

复方儿茶生肌油中大黄薄层色谱鉴别方法的研究

周明慧

(四川省凉山州食品药品检验所,四川 西昌 615000)

【摘要】采用薄层色谱鉴别法(TLC)对复方儿茶生肌油中大黄成分进行鉴别,结果表明,在制备供试品溶液时,采用5%氢氧化钠溶液提取样品中的大黄,比用甲醇分离效果更好,重现性好,可作为该制剂拟定质量标准的鉴别方法。

【关键词】复方儿茶生肌油;大黄;薄层色谱

【中图分类号】R927 **【文献标识码】**B **【文章编号】**1673-1891(2008)03-0074-02

复方儿茶生肌油是西昌市王氏骨科医院依据特色处方自制的一种搽剂,具有消炎镇痛,促进皮肤肌肉组织生长的功效,用作伤口愈合缓慢人群临床手术后用药,适用于金疮、跌打损伤、皮肤破损、疮疡、痔瘡、烧烫伤等。作为复方儿茶生肌油中主药之一的大黄(Radix et Rhizoma Rhei),具有泻热通肠,凉血解毒,逐瘀通经的功效^[1],共同起到清热解毒、活血祛瘀、止血生肌的功效。目前采用薄层色谱鉴别法(TLC)对该制剂中大黄进行鉴别的质量标准尚未制定,按现行常见检验标准鉴别,采用甲醇提取后再加酸水水解的供试品溶液制备方法,供试品在与大黄对照品相应位置上,不能得到清晰可见的相同颜色斑点,使检验结果难以判定。经多次实验,对薄层色谱鉴别实验中供试品溶液的制备方法进行了改进,效果很好,现报道如下。

1 试验材料

复方儿茶生肌油样品(西昌市王氏骨科医院提供,批号20080421)、大黄对照品(中检所提供,批号902-8903)、大黄素对照品(中检所提供,批号110756-2001101)、大黄酚对照品(中检所提供,批号110796-200311);甲醇、乙醚、乙酸乙酯、石油醚、甲酸乙酯、甲酸、盐酸、氢氧化钠、羧甲基纤维素钠、浓氨水,以上所有试剂均为分析纯。硅胶H(青岛海洋化工厂生产)、薄层板(硅胶H加0.2%羧甲基纤维素钠水溶液自制板,厚度0.2mm)、点样器、展开容器、检视装置(上海顾村电光仪器厂生产的UV-1型三用紫外分析仪)、显色装置(底部放有浓氨水的干燥器)。

2 试验方法

2.1 供试品溶液的制备

方法1:取复方儿茶生肌油40mL,加5%氢氧化钠溶液40mL,置水浴上加热回流提取1h,取出,静置,待油水分层后,分取水层,加稀盐酸调节pH值为2~4,用乙醚提取2次,每次15mL,合并乙醚液,

低温蒸干,残渣加乙酸乙酯1mL使溶解,作为供试品溶液a。

方法2:取复方儿茶生肌油40mL,加甲醇40mL,加热回流提取1h,放冷,取甲醇提取液,蒸干,残渣加水10mL使溶解,加盐酸1mL,置热水浴上加热30min,立即冷却,用乙醚提取2次,每次15mL,合并乙醚液,低温蒸干,残渣加乙酸乙酯1mL使溶解,作为供试品溶液b。

2.2 对照药材和对照品溶液的制备

对照药材溶液的制备:取大黄对照药材0.5g,加甲醇20mL,加热回流提取30min,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加水10mL使溶解,加盐酸1mL,置热水浴上加热30min,立即冷却,用乙醚提取2次,每次15mL,合并乙醚液,低温蒸干,残渣加乙酸乙酯1mL使溶解,作为对照药材溶液c。

对照品溶液的制备:取大黄素对照品、大黄酚对照品加乙酸乙酯制成每1mL各含1mg的混合溶液,作为对照品溶液d。

2.3 薄层层析

按照薄层色谱法^[2],取毛细管吸取上述四种溶液各5 μ L,分别点于同一含羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶H薄层板上使呈圆点状,直径约2mm,各点相距10mm,点样基线距底边15mm。以石油醚(30~60 $^{\circ}$ C)—甲酸乙酯—甲酸(15:5:1)的上层溶液为展开剂,将点好样的薄层板放入预先用展开剂预饱和的展开缸中,浸入展开剂的深度为距原点5mm,密闭,上行展开10cm,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。

3 结果与分析

两种方法制备的供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显现结果如图1。采用方法1制备的供试品a色谱中,在与对照药材c色谱相应的位置上,显相同的5个橙黄色荧光斑点;在与对照品d色谱相应的位置上,显相同的橙黄色荧光斑点,置氨

蒸气熏后,日光下检视,斑点变为红色。制备的供试液色谱与对照药材和对照品色谱一致,5个点从下到上依次是芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄素甲醚、大黄酚,而采用方法2制备的供试品b则斑点不明显。其原因在于大黄的有效成分为蒽醌衍生物,水解后主要为芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大

黄素甲醚、大黄酚^[3]。在复方儿茶生肌油大黄鉴别中,采用常规的加甲醇提取后再加酸水解,一方面甲醇和菜子油有部分互溶的现象,另一方面所提成分在这两种溶剂中溶解性相差不大,加之菜子油粘稠度较大,因此被甲醇提出的有效成分极少,不能作为制备供试品溶液的方法。

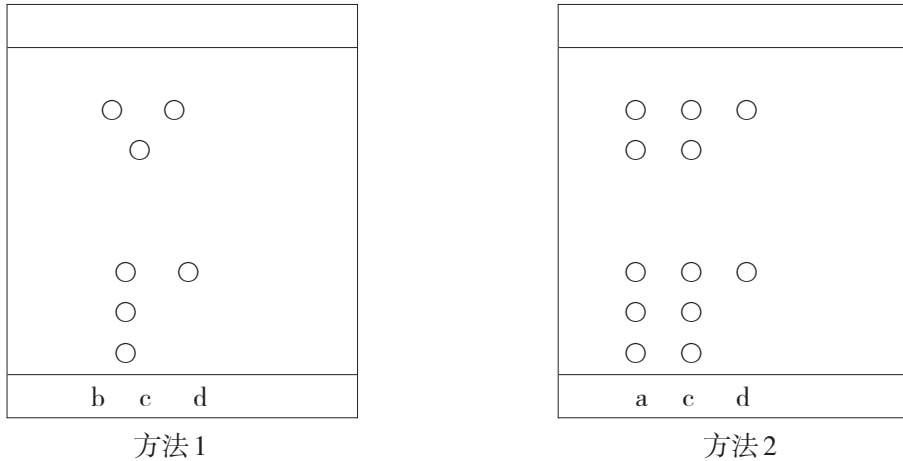


图1 复方儿茶生肌油中大黄的薄层色谱图

4 结论

薄层色谱法(TLC)是较早应用于中药快速分离和定性分析少量物料的一种非常重要的技术。由于其操作简便、色谱结果直观、显色方法可选性大,兼具分离鉴定双重功能,而涉及的设备价格低廉,故应用较为广泛^[4],其技术中正确的供试品溶液制备尤为重要。在复方儿茶生肌油的大黄成分鉴别中,采用5%氢氧化钠溶液制备供试品溶液有三大优点,其一,氢氧化钠溶液价格低廉,污染小;其二,氢氧化钠溶液极性和该制剂的溶剂极性相差大,且

能使部分油脂皂化,降低其粘度;其三,氢氧化钠溶液在提取过程中能将大黄中的蒽醌类衍生物水解成大黄素、大黄酚、大黄素甲醚,芦荟大黄素、大黄酸,这几种物质呈弱酸性,在碱水中的溶解度大,能较好的使之分离出来,克服了常见方法中大黄不能有效分离的问题,该法制备的薄层色谱所显斑点清晰,分离度高。综上所述,用方法1对复方儿茶生肌油中大黄这一成分进行鉴别,效果明显,重现性好,可作为该制剂拟定标准的鉴别方法之一,并在以后的同类制剂中,亦可作为参考。

注释及参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[S]. 北京:化学工业出版社,2005,1.
- [2] 刘讯红,王玉玺,房克慧,等. 中药材薄层色谱鉴别[M]. 天津:天津科学技术出版社,1990,5.
- [3] 江苏新医学院. 中药大辞典[S]. 上海:上海人民出版社,1977,7.
- [4] 顾英,冯怡. 薄层色谱新技术在中药药物分析方面的应用[J]. 时珍国医国药,2006,17(12):2589-2590.

Study on TLC Method of Identifying Rhubarb in Compound Catechu Myogenic Oil

ZHOU Ming-hui

(Liangshan Prefecture Food and Drug Testing Institute, Xichang, Sichuan 615000)

Abstract: Thin Layer Chromatography method (TLC) has been used to identify rhubarb components in compound catechu myogenic oil. The experimental results show that in the preparation for the test sample solutions, the way of using 5% sodium hydroxide solution to extract samples of rhubarb is superior to separation of methanol, and the reproducibility is better, which can be used as agents of the development of quality standards for the identification method.

Key words: Compound catechu myogenic oil; Rhubarb; TLC