

盆消灌肠液的薄层色谱鉴别研究

Research on TLC Identification of Penxiao Enema

谢宁 曹富宁 曹妮娜 何娟 夏循明

Ning Xie Funing Cao Nina Cao Juan He Xunming Xia

南宁市中医医院 中国·广西南宁 530001

Nanning Hospital of Traditional Chinese Medicine, Nanning, Guangxi, 530001, China

摘要: 目的: 建立盆消灌肠液的薄层鉴别方法。方法: 采用薄层色谱法对方中赤芍、紫花地丁、丹参、当归进行定性鉴别。结果: 鉴别方法专属性强, 阴性无干扰。结论: 建立的方法简便可靠, 为盆消灌肠液的质量控制提供了依据。

Abstract: Objective: To establish a TLC identification method of Penxiao Enema. **Method:** Study the qualitative identification of Paeoniae Rubra, Herba Violae, Salvia miltiorrhiza, Angelica sinensis by using TLC. **Results:** The TLC identification methods were specific and without negative interference. **Conclusion:** The method is simple and reliable, and provides a method for quality control of Penxiao Enema.

关键词: 盆消灌肠液; 薄层色谱法; 质量标准

Keywords: Penxiao Enema; TLC; quality standard

基金项目: 广西卫生厅自筹经费科研课题(项目编号: Z20170985)。

DOI: 10.12346/pmr.v3i5.4488

1 引言

盆消灌肠液是中国南宁市中医医院研制的中药复方制剂, 主要由赤芍、丹参、当归、桂枝、莪术、紫花地丁、败酱草等组成, 具有活血化瘀、消炎、止痛的作用, 用于盆腔炎的治疗^[1]。本研究采用薄层色谱法对赤芍、紫花地丁、丹参、当归进行定性鉴别, 为建立盆消灌肠液质量标准提供科学依据。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

ME155DU/02 电子天平(梅特勒-托利多仪器上海有限公司); DHG-9246A 电热恒温鼓风干燥箱(上海精宏实验设备有限公司); TDZ5-WS 台式低速离心机(湘仪离心机仪器有限公司); HJ-6-2000 磁力搅拌电热套(北京中兴伟

业仪器有限公司); YOKO-CS 紫外线透射反射成像仪(武汉药科新技术开发有限公司); CQ-250A 超声波清洗机(上海跃进医用光学器械厂); HH-S4 数显恒温水浴锅(山东博科科学仪器有限公司)。

2.2 试剂

当归对照药材(批号: 120927-201617)、赤芍对照药材(批号: 121093-201804)、紫花地丁对照药材(批号: 121429-201605)、丹参对照药材(批号: 120923-201615), 以上对照品均购于中国食品药品检定研究院。盆消灌肠液(南宁市中医医院制剂室自制, 批号: 210409, 210601, 210801)。实验用药材及辅料羧甲基纤维素钠均符合《中国药典》2020年版标准, 甲醇、乙醇、乙醚、三氯甲烷、硫酸、盐酸、正己烷、乙酸乙酯、甲酸等试剂均为分析纯。

【作者简介】谢宁(1980-), 女, 壮族, 中国广西武鸣人, 主管中药师, 从事制剂检验和质量标准研究。

3 方法与结果

3.1 赤芍、紫花地丁的薄层鉴别^[2-3]

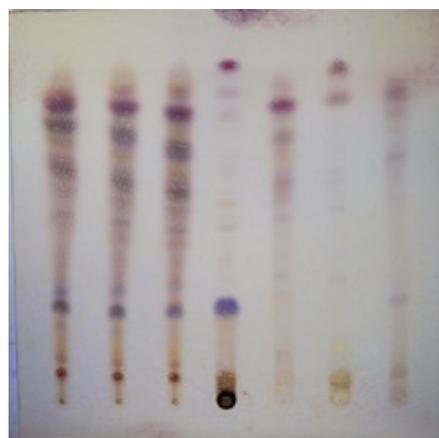
取本品 20mL, 加水 20mL, 加乙醇 20mL, 超声处理 20 分钟, 蒸干, 残渣加水 20mL 使溶解, 用乙酸乙酯振摇提取 2 次, 每次 30mL, 合并乙酸乙酯提取液, 蒸干, 残渣加甲醇 1mL 使溶解, 作为供试品溶液。分别取缺赤芍、紫花地丁的阴性样品, 同法分别制得缺赤芍和缺紫花地丁的阴性对照溶液。分别取赤芍、紫花地丁对照药材各 0.5g, 各加乙醇 10mL, 超声处理 15 分钟, 滤过, 蒸干, 残渣加甲醇 1mL 使溶解, 作为赤芍对照药材溶液和紫花地丁对照药材溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2020 年版通则 0502) 试验, 吸取供试品溶液、阴性样品溶液各 10 μ L、对照药材溶液 3 μ L, 分别点于同一硅胶 G 板上, 以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(40:5:10:0.2) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5% 香草醛硫酸溶液, 在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与赤芍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, 结果见图 1。置紫外光灯(365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与紫花地丁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 2。

3.2 丹参的薄层鉴别^[4-6]

取本品 20mL, 置水浴上蒸干, 加 75% 乙醇 20mL 使溶解, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 2mL 使溶解, 作为供试品溶液。取缺丹参的阴性样品, 同法制得阴性对照溶液。另取丹参对照药材 1g, 自“加 75% 乙醇”起, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2015 年版四部通则 0502) 试验, 吸取供试品溶液、阴性对照溶液各 10 μ L、对照药材溶液 5 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正己烷-三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(23:4:0.5:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5% 的香草醛硫酸试液, 在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点, 阴性对照无干扰, 结果见图 3。

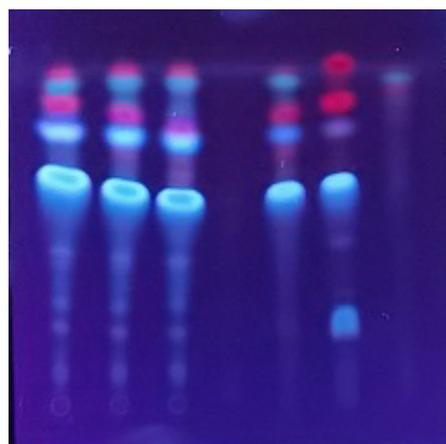
3.3 当归的薄层鉴别^[7-8]

取本品 20mL, 加乙醇 40mL 振摇, 滤过, 滤液蒸至约 20mL, 放冷, 用乙醚振摇提取 2 次, 每次 25mL, 合并乙醚提取液, 挥干, 残渣加甲醇 1mL 使溶解, 作为供试品溶液。取缺当归的阴性样品, 同法制得阴性对照溶液。另取当归对照药材 0.5g, 加乙醚 15mL, 超声 15 分钟, 滤过, 挥干乙醚, 残渣加甲醇 1mL 使溶解, 作为对照药材溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2020 年版通则 0502) 试验, 吸取供试品溶液、阴性样品溶液各 10 μ L、对照药材溶液 5 μ L, 分别点于同一硅胶 G 板上, 以正己烷-乙酸乙酯(4:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm) 下检视。供试品色谱中, 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 4。



1 2 3 4 5 6 7

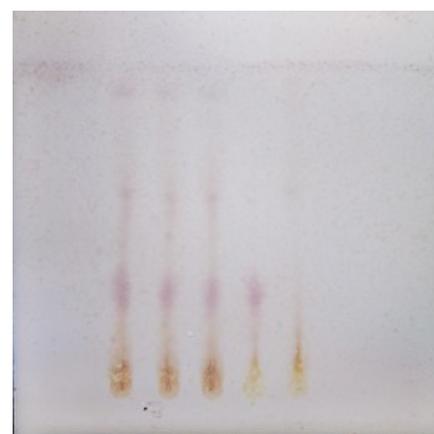
图 1 赤芍、紫花地丁薄层色谱鉴别



1 2 3 4 5 6 7

图 2 赤芍、紫花地丁薄层色谱鉴别

注: 1~3 供试品; 4 赤芍对照药材; 5 赤芍阴性对照; 6 紫花地丁对照药材; 7 紫花地丁阴性对照。



1 2 3 4 5

图 3 丹参薄层色谱鉴别

注: 1~3 供试品; 4 丹参对照药材; 5 阴性对照。

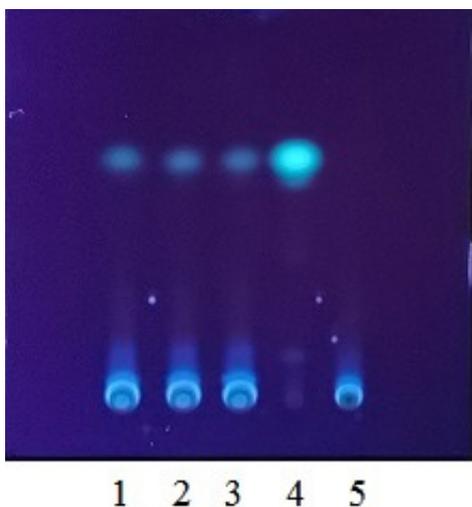


图 4 当归薄层色谱鉴别

注：1~3 供试品；4 当归对照药材；5 阴性对照。

4 讨论

第一，在本研究中发现，赤芍和紫花地丁在同一个展开系统中呈现各自的专属特征斑点，相互无干扰，Rf 值均在 0.2~0.8 范围内，可同时进行两味药材的鉴别。曾采用乙酸乙酯直接振摇提取的方法，结果显示无斑点。本品含有羧甲基纤维素钠，药液粘度较大，因此在前处理过程中加水稀释，利于待检成分的溶出。曾试过直接加乙醇超声处理再用乙酸乙酯或水饱和的正丁醇振摇提取，斑点均不明显。实验中采用两种不同展开系统进行比较，分别为三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸（40：5：10：0.2）和三氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸-浓氨（8：1：4：1），后者未显示斑点，故选择前者作为赤芍、紫花地丁 TLC 的展开系统。

第二，在丹参的薄层鉴别中，直接用乙醇超声处理，结

果无斑点。羧甲基纤维素钠对本品薄层鉴别的影响较大，通过优选试验方法和展开剂，最终以样品蒸干后再处理的试验结果较为理想。

第三，在当归的薄层鉴别中，采用乙酸乙酯和乙醚振摇提取进行比较，结果，两者制备的对照药材溶液斑点在 365nm 紫外光灯下均非常明亮，但乙酸乙酯制备的供试品斑点不清晰，因此选择乙醚作为提取溶剂。

第四，实验结果表明，采用薄层色谱法可检出盆消灌肠液中的赤芍、紫花地丁、丹参、当归，方法简便，专属性强，阴性对照无干扰，可有效控制本品质量，为质量标准的提高提供了依据。

参考文献

- [1] 易蕾,张海琳,邓萍,等.盆消灌肠液治疗湿热瘀结型盆腔炎的临床研究[J].中国临床新医学,2014,7(12):1117-1120.
- [2] 萧月兴,卢燕群,邝赛玲.川七活血止痛丸的质量控制方法研究[J].海峡药学,2019,31(2):89-91.
- [3] 陈松旺,吴婷,李煌,等.畅脉乐胶囊的质量标准研究[J].福建医药杂志,2020,42(1):127-132.
- [4] 李青,吾金卓玛,戴涌,等.藤丹胶囊质量标准方法的改进[J].中国医药科学,2018,8(15):47-54.
- [5] 吴炜,张培影,陈永刚,等.黄芪保心合剂质量标准[J].医药导报,2018,37(3):341-344.
- [6] 吴笛,王德勤,李楚源.复方丹参片薄层色谱鉴别方法研究[J].药物分析杂志,2012,32(9):1658-1660.
- [7] 国家药典委员会.中华人民共和国药典(四部)[M].北京:中国医药科技出版社,2020.
- [8] 荀艳,秦亚东,吴剑,等.妇科十味片质量标准研究[J].现代中药研究与实践,2018,32(3):52.