

健脑益智胶囊薄层鉴别研究*

覃鸿恩¹ 何萌萌¹ 吕杨¹ 杜星¹ 赵晓平² 郭东艳^{1**}

(1. 陕西中医学院药学院, 陕西 咸阳 712046; 2. 陕西中医学院附属医院, 陕西 咸阳 712000)

摘要: 目的 建立健脑益智胶囊的薄层鉴别方法。方法 采用薄层色谱法, 对健脑益智胶囊中的水蛭、白茅根、石菖蒲、郁金、葛根进行定性鉴别。结果 薄层色谱斑点清晰, 样品与对照品或对照药材在相应的位置有相同颜色的斑点, 阴性无干扰。结论 所建立的方法简单、重现性好, 可用于健脑益智胶囊的质量控制。

关键词: 健脑益智胶囊; 薄层; 质量控制

中图分类号: R 284.1 文献标识码: A 文章编号: 1002-168X(2013)06-00114-03

健脑益智胶囊为陕西中医学院附属医院院内制剂, 主要由水蛭、白茅根、石菖蒲、郁金、葛根等药味组成, 具有化瘀利水、豁痰开窍的功效, 临床上主要用于颅脑损伤后脑组织水肿和微循环障碍引起的各种症状。为了更好地控制制剂的质量, 保证临床疗效。拟对方中药味进行薄层鉴别研究, 以其为制定质量标准奠定基础。

1 仪器与材料

BT25S 电子天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司); 939 全自动薄层制板器(重庆南岸贝尔德仪器技术厂); WFH-201 紫外投射仪(上海); SB3200DT 超声波清洗机(宁波); KZW-G 型仪表恒温不锈钢水浴锅(上海); 硅胶 G(青岛海洋化工厂); 水蛭对照药材(批号为: 121061-200904)、白茅根对照药材(批号为: 121145-201003)、石菖蒲对照药材(批号为: 121098-201105)、郁金对照药材(批号为: 120949-201005)、葛根对照药材(批号为: 121551-200601)、葛根素对照品(供含量测定用, 批号为: 110752-200511), 以上对照药材及对照品均来源于中国药品生物制品检定所; 健脑益智胶囊 3 批样品自制(批号: 121018、121020、121022)。试验所用试剂为分析纯。

2 方法与结果

2.1 水蛭的薄层鉴别^[1] 供试品溶液制备 取健脑益智胶囊内容物 2 g, 研细, 置 50 mL 具塞三角瓶中, 加入乙醇 10 mL, 超声处理(功率 300 W, 频率 50 KHz) 15 min, 滤过, 取滤液, 即得。

对照药材溶液制备: 取水蛭对照药材 1 g, 按供试品制备方法处理, 即得。

阴性对照溶液制备: 取缺水蛭的空白样品, 按供试品制备方法处理, 即得。

展开: 吸取对照药材溶液及三批供试品溶液、阴性对照溶液各 5 μ L, 依次点于以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-乙酸乙酯(4:1)为展开剂, 预饱和 20 min, 当展距约 12 cm 时取出, 晾干。

显色检视: 喷 10% 硫酸乙醇溶液, 加热至斑点清晰。365 nm 及日光下检视。

结果: 在 365 nm 下, 三批供试品的薄层色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同亮蓝色的两个主荧光斑点。在日光下, 三批供试品的薄层色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同暗紫红色的一个主斑点。而阴性样品在相应位置无斑点, 表明阴性无干扰。结果见图 1-2。

* 基金项目: 陕西省科技厅资助项目(2011KTCL03-02)

** 通讯作者: 郭东艳(1973-) 女, 博士, 教授, 研究方向: 中药新制剂新剂型的研究。E-mail: winter180@163.com

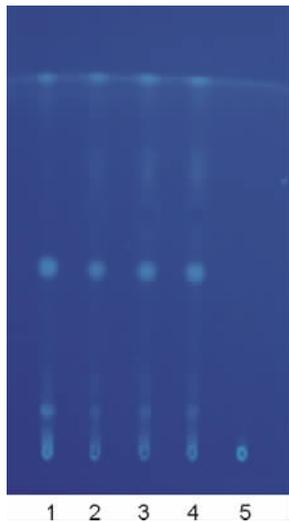


图1 水蛭薄层色谱图(365 nm)

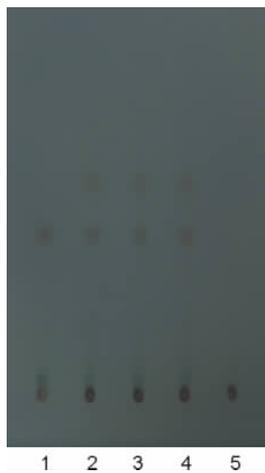


图2 水蛭薄层色谱图(日光)

1. 水蛭对照药材; 2、3、4 为样品; 5. 阴性样品

2.2 葛根的薄层鉴别^[2-3] 供试品溶液制备: 取健脑益智胶囊内容物 3 g, 研细, 置 50 mL 具塞三角瓶中, 加甲醇 20 mL, 超声处理(功率 300 W, 频率 50 KHz) 30 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣用 0.5 mL 甲醇溶解, 即得。

对照品及对照药材溶液制备: 取葛根素对照品, 加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。再取葛根对照药材 1 g, 按供试品制备方法处理, 即得。

阴性对照溶液制备: 取缺葛根的空白样品, 按供试品制备方法处理, 即得。

展开: 吸取葛根对照药材溶液及葛根素对照品溶液各 5 μ L, 三批供试品溶液及阴性对照溶液各 10 μ L, 依次点于同一硅胶 G 薄层板上, 以氯仿 -

甲醇 - 水(7: 2.5: 0.25) 为展开剂, 预饱和 20 min, 当展距约 13 cm 时取出, 晾干。

检视: 紫外光灯(365 nm) 下检视。

结果: 三批供试品溶液的薄层色谱中, 在与对照品及对照药材色谱相应的位置上, 显相同亮蓝色的一个主荧光斑点。而阴性样品在相应位置无斑点, 表明阴性无干扰。结果见图 3。

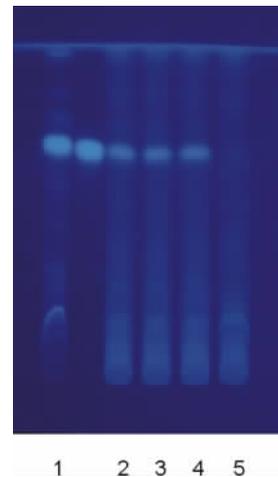


图3 葛根薄层色谱图(365 nm)

1. 葛根对照药材; 2. 葛根素对照品; 3、4、5 为样品; 6. 阴性样品

2.3 白茅根的薄层鉴别^[2-3] 供试品溶液制备: 取健脑益智胶囊内容物 3 g, 研细, 置 50 mL 具塞三角瓶中, 加甲醇 30 mL, 超声处理(功率 300 W, 频率 50 KHz) 30 min, 滤过, 滤液挥干, 残渣加甲醇 1 mL 溶解, 即得。

对照药材溶液制备: 取白茅根对照药材 1 g, 同供试品溶液制备方法处理, 即得。

阴性对照溶液制备: 取缺白茅根的空白样品, 按供试品制备方法处理, 即得。

展开: 吸取对照药材溶液 5 μ L, 三批供试品溶液及阴性对照溶液各 10 μ L, 依次点于同一硅胶 G 薄层板上, 以氯仿 - 甲醇 - 水 - 甲酸(7.5: 2.5: 1: 3) 为展开剂, 预饱和 10 min, 当展距约 14 cm 时取出, 晾干。

显色检视: 喷 10% 硫酸乙醇溶液, 加热至斑点显色清晰, 紫外光灯(365 nm) 下检视。

结果: 三批供试品溶液的薄层色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同蓝绿色的一个主荧光斑点。而阴性样品在相应位置无斑点, 表明阴性无干扰。结果见图 4。

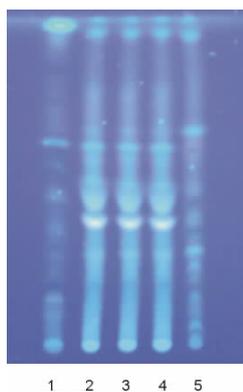


图4 白茅根薄层色谱图

1、白茅根对照药材;2、3、4为样品;5、阴性样品

2.4 石菖蒲的薄层鉴别^[2-3] 供试品溶液制备取健脑益智胶囊内容物3g,研细,置50mL具塞三角瓶中,加石油醚(60℃~90℃)20mL,加热回流1h,滤过,滤液蒸干,残渣加石油醚(60℃~90℃)1mL使溶解,即得。

对照药材溶液制备取石菖蒲对照药材0.2g,同供试品溶液制备方法处理,即得。

阴性对照溶液制备取缺石菖蒲的空白样品,按供试品制备方法处理,即得。

展开吸取对照药材溶液5μL,三批供试品溶液及阴性对照溶液各10μL,依次点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(60℃~90℃)-醋酸乙酯(4:1)为展开剂,当展距约10cm时取出,晾干。

检视紫外光灯(365nm)下检视。

结果三批供试品溶液的色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同亮蓝色的一个主荧光斑点。而阴性样品在相应位置无斑点,表明阴性无干扰。结果见图5。

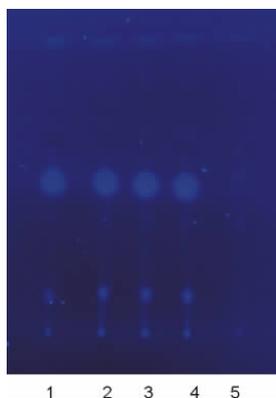


图5 石菖蒲薄层色谱图

1、石菖蒲对照药材;2、3、4为样品;5、阴性样品

2.5 郁金的薄层鉴别^[2-4] 供试品溶液制备取健脑益智胶囊内容物5g,研细,置100mL具塞三角瓶中,加甲醇50mL,超声处理(功率300W,频率50KHz)30min,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇2mL

溶解,即得。

对照药材溶液制备取郁金对照药材1g,同供试品溶液制备方法处理,即得。

阴性对照溶液制备取缺郁金的空白样品,按供试品制备方法处理,即得。

展开:吸取上述对照药材溶液5μL,三批供试品溶液及阴性对照溶液各10μL,依次点于同一以0.5%羧甲基纤维素钠为黏合剂制备的硅胶G板上,以环己烷-氯仿-乙酸乙酯-甲酸(10:2:1:0.1)为展开剂,当展距约10cm时取出,晾干。

显色检视喷10%硫酸乙醇溶液,加热至斑点显色清晰,日光下检视。

结果三批供试品溶液的色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同暗黄色的一个主斑点。阴性样品在相应位置无斑点,表明阴性无干扰。结果见图6。



图6 郁金薄层色谱图(日光)

1、郁金对照药材;2、3、4为样品;5、阴性样品

3 结论与讨论

健脑益智胶囊处方由水蛭、白茅根、石菖蒲、郁金、葛根等药味组成。经过反复试验以及色谱条件优化,最终对方中所有药味均建立了薄层鉴别方法。验证试验结果表明,所建方法简便可行、重现性好,为控制该制剂的质量提供了保障,同时也为后期进一步建立该制剂的质量标准奠定了基础。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典, 2010版一部[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010.
- [2] 李小莉, 李凌云. 健儿素颗粒的质量标准[J]. 中国药师, 2008, 11(5): 535-536.
- [3] 马冬云. 康瘫丸的质量标准[J]. 中国药师, 2010, 13(9): 1265-1266.
- [4] 谢艳. 桂郁金与桂莪术的薄层鉴别[J]. 中国民族民间医药, 2011, 20(13): 51.

(收稿日期: 2013-06-26 编辑: 文颖娟)