

参芪苓口服液的薄层色谱鉴别*

张玉杰^{1,2}, 李明春², 梁延春³, 张 华¹, 程艳芹^{2△}

(1. 山东中医药大学药学院, 山东 济南 250355; 2. 中国人民解放军第 401 医院药剂科, 山东 青岛 266071;

3. 中国人民解放军第 150 中心医院药剂科, 河南 洛阳 471000)

摘要: **目的** 建立参芪苓口服液的定性质量标准。 **方法** 采用薄层色谱法对参芪苓口服液中的主要药味党参、三七、黄芪、丹参、白术 5 味药材进行薄层鉴别。 **结果** 薄层色谱斑点清晰, 在与对照品或对照药材相应的位置上显相同颜色的斑点, 阴性对照无干扰。 **结论** 本方法简便可靠, 重复性好, 可作为参芪苓口服液的薄层鉴别。

关键词: 参芪苓口服液; 薄层色谱法; 质量标准

中图分类号: R284

文献标志码: A

文章编号: 1000-2723(2015)03-0021-04

参芪苓口服液为解放军第 150 医院非标准制剂, 由党参、三七、黄芪、茯苓、薏苡仁、白术等 15 味中药组成, 具有补中益气, 健脾益肺, 散瘀止血, 消肿定痛, 增强机体免疫功能的功效^[1]。主要用于治疗食道癌、肺癌、肝癌、直肠癌等放疗、化疗后的巩固治疗。原标准只有黄芪、三七的薄层鉴别。为更好地保证该制剂的质量与临床效果, 本研究重新修订黄芪、三七的薄层鉴别方法, 同时增加党参、丹参、白术的薄层鉴别, 以达到使该制剂具有明确、专属性强的质量研究的目的。

1 仪器与试剂

XC-110A 型超声波清洗器(济宁鑫欣超声电子设备有限公司); PWC184 电子天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司); 恒温水浴锅(余姚市亚星仪器仪表有限公司); 紫外分析仪(郑州豫华仪器制造有限公司)。硅胶 G 薄层板(青岛海洋化工厂分厂, 批号: 20141023)。

党参对照药材(批号: 121057-201216)、三七对照药材(批号: 120941-201008)、黄芪对照药材(批号: 121462-201304)、丹参对照药材(批号: 120923-201414)、白术对照药材(批号: 120925-201310), 人参皂苷 Rg1 对照品(批号: 110704-201424)、三七皂苷 R1 对照品(批号: 110745-201318)、黄芪甲苷对照

品(批号: 110781-201314)均购于中国食品药品检定研究院; 参芪苓口服液样品 3 批(批号 140225、140508、140731, 解放军第 150 医院); 阴性对照样品均为自制; 水为自制蒸馏水; 试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 党参的薄层鉴别^[2-4]

取本品 30mL, 蒸干, 残渣加乙酸乙酯-丙酮(8:1)超声处理 2 次, 每次 20mL, 时间各为 30min, 合并过滤, 滤液水浴蒸干, 残渣用乙酸乙酯浸泡 2 次, 每次 2 mL, 弃去乙酸乙酯液, 残渣用 0.5mL 甲醇溶解, 作为供试品溶液。再取党参对照药材 2g, 加水 30mL, 加热回流 1h, 过滤, 滤液蒸干, 残渣加乙酸乙酯-丙酮(8:1)超声处理 2 次, 每次 20mL, 时间各为 30min, 合并过滤, 滤液水浴蒸干, 残渣用乙酸乙酯浸泡 2 次, 每次 2 mL, 弃去乙酸乙酯液, 残渣用 0.5mL 甲醇溶解, 得对照药材溶液。另取缺党参的口服液样品 30mL, 蒸干, 残渣加乙酸乙酯-丙酮(8:1)超声处理 2 次, 每次 20mL, 时间各为 30min, 合并过滤, 滤液水浴蒸干, 残渣用乙酸乙酯浸泡 2 次, 每次 2 mL, 弃去乙酸乙酯液, 残渣用 0.5mL 甲醇溶解, 得阴性对照溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2010 年版一部附录 VI B)试验, 吸取上述 3 种溶液各 10μL, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正丁醇-

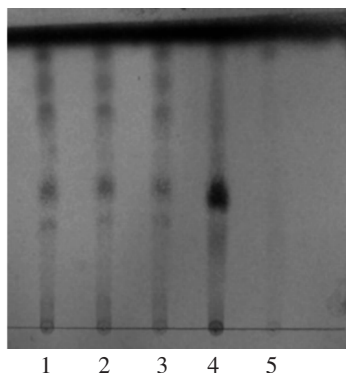
* 基金项目: 军队医疗机构制剂标准提高科研专项课题(14ZJZ02)

收稿日期: 2015-04-09

作者简介: 张玉杰(1990-), 女, 山东德州人, 在读硕士研究生, 研究方向为中药新药研究。

△通信作者: 程艳芹, E-mail: chyq2003@163.com

冰醋酸-水(7:2:1)为展开剂,在展开槽中预饱和 30min,展开,取出,晾干,喷以 10%磷钼酸乙醇溶液,置 105℃烘箱烘至斑点清晰。供试品与对照药材相应的位置上,显相同的绿色斑点,阴性对照无干扰。结果见图 1。



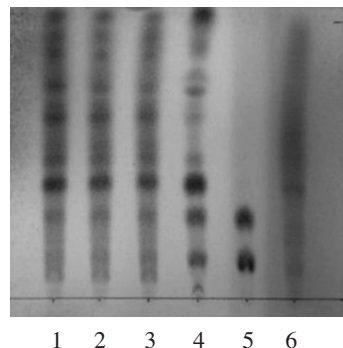
1-3:样品(20140225,20140528,20140731);4:党参对照药材;5:阴性对照

图 1 党参的薄层鉴别图

2.2 三七的薄层鉴别

取本品 30mL,移到分液漏斗中,用水饱和正丁醇提取 2 次,每次 30mL,合并正丁醇液,用氨水洗涤 2 次,每次 30mL,弃去氨水,再用 30 mL 正丁醇饱和水水洗一次,弃去水液,水浴蒸干,残渣用甲醇 1mL 溶解,作为供试品溶液^[5]。另取三七对照药材 0.5g,加水饱和正丁醇 60mL,加热回流 1h,过滤,滤液按供试品溶液的制备方法从“用氨水洗涤两次”开始制备,得对照药材溶液^[6]。再取人参皂苷 Rb1、三七皂苷 R1 适量,加甲醇分别制成 1mL 含 1mg 的对照品溶液,作为对照品溶液。取缺三七的阴性样品 30mL,移到分液漏斗中,用水饱和正丁醇提取 2 次,每次 30mL,合并正丁醇液,用氨水洗涤 2 次,每次 30mL,弃去氨水,再用 30 mL 正丁醇饱和水水洗一次,弃去水液,水浴蒸干,残渣用甲醇 1mL 溶解,得阴性对照溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2010 年版一部附录 VI B)试验,吸取供试品溶液、对照药材溶液、阴性对照溶液各 8 μ L、2 种对照品溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以二氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)下层液为展开剂^[7],在展开槽中预饱和 30min,展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,105℃加热至斑点清晰。供试品

与对照药材和对照品相应的位置上,显相同的红色斑点,阴性对照无干扰。结果见图 2。

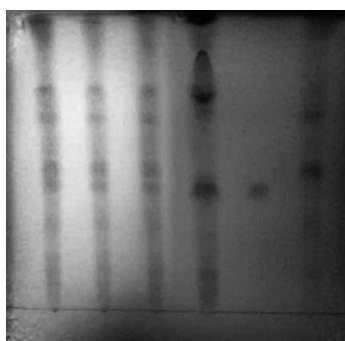


1-3:样品(20140225,20140528,20140731);4:三七对照药材;5:对照品(从上到下依次为三七皂苷 R1、人参皂苷 Rb1);6:阴性对照

图 2 三七的薄层鉴别图

2.3 黄芪的薄层鉴别

取本品 30mL,移到分液漏斗中,用水饱和正丁醇提取 3 次,每次 20mL,合并正丁醇液,用 1% NaOH 溶液洗涤 3 次,每 20mL,弃去 NaOH 液,正丁醇液用正丁醇饱和水水洗至中性,弃去水液,残渣用 1mL 甲醇溶解,作为供试品溶液^[8-11]。另取黄芪对照药材 0.5g,加水饱和正丁醇 60mL,加热回流 60min,过滤,滤液按照供试品溶液的制备方法从“用 1%NaOH 溶液洗涤 3 次”开始制备,得对照药材溶液。再取黄芪甲苷对照品适量,加甲醇制成 1mL 含 1mg 的对照品溶液,作为对照品溶液。取缺黄芪的阴性样品 30mL,移到分液漏斗中,用水饱和正丁醇提取 3 次,每次 20mL,合并正丁醇液,用 1% NaOH 溶液洗涤 3 次,每 20mL,弃去 NaOH 液,正丁醇液用正丁醇饱和水水洗至中性,弃去水液,残渣用 1mL 甲醇溶解,制得阴性对照溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2010 年版一部附录 VI B)试验,吸取供试品溶液、对照药材溶液、阴性对照溶液各 8 μ L、对照品溶液 4 μ L,分别点于同一硅胶 G 上,以二氯甲烷-甲醇-水(25:12:3.5)下层液为展开剂^[12],在展开槽中预饱和 30min,展开,取出,晾干,再放到原来展开剂中 2 次展开,最后取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,烘箱 105℃加热至斑点清晰。供试品与对照药材和对照品相应的位置上,显相同的紫色斑点,阴性对照无干扰。结果见图 3。

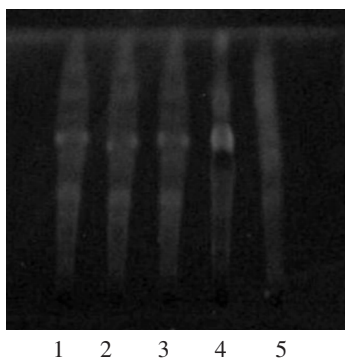


1-3:样品(20140225,20140528,20140731);4:黄芪对照药材;5:黄芪甲苷对照品;6:阴性对照

图3 黄芪的薄层鉴别

2.4 丹参的薄层鉴别^[13]

取本品 30mL,移到分液漏斗中,用氨试液调节 pH 至 12,用乙酸乙酯振摇提取 2 次,每次 20mL,水液用稀盐酸调节 pH 至 2,用乙酸乙酯萃取 2 次,每次 20mL,合并乙酸乙酯液,蒸干,残渣加 1mL 甲醇使溶解,作为供试品溶液。另取丹参对照药材 1g,加水 30mL,加热回流 1h,过滤,然后按供试品溶液处理方法,作为对照药材溶液。取缺丹参的阴性溶液 30mL,按供试品溶液处理方法,得阴性对照溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2010 年版一部附录 VI B)试验,吸取上述溶液各 2 μ L 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以二氯甲烷-丙酮-甲酸(12.5:5:2)展开剂^[14],展开,取出,晾干,置氨蒸汽中熏 10min,置紫外灯(365nm)下检视。供试品与对照药材相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点,阴性对照无干扰。结果见图 4。

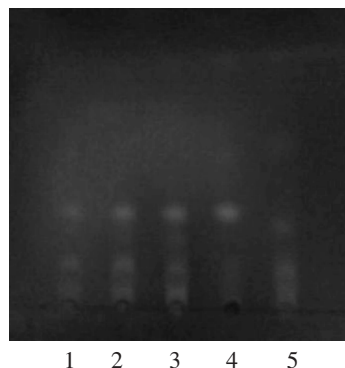


1-3:样品(20140225,20140528,20140731);4:丹参对照药材;5:阴性对照

图4 丹参的薄层鉴别

2.5 白术的薄层鉴别

取本品 30mL,用石油醚(60~90℃)萃取 3 次,每次 20mL,合并石油醚液,水浴蒸干,加甲醇 1mL 溶解,得供试品溶液^[15]。另取白术对照药材 1g,加水 50mL,加热回流 1h,放冷,过滤,滤液用石油醚(60~90℃)萃取 3 次,每次 20mL,合并石油醚液,水浴蒸干,加甲醇 1mL 溶解,得到对照药材溶液。取缺白术的阴性样品 30mL,用石油醚(60~90℃)萃取 3 次,每次 20mL,合并石油醚液,水浴蒸干,加甲醇 1mL 溶解,得阴性对照溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2010 年版一部附录 VI B)试验,吸取上述 5 种溶液各 10 μ L 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(7:3)为展开剂,展开,取出,晾干。喷以 5%对-二甲氨基苯甲醛的 10%硫酸乙醇溶液,置烘箱 105℃烘箱烘 5min,置紫外灯(365nm)下检视^[16]。供试品在与对照药材相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点,阴性对照无干扰。结果见图 5。



1-3:样品(20140225,20140528,20140731);4:白术对照药材;5:阴性对照

图5 白术的薄层鉴别

3 讨论

本实验多数采用溶剂萃取的方法来处理样品,与原标准中蒸干后再处理样品相比,操作简单又节约时间;同时用其他试剂分别替换了三氯甲烷、乙醚等管制试剂。

本次质量标准修订中,增加了君药党参的薄层鉴别,采用直接用混合溶剂超声的方法来处理样品,省略了过大孔树脂步骤,使操作简单,重复性强。在对三七薄层鉴别修订中,增加人参皂苷 Rb1、三七皂苷 R1 对照品,使对三七的鉴别更具专属性;本展开剂系统对温度要求较高,在 10℃以下时能达

到较好萃取效果。在对黄芪的薄层鉴别修订中,供试品溶液中黄芪甲苷与一干扰点较难分离,采用 2 次展开的方法后实现了很好的分离。在对丹参的薄层鉴别修订中,曾尝试对丹参酮 II A 进行薄层鉴别,后经实验发现水提液中丹参酮 II A 含量甚微,故舍弃。

参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 264.
- [2] 李海池, 李青, 张超, 等. 复方党参胶囊的质量研究[J]. 天津中医药大学学报, 2013, 32(4): 225-228.
- [3] 付丽芳, 付丽萍. 健脾口服液中药党参白术的薄层鉴别[J]. 时珍国医国药, 2000, 11(3): 231.
- [4] 李伟伟. 三参三黄口服液的质量标准研究 [J]. 安徽医药, 2011, 15(10): 1195-1196.
- [5] 李瑞丽, 王喜民, 张玉东, 等. 薄层色谱法鉴别胃康灵胶囊中白芍、三七和延胡索[J]. 亚太传统医药, 2013, 9(3): 19-20.
- [6] 周新惠, 赵荣华, 张荣平, 等. 三七不同加热炮制品中 5 种皂苷类成分的含量测定 [J]. 云南中医学院学报, 2013, 36(6): 11-18.
- [7] 郭强. 活血通脉片质量标准研究 [J]. 中医临床研究, 2014, 6(16): 8-16.
- [8] 段立军, 孙博航. 黄芪甲苷的研究进展[J]. 沈阳药科大学学报, 2011, 28(5): 410-415.
- [9] 罗新舟, 周颖. 活血通脉丸中黄芪、丹参的薄层鉴别[J]. 湖北中医杂志, 2007, 29(2): 54.
- [10] 张秋翠. 脑络通胶囊中黄芪薄层色谱鉴别方法的改进 [J]. 中国中医药现代远程教育, 2012, 10(3): 138-139.
- [11] 程首先. 烧伤合剂中金银花和黄芪薄层色谱鉴别研究 [J]. 中国现代药物应用, 2012, 6(11): 124-125.
- [12] 翟少钦, 曹国文, 李成君. 复方黄芪金银花颗粒的质量标准研究[J]. 中国兽药杂志, 2012, 11(8): 209-213.
- [13] 蒲清荣, 黄锐, 赵剑, 等. 丹参饮口服液质量控制标准鉴定研究[J]. 云南中医中药杂志, 2013, 34(1): 61-64.
- [14] 蒲清荣, 黄锐, 赵剑, 等. 丹参饮中檀香和砂仁挥发油成分的提取及鉴别研究 [J]. 云南中医中药杂志, 2014, 35(11): 57-59.
- [15] 王建航, 李佳, 崔德凤, 等. 参芪口服液的定性鉴别[J]. 北京农学院学报, 2014, 29(2): 33-35.
- [16] 寿旦, 俞忠明, 章建民. 改良的白术药材薄层色谱鉴别研究[J]. 中华中医药学刊, 2011, 29(3): 535-536.

(编辑: 岳胜难)

The TLC Research of Shenqiling Oral Solution

ZHANG Yujie^{1,2}, LI Mingchun², LIANG Yanchun³, ZHANG Hua¹, CHENG Yanqin^{2Δ}

(1. Shandong University of TCM, Jinan 250355, China;

2. Department of Pharmacy, No. 401 Hospital of People's Liberation Army, Qingdao 266071, China;

3. Department of Pharmacy, No.150 center Hospital of people's Liberation Army, Luoyang 471000, China;)

ABSTRACT: **Objective** To establish the standards for quality control of Shenqiling oral solution. **Methods** The chief components of the prescription, Codonopsis pilosula, Pseudo-ginseng, MilkvetchRoot, Salvia miltiorrhiza, Rhizoma Atractylodis, were identified by TLC qualitatively. **Results** In TLC method, the R_f value and colour of spots in the test samples were consistent with those in the reference samples. The negative control showed without interference in this method. **Conclusion** The method is simple, accurate, with high reproducibility, which can be used for the TLC research of Shenqiling Oral solution.

KEY WORDS: Shenqiling oral solution; TLC; quality standard