

样品分析可全部自动完成,并可测定对批量样品,因此可节省大量的人力、物力和时间。同时对操作人员的技术要求不象其它测定方法如液相色谱法那样高。REMEDY 可对一份样品中多种药物进行同时定性或定量,避免了其它方法如免疫学方法需对样品中每个药物分次测定的麻烦,节省了费用和时间。而对危重抢救病人来说 REMEDI 的这种作用显得更加重要。REMEDY 可使用统一的缓冲液、流动相、分析柱去分析不同的药物,而且各种试剂的有效期较长,因此省去许多订购试剂的麻烦,同时可避免试剂的浪费。REMEDY 可测定的药品种很多,可进行定性、定量分析,同时还可分析药物的

一些代谢产物,因此 REMEDI 可用于未知药物鉴定,治疗药物监测,药品纯度检查,药物分布、代谢动力学研究。

尽管 REMEDI 和其它测定方法比较,具有许多优点,但不等于 REMEDI 可取代其他分析方法。由于 REMEDI 仅能分析碱性、弱酸性具有紫外吸收及非高脂溶性的药物,而且其对批量样品的定量分析不如其它方法如 TDX。因此只有将 REMEDI 和其它测定方法有机结合起来,才可显示其在临床药物分析中的巨大生命力。

REMEDY 仪器本身昂贵的价格及全部试剂、试液依赖进口以及分析柱较短的寿命也限制了它在国内市场的发展。

用薄板水解层析法鉴别牛膝

第四军医大学西京医院药剂科(西安 710032)
陕西勉县医院

王晓娟、钟晋、朱新民
秦显文

中药牛膝具有活血散瘀、祛湿利尿等功能。植物来源为苋科植物牛膝 (*Achyranthes bidentata* BL.) 的根,其主要化学成分为三萜皂甙,水解甙元为齐墩果酸 (*Oleanolic acid*)。文献报导牛膝皂甙的水解方法均为加硫酸加热回流,再用氯仿或石油醚萃取皂甙元^[1,2]。本实验采用甲醇超声提取牛膝皂甙,点样于硅胶 G-CMCN₃ 板,将板置盐酸蒸气中水解 20 min,以齐墩果酸为对照品,对同科属不同产地,及不同属的牛膝样品进行薄层层析鉴别,该方法简单易行,省时省溶剂。

· 实验部分

一、实验材料

1. 中药来源:

怀牛膝为苋科植物牛膝 (*Achyranthes bidentata* B.L.) 的根,样品来自河南。

川牛膝为苋科植物 (*Cyathula officinalis* Kuan) 的根,样品来自四川。

牛膝为苋科植物牛膝 (*Achyranthes bidentata* B.L.) 的根,样品来自陕西。上述药材均经西北大学胡正海教授鉴定。

2. CQ 50 超声波清洗器(上海超声波仪器厂)

吸附剂:硅胶 G (青岛海洋化工厂 3.5 克加 9 ml 0.4% CMC—Na,铺成 8×16 cm 板,105℃ 活化 1.5 h。)

展开剂:氯仿:甲醇(20:1)。

显色剂:10% 磷钼酸乙醇溶液。

齐墩果酸对照品:陕西省药检所提供。

所用试剂均为分析纯。

二、供试液的制备

取样品药材细粉(过 60 目筛) 1 g,置具塞试管中,加入 10 ml 甲醇,超声提取 30

min, 滤过, 供点样用。

齐墩果酸对照液: 1 mg/ml 甲醇溶液。

三、甙的水解

1. 薄板水解法 2000 ml 烧杯内倒入浓盐酸 8 ml, 杯底放一支持物, 将点有样品的薄层板倒放在支持物上, 杯口覆盖双层滤纸和塑料薄膜使其密闭, 将烧杯置 50—60℃ 水浴中加热 20 min, 取出, 挥尽盐酸, 即可层析。

2. 加热彻底水解法 取 1 g 克牛膝细粉加 50% 硫酸—乙醇(1:1) 溶液 20 ml, 在 100℃ 水浴上恒温水解 6 h, 蒸去乙醇, 浓缩物加氯仿热回流提取 20 min, 分出氯仿层, 浓缩, 甲醇定容于 10 ml 容量瓶中。

四、实验方法与结果

取供试液 10 μl, 点样于薄板上, 按薄板水解法水解。将齐墩果酸对照液 5 μl 及彻底水解法的样品 10 μl 点同一薄板上, 展开 57 cm, 取出晾干, 喷显色剂, 于 110℃ 加热 1—7 min, 对照品显紫红色斑点, Rf 值为

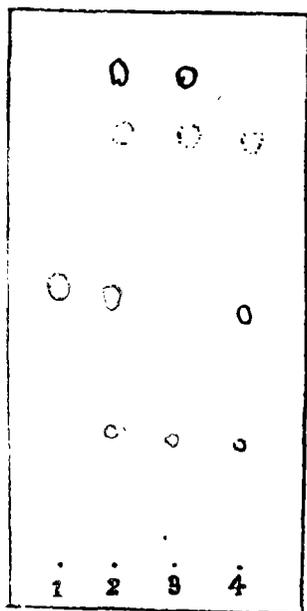


图 1. 齐墩果酸与不同牛膝样品薄层层析图谱

1. 齐墩果酸对照品 2. 怀牛膝
3. 川牛膝 4. 牛膝。

0.47, 怀牛膝与牛膝在对照品相应的位置有同样色泽的斑点, 而川牛膝则无此斑点 (见图 1), 表明前二者均含有齐墩果酸, 川牛膝不含齐墩果酸。同一样品薄板水解法与加热水解法在相同位置有相同色泽的斑点 (见图 2), 表明两种水解结果是一致的。

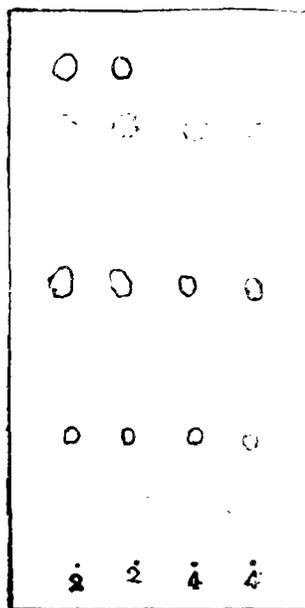


图 2. 牛膝样品不同水解法的薄层层析图谱

2. 怀牛膝薄板水解, 2'. 怀牛膝彻底水解,
4. 牛膝薄板水解, 4'. 牛膝彻底水解。

讨论

一、生药材加甲醇超声提取 30 min 与加热回流提取 2 h 作薄层层析对比, 斑点基本一致。斑点大小, 显色深浅也基本一致。

二、显色剂磷钼酸如为无色, 齐墩果酸显色斑点是紫红色, 如变成淡绿色, 显色斑点为蓝黑色。

三、薄层板水法层析法, 操作简单, 重现性好, 也可用于其它氧甙键的水解。

参 考 文 献

- [1] 相欢兆等. 药物分析杂志, 1986, 6(2): 102
[2] 李秀珍. 中药通报, 1988, 3: 37