

## 芎菊上清片中几种主要有效成分的层析鉴别

史清文 范桂敏 郝存淑 王丽云\*

(河北医学院植化室, 石家庄 050017)

蔡明来

(石家庄市乐仁堂药厂, 石家庄 050021)

芎菊上清片具有清热解表、散风止痛作用, 临床上用于外感风邪引起的恶风身热、偏正头痛、鼻流清涕、牙痛喉痛等症<sup>[1]</sup>。处方由黄芩、黄连、川芎、甘草、连翘、菊花等十五味中药组成。该产品虽已生产多年, 但迄今仍缺乏内在质量控制方法。为了完善标准、保证质量, 我们对处方中几种主要药材的有效成分进行了层析鉴别, 其中包括黄芩、黄连、甘草、川芎、连翘等。

### 1 材料

**1.1 样品** 芎菊上清片由石家庄市乐仁堂制药厂提供。

**1.2 对照品** 黄芩甙标准品由卫生部药品生物制品鉴定所提供; 盐酸小檗碱为进口; 齐墩果酸标准品由广东康泰制药厂王智民先生惠赠。

**1.3 对照药材** 川芎、甘草由本系生药教研室标本室提供, 生药教研室张淑华副教授鉴定学名分别为 *Ligusticum chuanxiong* Hort. 和 *Glycyrrhiza uralensis* Fisch.

**1.4 试剂** 均为分析纯。

**1.5 层析板** 硅胶G(青岛海洋化工厂产品)-0.5%CMC-Na, 常法制板, 室温自然干燥。

**1.6 聚酰胺薄膜** 上海试剂四厂生产。

**1.7 显色剂** 按文献<sup>[2]</sup>方法制备。

### 2 方法与结果

**2.1 供试液的制备** 取芎菊上清片20g, 剥去糖衣研碎, 装入索氏提取器中, 先用氯仿回流提取1h, 氯仿挥发至5ml作为样品I; 样品继续用甲醇回流提取1h, 甲醇液挥干, 残渣用50%乙醇溶解, 作为样品II。

**2.2 对照品溶液的配制:** 黄芩甙用50%乙醇溶解, 浓度约为0.05mg/ml; 齐墩果酸用氯仿溶解, 浓度约为0.1mg/ml; 盐酸小檗碱用乙醇溶解, 浓度约为0.5mg/ml。

**2.3 单味药材对照液的制备** 1)甘草提取液的配制: 取甘草药材2g, 粉碎后用适量50%乙醇加热回流1h, 冷却过滤, 浓缩后备用。2)川芎提取液的制备: 取川芎药材2g, 粉碎后用石油醚回流1h, 冷却过滤浓缩备用。

**2.4 层析方法与结果** 用定量毛细管点样, 均按常规方法上行展开, 层析结果如图1~5。

**2.4.1 芎菊上清片中黄芩甙的鉴别(见图1)**

1. 样品II; S. 黄芩甙标准品; 吸附剂, 聚酰胺-6薄膜; 展开剂, 50%乙醇; 紫外灯(365nm)下观察, 呈浅黄色荧光

**2.4.2 芎菊上清片中黄连的鉴别(见图2)**

1. 样品I; S. 盐酸小檗碱对照液; 吸附剂, 硅胶G; 展开剂<sup>[3,4]</sup> n-ButoH:HoAc:H<sub>2</sub>O(7:1:2); 紫外灯(365nm)灯下观察, 呈强黄绿色荧光

\*本系八七级学生

### 2.4.3 芎菊上清片中连翘的鉴别(见图3)

1. 样品I; S. 齐墩果酸对照液; 吸附剂: 硅胶G; 展开剂: 氯仿, 甲醇(1:1); 显色剂: 10% 硫酸, 90℃ 烤10min, 呈紫红色

### 2.4.4 芎菊上清片中川芎的鉴别(见图4)

1. 样品I; S. 川芎对照液; 吸附剂: 硅胶G展开

剂<sup>[5]</sup>; 石油醚; 乙酸乙酯(1.9:1)紫外灯(365 nm)下呈蓝色荧光

### 2.4.5 芎菊上清片中甘草的鉴别(见图5)

1. 样品II; S. 甘草提取液; 吸附剂: 硅胶H-1% CMC; 展开剂<sup>[6]</sup>: 正丁醇: 醋酸: 水(4:1:2)检出; 5% 磷酸钼乙醇溶液, 110℃ 烘10min后呈蓝灰色

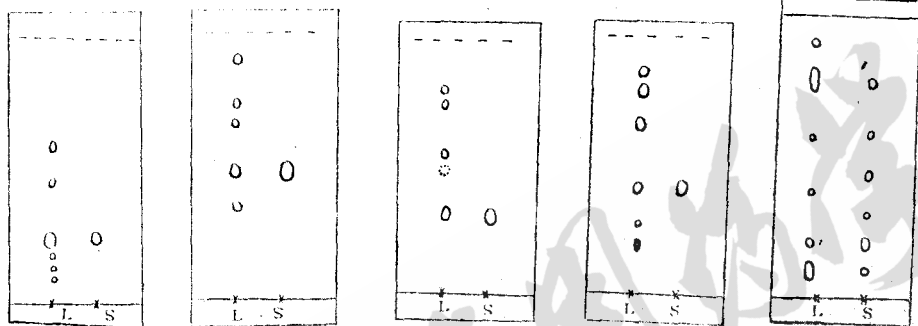


图 1

图 2

图 3

图 4

图 5

## 3 讨论

3.1 薄层层析具有设备简单、操作方便、快速的特点, 能在复杂的成分中检出某单一成分, 特别适用于中药制剂中某一种中药或某一种成分的确证, 笔者认为薄层层析不失为一种简便有效的检出方法。

3.2 中药制剂成分复杂, 特别是目前大多采用水提法, 杂质很多, 因此, 样品前处理特别重要, 尽量把干扰降到最低限度, 增加有效成分检出的灵敏度。

3.3 薄层层析成败的关键是展开剂的选择, 为了克服假阳性, 至少应用两种以上不相干的展剂系统, 或改变显色剂或其它检出方法。本文黄芩甙的展剂还用了36%的醋酸<sup>[7]</sup>; 小檗碱的展剂还应用了氯仿: 甲醇: 氨水(15:4:1)<sup>[8]</sup>; 齐墩果酸的展剂还用了氯仿: 乙醚(1:1)<sup>[9]</sup>; 川芎的展剂还用了氯仿<sup>[10]</sup>; 甘草的检出还应用了正丁醇: 醋酸: 水(6:1:3)<sup>[11]</sup>上层作展开剂, 增加了结果的可靠性。

## 参 考 文 献

- 1 河北省卫生厅编. 河北省药品标准. 1985. 71.
- 2 洪筱坤等译. 层析理论及应用. 上海: 上海科学技术出版社, 1981. 227.
- 3 洪筱坤, 王智华. 中成药色谱分析中定性问题的探讨. 中成药, 1988, 10(12): 40
- 4 周素娣, 叶玉兰, 金蓉鸾. 薄层扫描法在中成药质量研究中的应用. 中药通报, 1985, (1): 36
- 5 李奎鸾, 何尊洪, 龚文贤等. 复方制剂中黄芪和川芎的薄层层析同时鉴别. 中成药, 1991, 13(4): 17
- 6 杨锡, 张伯崇, 常克俭等. 法半夏中甘草酸的检测研究. 中成药, 1991, 13(8): 17
- 7 罗集鹏, 莫伟. 鼻炎康片中黄芩甙的聚酰胺薄膜色谱—紫外分光光度法含量测定. 中药材, 1990, 13(10): 31
- 8 彭华, 周自新. 黄连及其制剂中小檗碱的含量测定. 中成药研究, 1984, (12): 13
- 9 李洪兵, 马占春, 韩其昌. 薄层比色法测定榭寄生、连翘中齐墩果酸的含量. 中成药, 1989, 11(6): 33
- 10 顾维新, 邓丽嘉. 川芎的化学鉴别法. 中药通报, 1982, (4): 12
- 11 韩家荣, 毕森林, 刘旭中等. 复方甘草片质量控制探讨. 中成药研究, 1987, (2): 10

收稿日期: 1992-02-17