3 讨论

小儿解表颗粒由 10 味中药组成,化学成分复杂。绿原

酸属有机酸类化合物,针对羧基的性质,我们在碱性条件下,用乙酸乙酯除杂,酸化后,用乙醚及甲酸乙酯脱脂,再用乙酸乙酯提取绿原酸,这样,呈酸性的绿原酸得以纯化,使色谱图显得尤为清晰。

在葛根鉴别项中,原标准采用乙酸乙酯直接超声提取样品,我们操作中发现,由于乙酸乙酯极性较小,所提取的葛根素量极少,给鉴别带来一定的难度。而改用水饱和正丁醇提取,结合聚酰胺柱分离,虽然操作费时,但色谱图清晰,斑点间分离好,结果便于判断。

在连翘鉴别项中,笔者起初采用中性氧化铝柱纯化样品,但操作繁琐,且连翘苷于柱上损失严重。后改用氨溶液除杂,不仅可以去除酸性物质的干扰,溶液在蒸干过程中,氨也随之蒸发,这一点是其他碱所不能比拟的。

文中所建立的方法专属性强、重现性好,且阴性无干扰,个别方法操作简便,可用于控制该制剂的质量控制。

[参考文献]

- [1] 吕武清. 中成药中的药材薄层色谱鉴别[M]. 北京: 人民出版社, 1997. 366.
- [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. 407.
- [3] 张军平, 黄小兰. 抗病毒口服液的质量标准研究[J]. 中成药, 2004, 26(9): 附 12.

消癖汤治疗乳腺增生病 60 例疗效观察

曾海菊, 张淑一*

(甘肃省白银市第二人民医院, 甘肃 白银 730900)

乳腺增生病是一种常见病、多发病,多见于 20~50 岁育龄期妇女,尤以中青年多见。笔者自 1998 年~2005 年以来应用自拟中药消癖汤内服、外敷治疗乳腺增生病 60 例,疗效满意。

1 临床资料

1.1 一般资料 观察病例 120 例,均为 1998~2005 年门诊就诊患者,按就诊顺序随机分为 2 组。治疗组 60 例,年龄 20~50 岁,平均 36 岁,病程 3 月~10 年;其中单侧发病 28 例,双侧发病 32 例;已婚 55 例,未婚者 5 例。经前 1 周左右疼痛加重者 56 例,情绪急躁、易生气与乳房疼痛有关者 60 例。对照组 60 例,年龄 21~48 岁,平均 34.5 岁;病程 2 月~8 年;单侧发病 30 例,双侧发病 30 例;已婚者 54 例,未婚者 6 例;经

[收稿日期] 2006-11-07

[通讯作者] * 张淑一, Tel: 13034165608