

升降胶囊中有效成份的定性分析

蒋琳兰 王 昊 兰 峻(广州 510010 广州军区广州总医院药剂科)

升降胶囊是依据古方开发的中药复方制剂,用于功能性消化不良、胃食管返流病、胃轻瘫、胃下垂等胃肠运动障碍性疾病。本实验通过理化鉴别、显微鉴定、薄层扫描等方法,对方中白术、枳壳、大黄、沉香及代赫石等有效成份进行分析。

1 实验和方法

1.1 仪器和试剂

显微镜:Olympus-CHK 型(台湾产);三用紫外分析仪:ZF-I(上海顾村光电仪器厂);硅胶 G 薄层板(980706),硅胶 H 薄层板(青岛海洋化工厂分厂批 870511);辛弗林对照品,中国药品生物制品检定所提供;白术、枳壳、大黄、沉香:广州市药材公司提供(符合《中国药典》1995 年版(一部)规定);升降胶囊;本院自制,批号 000315。

1.2 定性试验

1.2.1 显微鉴别

取本品内容物适量,用水合氯醛装片,置显微镜下观察:大型草酸钙簇晶多见,部分破碎,直径 20~130 μm ,棱角多短钝,导管偶见,多为网纹,非木化(大黄);纤维管胞壁略厚,大多成束,无色或淡黄色,有具缘纹孔,纹孔口呈现十字状或人字状,具缘纹孔导管直径约为 120 μm ,纹孔口排列紧密,短缝状或斜裂缝状(沉香)。另取无上述两种药材的内容物,同法装片,置显微镜下观察,没有发现上述显微特征。

1.2.2 TCL 鉴别

1.2.2.1 白术的鉴别 供试品溶液的制备:取本品内容物 6g,加石油醚(30~60 $^{\circ}\text{C}$)60ml,置水浴中回流提取 20min,放冷,滤过,滤液浓缩至约 1ml,作为供试品溶液。

对照药材溶液的制备:取白术对照药材 3g,加水 60ml,回流提取 30min,放冷,滤过。滤液用石油醚(30~60 $^{\circ}\text{C}$)提取 2 次,每次 5ml,合并石油醚,浓缩至约 1ml,作为对照品溶液。

阴性对照液的制备:按处方量取不含白术的处方药,以胶囊制备方法制取,再按供试品溶液制备方法制成阴性对照

液。

薄层层析:取上述溶液各 10 μl ,分别点于同一硅胶 G 板上,以石油醚(30~60 $^{\circ}\text{C}$)-乙酸乙酯(15:1)为展开剂,展开,取出晾干,喷以 5%香草醛硫酸溶液,在 105 $^{\circ}\text{C}$ 5~10min 后,检视,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,有相同的紫红色斑点(苍术酮),而阴性对照液色谱的相应位置则没有相同斑点,图略。

1.2.2.2 枳壳的鉴别 供试品溶液的制备:称取样品 3g,加甲醇 10ml,回流提取 1h,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 4ml 溶解,放置 30min 后滤过,滤液作为供试品溶液。

阳性对照溶液的制备:取辛弗林对照品,加甲醇制成每 1ml 含 3mg 的溶液,作为阳性对照溶液。

阴性对照溶液的制备:取不含枳壳药材的处方,按供试品溶液的制备方法制成阴性对照液。

薄层层析鉴别:取上述 3 种溶液各 5 μl ,分别点于同一硅胶 H 薄层板上,以氯仿-丙酮-甲醇-浓氨试液(10:7:3:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 0.5%的茛三酮乙醇溶液,105 $^{\circ}\text{C}$ 下烘约 10min,检视,供试品在与阳性对照品相应的位置上,显相同颜色的斑点,阴性对照品则无。图略。

1.2.3 代赫石的理化鉴别

取本品内容物 2g,放入试管中,加入浓盐酸 3ml,振摇,放置 10min 后,取上清液 1ml,加亚铁氰化钾试液 1 滴,溶液即生成绿蓝色沉淀。

2 结果与讨论

2.1 本方中部分大黄和沉香以粉末装胶囊,故采用显微鉴别,方法简单易行,且不受处方中其它成份的干扰。

2.2 薄层层析法用于中药复方成份的鉴别是实现中药材现代化的有效方法之一,经多次实验,重现性良好,为本品的质量控制提供可靠的实验依据。

2.3 本方的定量分析有待于进一步研究进行。

收稿日期:2000-03-22