

妇科止带胶囊的薄层鉴别方法研究*

李 谦, 郑 林, 王永林, 王爱民, 李勇军, 何 迅, 兰燕宇**

(贵阳医学院 药学院, 贵州 贵阳 550004)

[摘要] 目的: 建立妇科止带胶囊的薄层鉴别方法。方法: 用薄层色谱法对妇科止带胶囊中的椿皮、五味子、黄柏、茯苓四味药材进行定性鉴别。结果: 在薄层色谱中分别检出椿皮、五味子、黄柏、茯苓的特征斑点, 阴性对照无干扰。结论: 该方法简便可行, 专属性强, 重现性好, 可有效控制妇科止带胶囊的质量。

[关键词] 中成药; 色谱法, 薄层; 定性研究

[中图分类号] R927.2 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1000-2707(2012)01-0027-03

Identification of Ingredients in Fukezhidai Capsules with Thin Layer Chromatography

LI Qian, ZHENG Lin, WANG Yonglin, WANG Aimin, LI Yongjun, HE Xun, LAN Yanyu

(School of Pharmacology, Guiyang Medical College, Guiyang 550004, Guizhou, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a thin layer chromatography (TLC) method for ingredient identification of Fukezhidai capsules. **Methods:** *Cortex Ailanthi*, *Fructus Schisandrae chinensis*, *Cortex Phellodendri chinensis* and *Poria cocos* in Fukezhidai capsules were indentified with TLC method. **Results:** In TLC, special spots of *Cortex Ailanthi*, *Fructus Schisandrae chinensis*, *Cortex Phellodendri chinensis* and *Poria cocos* were detected respectively without interference in negative control. **Conclusions:** TLC is a simple, reliable, specific and reproducible method for quality control of Fukezhidai capsules.

[Key words] ready-made patent drugs; chromatography, thin layer; qualitative research

妇科止带胶囊处方来源于中华人民共和国卫生部药品标准《中药成方制剂》,由椿皮、五味子、黄柏、茯苓、阿胶、龟板等中药材组成,具有清热燥湿、收敛止带的功能,临床用于慢性宫颈炎、子宫内膜炎、阴道黏膜炎等引起的湿热型赤白带症^[1]。为了提高妇科止带胶囊的质量标准,确保临床患者用药的安全有效,2006年,对该品种的质量标准进行研究,建立了椿皮、五味子、黄柏、茯苓4味药材的薄层色谱鉴别方法^[2~7]。此方法简便、准确、快速,提高了妇科止带胶囊质量的可控性,为安全有效用药提供了保障。

1 仪器和材料

REPROSTAR3 薄层色谱成像系统(瑞士 GAM-

AG 公司);TCQ-250 型超声波清洗器(北京医疗设备厂);妇科止带胶囊(由贵州省中药民族药研究中心提供,批号:20040606、20040610、20040615)、五味子甲素对照品(批号:0764-200006)、五味子乙素对照品(批号:0765-200104)、黄柏对照药材(批号:120937-200305)、茯苓对照药材(批号:121117-200302)均购至中国药品生物制品鉴定所,椿皮药材由贵阳医学院药物开发研究中心生药学研究室鉴定;硅胶 G 和硅胶 G₂₅₄ 薄层板(青岛海洋化工厂);其他试剂均为分析纯。

2 方法和结果

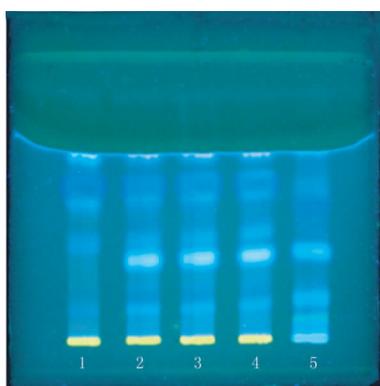
2.1 椿皮的薄层色谱鉴别

取本品内容物 1 g,加乙醇 25 ml,加热回流

*[基金项目]贵州省科技计划课题[黔科合计 Z 字(2009)4001];贵阳市科学技术计划项目[2009 筑科中合同字第 9-3-04 号]

** 通讯作者 E-mail:yanyu626@126.com

30 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 25 ml, 微热溶解, 用氢氧化钠试液调节 pH 值至 11 ~ 12, 用氯仿提取 2 次, 每次 20 ml, 弃氯仿液, 水层用稀盐酸调节 pH 值至 1 ~ 2, 再用氯仿提取 2 次, 每次 20 ml, 分取氯仿层, 蒸干, 残渣加甲醇 1 ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取椿皮对照药材 1 g, 加乙醇 25 ml, 加热回流 30 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 1 ml 使溶解, 作为对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2005 年版一部附录 VI B)试验, 吸取上述 2 种溶液各 5 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 使成条带状, 以环己烷-氯仿-冰醋酸(4:5:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应位置上, 显相同颜色斑点。结果见图 1。



1: 缺椿皮阴性对照; 2~4: 3 批中试制剂; 5: 椿皮对照药材

图 1 椿皮 TLC 色谱

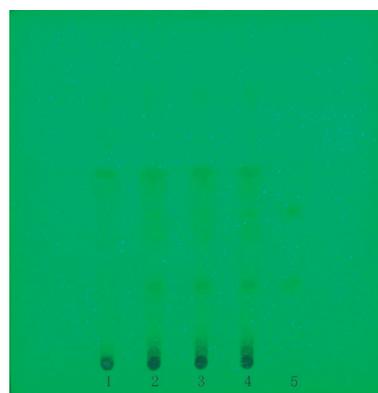
Fig. 1 Thin layer chromatography of *Cortex Ailanthi*

2.2 五味子的薄层色谱鉴别

取本品内容物 2 g, 加乙醚 50 ml, 浸渍 6 h, 时时振摇, 滤过, 滤液低温挥干, 残渣加醋酸乙酯 1 ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取五味子甲素和五味子乙素对照品, 加醋酸乙酯制成每 1 ml 各含 0.1 mg 的混合溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2005 年版一部附录 VI B)试验, 吸取上述 2 种溶液各 10 μ l, 分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上, 以甲苯-醋酸乙酯(10:0.8)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(254 nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应位置上, 显相同颜色斑点。结果见图 2。

2.3 黄柏的薄层色谱鉴别

取本品内容物 1 g, 加乙醇 25 ml, 超声处理 20 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 1 ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取黄柏对照药材 1 g, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2005



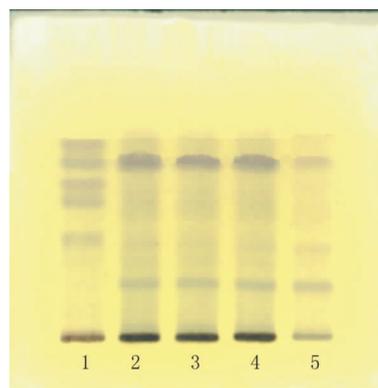
1: 缺五味子阴性对照; 2~4: 3 批中试制剂;

5: 五味子甲素和乙素对照品

图 2 五味子 TLC 色谱

Fig. 2 Thin layer chromatography of *Fructus Schisandrae chinensis*

年版一部附录 VI B) 试验, 吸取上述 2 种溶液各 5 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 使成条带状, 以环己烷-甲酸乙酯-丙酮(5:2:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以香草醛硫酸试液, 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位置上, 显相同颜色斑点。结果见图 3。



1: 缺黄柏阴性对照; 2~4: 3 批中试制剂;

5: 黄柏对照药材

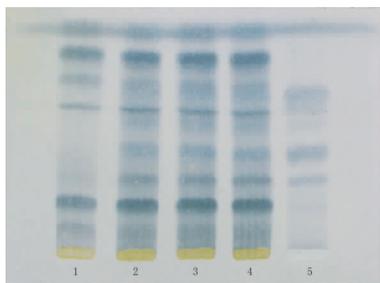
图 3 黄柏 TLC 色谱

Fig. 3 Thin layer chromatography of *Cortex Phellodendri chinensis*

2.4 茯苓的薄层色谱鉴别

取本品内容物 4 g, 加醋酸乙酯 50 ml, 加热回流 1 h, 滤过, 滤液挥至适量, 加中性氧化铝 2 g, 拌匀, 加于中性氧化铝柱(100 ~ 200 目, 2 g, 内径 1 ~ 1.5 cm)上, 用醋酸乙酯 30 ml 洗脱, 弃洗脱液, 再用甲醇 30 ml 洗脱, 收集甲醇洗脱液, 蒸干, 残渣加甲醇 1 ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取茯苓对

照药材 1 g, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2005 年版一部附录 VI B) 试验, 吸取上述 2 种溶液各 10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 预制薄层板上, 使成条带状, 以氯仿-乙醚-冰醋酸(7:3:0.1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以磷钼酸试液, 热风吹至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应位置上, 显相同颜色斑点。结果见图 4。



1: 缺茯苓阴性对照; 2~4: 3 批中试制剂; 5: 茯苓对照药材

图 4 茯苓 TLC 色谱

Fig. 4 Thin layer chromatography of *Poria cocos*

3 讨论

3.1 妇科止带胶囊处方来源于中华人民共和国卫生部药品标准《中药成方制剂》收录的妇科止带片(标准号: WS3-B-0077-89)。原剂型妇科止带片质量标准中收录的鉴别均为理化鉴别, 专属性较差, 无法真正反映其产品的内在质量。本研究经多次实验, 增加了椿皮、五味子、黄柏、茯苓 4 味药材的薄层色谱鉴别方法, 实验结果表明, 斑点分离清晰, 重现性好, 阴性对照无干扰, 为全面、客观控制妇科止带胶囊的质量建立了专属性强、重现性良好的定性分析方法, 可有效控制妇科止带胶囊的质量。

3.2 妇科止带胶囊质量标准中已对小檗碱含量进行了控制, 因此本品黄柏药材的薄层色谱鉴别未采用检出小檗碱的方法, 由于中国药品生物制品检定

所提供的黄柏对照药材为关黄柏(黄檗 *Phellodendron amurense* Rupr.), 而本品使用的黄柏药材为川黄柏(黄皮树 *Phellodendron Chinese* Schneid.), 采用质量标准收载的方法对川黄柏和关黄柏进行试验, 结果表明, 以川黄柏药材和关黄柏药材为对照均可检出制剂中的黄柏药材, 斑点显色清晰, 阴性对照无干扰, 故采用中国药品生物制品检定所提供的黄柏对照药材为对照, 检出本品中的黄柏。

3.3 妇科止带胶囊处方中阿胶、龟甲主要含有蛋白质、多种氨基酸, 实验曾采用蛋白质水解产物氨基酸的鉴别试验, 对妇科止带胶囊样品中阿胶、龟甲进行鉴别, 但由于阴性样品有干扰未获成功。为了探讨样品中阿胶、龟甲的检查方法, 根据阿胶、龟甲中含有较高含氮化合物的特点, 建立了妇科止带胶囊的含氮量测定方法, 用以检出样品中阿胶和龟甲, 将另文报道。

4 参考文献

- [1] 何迅, 李勇军, 王爱民, 等. 高效液相色谱法测定妇科止带胶囊中盐酸小檗碱的含量[J]. 贵阳医学院学报, 2006(1): 49-53.
- [2] 赵连兴. 椿皮与香椿皮的鉴别与合理应用[J]. 河北中医, 2010(5): 744-747.
- [3] 范宋玲, 洪宋贞, 张素中, 等. 妇康胶囊质量标准研究[J]. 中成药, 2006(4): 503-505.
- [4] 吴恒孚, 马红芳, 孟维和. 南、北五味子的鉴别研究[J]. 天津中医药, 2010(6): 512-514.
- [5] 李正国, 孙兆伟, 刘琳琳. 栀子金花丸中黄连、黄柏薄层鉴别方法研究[J]. 中国药事, 2010(11): 1122-1123.
- [6] 袁祥慧, 杨帆, 杨惠莲. 五苓片中桂枝、茯苓的薄层色谱鉴别[J]. 海峡药学, 2010(6): 59-60.
- [7] 李零, 郝小燕, 肖海涛, 等. 妇科再造丸中地榆指标性成分的确定及薄层鉴别[J]. 贵阳医学院学报, 2006(2): 61-54.

(2011-07-20 收稿, 2011-11-09 修回)

编辑: 张丽君

(上接第 26 页)

- [3] 苑天红, 王明永, 吴升伟, 等. 白念珠菌二相性与致病性的关系[J]. 中国公共卫生, 2005(1): 71-72.
- [4] 汪长中, 冯鑫, 张晓露, 等. 黄芩苷对白念珠菌芽管形成及黏附性的影响[J]. 中国中药杂志, 2011(23): 3216-3218.
- [5] 玄阳. 当归的药理作用研究进展分析[J]. 医学信息, 2011(5): 1938-1939.
- [6] Kim SW, Joo YJ, Kim J, et al. Asc1p, a ribosomal protein, plays a pivotal role in cellular adhesion and viru-

lence in *Candida albicans* [J]. The Journal of Microbiology, 2010(6): 526-527.

- [7] 钱丽洁, 章强强. 白念珠菌芽管致病性研究进展[J]. 中国真菌学杂志, 2006(2): 124.
- [8] Zhu W, Filler SG. Interactions of *Candida albicans* with epithelial cells[J]. Cell Microbiol, 2010(3): 273.

(2011-09-29 收稿, 2011-11-14 修回)

编辑: 余 堃