

doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2021.15.016

安神补脑胶囊中制何首乌和淫羊藿的薄层色谱鉴别*

周峰,江勋[△],彭婷婷

(湖南省衡阳市市场监督管理局检验检测中心,湖南 衡阳 421001)

摘要:目的 提高安神补脑胶囊的质量标准。方法 参照2015年版《中国药典(四部)》通则0502项下方法,采用薄层色谱法,以何首乌、淫羊藿为对照药材,以及二者特征成分2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷、淫羊藿苷为对照品进行定性鉴别。结果 制何首乌和淫羊藿的薄层色谱斑点显色均清晰,分离度均好,阴性对照均无干扰。结论 该方法简便易行,可行性良好,结果准确,可用于安神补脑胶囊的质量控制。

关键词:安神补脑胶囊;制何首乌;淫羊藿;2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷;淫羊藿苷;薄层色谱法

中图分类号:R932;R284.1;R286.0

文献标志码:A

文章编号:1006-4931(2021)15-0059-03

Identification of *Radix Polygoni Multiflora* Preparata and *Epimedium Brevicornum* in Anshen Bunao Capsules by TLC

ZHOU Feng, JIANG Xun, PENG Tingting

(Hengyang Market Supervision Inspection and Testing Center, Hengyang, Hunan, China 421001)

Abstract: Objective To improve the quality standard of Anshen Bunao Capsules. Methods According to the general rule 0502 of the Chinese Pharmacopoeia (2015 Edition, Volume IV), *Radix Polygoni multiflora* and *Epimedium brevicornum* were taken as reference mater-

*基金项目:湖南省衡阳市科技计划项目[2019jh010833]。

第一作者:周峰,男,大学本科,主管药师,研究方向为食品、药品质量控制,(电子信箱)893032246@qq.com。

[△]通信作者:江勋,男,大学本科,副主任药师,研究方向为食品、药品质量控制,(电话)0734-8197121(电子信箱)86072360@qq.com。

饮片进行检查,结果所有饮片均符合要求。试验中采用趁热滤过的方式进行分离,以减少成分的损失,趁热滤过后滤液放置冷水中迅速冷却,抑制成分降解,契合传统汤剂工艺。根据药典规定,含量测定时流动相选用乙腈-水溶液,结果色谱峰峰形较好,目标峰分离度较好。

参考文献

- [1] 赵文静,王 历,王芝兰,等.淫羊藿的药理作用及临床应用研究进展[J]. 中医药信息,2016,33(2):105-108.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京:中国医药科技出版社,2020:340-342.
- [3] 贾敏鸽,周金云,孙文基. 陕西产淫羊藿资源分布与化学成分研究概况[J]. 时珍国医国药,2006,17(10):2087-2091.
- [4] 王 静,李建平,张跃文,等.淫羊藿药理学研究进展[J]. 中国药业,2009,18(8):60-61.
- [5] 王焕珍,柴艺汇,陈云志,等.淫羊藿化学成分与药理作用研究进展[J]. 亚太传统医药,2016,12(7):63-65.
- [6] 王可可,龚其海.淫羊藿化学成分及药理作用的研究进展[J]. 中国民族民间医药,2015,24(19):16-18.
- [7] 刘凯杰,李 超.淫羊藿药理研究进展(综述)[J]. 亚热带植物科学,2014,43(2):183-186.
- [8] 陈士林,刘 安,李 琦,等.中药饮片标准汤剂研究策略[J]. 中国中药杂志,2016,41(8):1367-1375.
- [9] 郝亚冬,李东辉,王建农.杭白菊标准汤剂质量标准研究及应用[J]. 中国中药杂志,2018,43(13):2720-2725.

- [10] 邓 哲,荆文光,王淑慧,等.中药饮片标准汤剂研究进展与讨论[J]. 中国中药杂志,2019,44(2):242-248.
- [11] 国家药监局综合司.国家药监局综合司公开征求《中药配方颗粒质量控制与标准制定技术要求(征求意见稿)》意见[EB/OL]. (2019-11-08)[2020-12-21]. <https://www.cnmpa.gov.cn/directory/web/nmpa/xxgk/zhgyj/zhqyjyp/20191108160401438.html>.
- [12] 郭俊林,邵 青,刘璐铭,等.山萸肉标准汤剂质量标准研究[J]. 中国中药杂志,2019,44(11):2260-2265.
- [13] 梁生旺. 中药制剂分析[M]. 北京:中国中医药出版社,2012:40,55.
- [14] 韦红言,温庆伟,陆 东,等.虎杖饮片、水煎剂、配方颗粒高效液相色谱特征图谱相关性研究[J]. 中国药业,2014,23(18):37-40.
- [15] 魏 梅,杜兰哲,李 慧,等.醋延胡索饮片、水煎液、配方颗粒高效液相色谱特征图谱相关性研究[J]. 中药材,2015,38(5):1066-1069.
- [16] 伍小燕,杨 梅,梁冰丽,等.基于相关性的广金钱草配方颗粒特征图谱研究[J]. 药物分析杂志,2014,34(6):1057-1061.
- [17] 王 青,曹 进,刘建勋,等.清开灵注射液特征图谱及其质量相关性研究[J]. 药物分析杂志,2010,30(1):37-40.
- [18] 邓爱平,方文韬,周青罡,等.淫羊藿质量影响因素及质控对策分析[J]. 中国中药杂志,2018,43(5):1062-1070.

(收稿日期:2020-09-30;修回日期:2021-03-20)

ials, and their characteristic components 2,3,5,4'-tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside and icariin were taken as the reference substance for the qualitative identification. **Results** The thin layer chromatography (TLC) spots of *Radix Polygoni multiflori Preparata* and *Epimedium brevicornum* were clear, the separation degree was good, and the negative control had no interference. **Conclusion** The method is simple, feasible and accurate, which can be used for the quality control of Anshen Bunao Capsules.

Key words: Anshen Bunao Capsules; *Radix Polygoni multiflori Praeparata*; *Epimedium brevicornum*; 2,3,5,4'-tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside; icariin; TLC

安神补脑胶囊由安神补脑片剂型改良而来,由鹿茸、制何首乌、淫羊藿、干姜、甘草、大枣经提取后加入维生素 B₁ 精制而成,临床用于治疗神经衰弱、失眠、健忘、头晕等症^[1-2]。安神补脑片执行标准为《国家药品监督管理局标准(试行)》WS-11154(ZD-1154)-2002。安神补脑胶囊可促进大鼠脑组织核酸合成^[3],对樟柳碱模型小鼠的学习记忆障碍也有明显改善作用^[4]。目前,全国共有 4 家药品生产企业拥有安神补脑胶囊的批准文号,其质量标准均为企业参照国家食品药品监督管理局标准(YBZ15322009, YBZ02542009, YBZ06762009, YBZ08452009)制订。但上述标准中的薄层色谱鉴别均缺乏对方中主药制何首乌及淫羊藿的有效控制,不能全面体现安神补脑胶囊中复杂成分的可控性。为此,本研究中建立了以何首乌、淫羊藿为对照药材,以及二者中特征性成分 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷、淫羊藿苷为对照品的薄层色谱法,旨在完善安神补脑胶囊的质量标准。现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

AE240S 型电子分析天平(瑞士梅特勒-托利多有限公司,精度为 0.1 mg);DK-615HT 型超声清洗仪(深圳市得康洗净电器有限公司,功率为 360 W,频率为 40 kHz);XMTD-4000 型八孔电热恒温水浴锅(北京永光明医疗器械厂);ZF-20C 型暗箱式自动紫外分析仪(上海顾村光电仪器厂)。

1.2 试剂

何首乌对照药材(批号为 120934-201410),淫羊藿对照药材(批号为 121632-201502),2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷对照品(批号为 110844-201814,纯度为 91.0%),淫羊藿苷对照品(批号为 110737-201516,纯度 94.2%),均购自中国食品药品检定研究院;薄层色谱预制硅胶 G 板(德国 Merck 公司,批号为 HX69481826);实验用水为屈臣氏蒸馏水(批号为 20190910C),其余试剂均为分析纯。安神补脑胶囊样品来源见表 1。

2 方法与结果

2.1 制何首乌

取样品内容物 10 粒,研细,取 1 g,精密称定,加

表 1 安神补脑胶囊样品信息

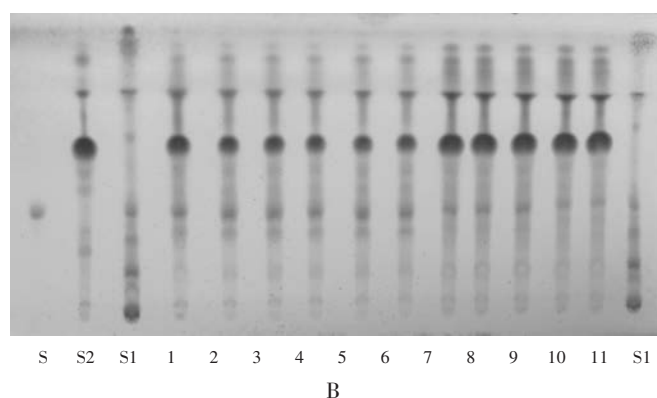
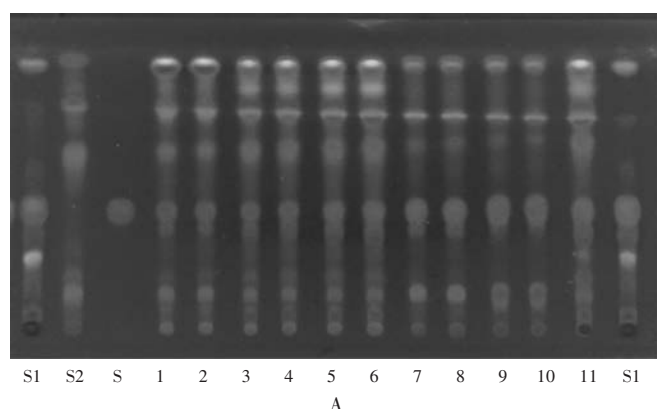
Tab. 1 Information of Anshen Bunao Capsules

编号	生产厂家	批号	编号	生产厂家	批号
1	江苏晨牌药业集团股份有限公司	1804152	7	江西南昌桑海制药有限公司	181007
2	江苏晨牌药业集团股份有限公司	180523	8	江西南昌桑海制药有限公司	181209
3	江苏晨牌药业集团股份有限公司	1807092	9	江西南昌桑海制药有限公司	190120
4	江苏晨牌药业集团股份有限公司	1901072	10	江西南昌桑海制药有限公司	190247
5	江苏晨牌药业集团股份有限公司	1903082	11	亚宝药业集团股份有限公司	190301
6	江苏晨牌药业集团股份有限公司	1904012			

70% 甲醇 30 mL,超声处理 15 min,滤过,滤液回收溶剂至干;残渣加水 20 mL 使溶解,用乙醚振摇提取 2 次,每次 25 mL,合并乙醚提取液,回收溶剂至干;残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取何首乌对照药材 1 g,精密称定,加甲醇 10 mL,超声处理 15 min,静置,取上清液作为对照药材溶液。取 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 0.5 mg 的溶液,作为对照品溶液。另取不含制何首乌的阴性样品,按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。照 2015 年版《中国药典(四部)》通则 0502 项下薄层色谱法试验,吸取上述溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以乙酸乙酯-甲醇-甲酸(25:1:1, V/V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,于紫外光灯(365 nm)下检视。结果供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液和对照品溶液色谱相应位置上显相同颜色的荧光斑点,阴性对照无干扰。详见图 1 A。

2.2 淫羊藿

取样品内容物 10 粒,研细,取 1 g,精密称定,加热 20 mL,超声处理 20 min,放冷,离心,取上清液,加乙酸乙酯提取 2 次,每次 20 mL,合并提取液,蒸干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取淫羊藿对照药材 0.5 g,精密称定,温浸 30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇使溶解,作为对照药材溶液。取淫羊藿苷对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。另取不含淫羊藿的阴性样品,按供试品溶液制备方法配制阴性对照品溶液。照 2015 年版《中国药典(四部)》通则 0502 项下薄层色谱法试验,吸取上述溶液各 2 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(10:1:1:1, V/V/V/V)为展开剂,



S. 对照品溶液 S1. 对照药材溶液 S2. 阴性对照品溶液
1-11. 供试品溶液

A. 制何首乌(紫外光灯, 365 nm) B. 淫羊藿

图1 薄层色谱图

S. Reference solution S1. Reference material solution

S2. Negative reference solution 1-11. Test solution

A. *Polygoni Multiflori Radix Praeparata* (UV lamps, 365 nm)

B. *Epimedium brevicornu*

Fig. 1 TLC chromatograms

展开,取出,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液,在105℃加热至斑点显色清晰。结果供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液和对照品溶液色谱相应位置上显相同颜色的斑点,阴性对照无干扰。详见图1B。

3 讨论

参考《中国药典(一部)》安神补脑液及文献[5-10],确定2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D葡萄糖苷和淫羊藿苷分别为制剂中制何首乌和淫羊藿2味主药的指标性功效成分。选择何首乌及2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D葡萄糖苷、淫羊藿及淫羊藿苷作为薄层色谱鉴别的指标性成分,特征性强,有利于制剂的质量控制。

制何首乌薄层色谱鉴别中,曾参考2015年版《中国药典(一部)》制何首乌药材^{[11]176}鉴别项下的方法,于紫外光灯(365 nm)下检视,供试品溶液与对照药材溶液均显淡黄色荧光斑点,但2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D葡萄糖苷对照品溶液无斑点出现;参考成

方制剂安神补脑液项下^{[11]184}制何首乌的薄层色谱鉴别及文献[12],调整提取方法与展开剂,经优化,制订了制何首乌的定性鉴别方法。该方法操作简单,且可同时监测制何首乌药材中多种标志性成分,专属性强,斑点清晰,分离效果好,紫外光灯(365 nm)下检视操作简单,稳定性及重复性均好,阴性对照无干扰,可用于安神补脑胶囊中制何首乌的定性鉴别。

现行4个企业标准中淫羊藿的薄层色谱鉴别方法差异大,且部分标准缺乏淫羊藿对照药材的参考。本研究结果表明,各厂家的供试品色谱图中淫羊藿苷斑点清晰度差距明显,可反映不同企业样品中淫羊藿苷的含量差异^[13],利于对不同厂家的产品进行质量控制与横向对比。本研究最终确定的方法能同时检测不同厂家生产的安神补脑胶囊,且斑点清晰,分离效果好,阴性对照无干扰,适用于不同厂家生产的安神补脑胶囊的质量控制。

参考文献

- [1] 沈志滨,朱俊访,李博. 安神补脑胶囊质量标准的研究[J]. 哈尔滨商业大学学报(自然科学版),2006,22(4):11-12.
- [2] 王隶书,程东岩,高军,等. 安神补脑液质量标准的提高[J]. 中国药师,2018,21(11):2056-2059.
- [3] 赵悦,周鸣,陈声武,等. 安神补脑胶囊补益作用实验研究(二)[J]. 长春中医学院学报,1997,13(4):59.
- [4] 周鸣,赵悦,陈声武,等. 安神补脑胶囊补益作用实验研究(一)[J]. 长春中医学院学报,1997,13(4):58.
- [5] 罗淑萍,郭炎荣,杨青. SPE-HPLC法同时测定安神补脑液中二苯乙烯苷和淫羊藿苷的含量[J]. 中国药师,2013,16(10):1493-1494.
- [6] 农凤鸣,陈松,陆广马,等. HPLC法测定安神补脑液中2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D葡萄糖苷的含量[J]. 中国药师,2014,17(1):90-92.
- [7] 曾庆岳,王云山. 淫羊藿药理作用研究进展[J]. 医药导报,2012,31(4):462-465.
- [8] 赵文静,王历,王芝兰,等. 淫羊藿的药理作用及临床应用研究进展[J]. 中医药信息,2016,33(2):105-108.
- [9] 陈子卓,徐宇航,赵九洲,等. 二苯乙烯苷抗氧化和抗炎作用的机制研究[J]. 癌变·畸变·突变,2020,32(2):105-111.
- [10] 刘厚淳,陈万生. 何首乌水溶性成分2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D葡萄糖苷的体外抗氧化作用研究[J]. 药学实践杂志,2000,18(4):232-233.
- [11] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京:中国医药科技出版社,2015.
- [12] 吴俊. 安神补脑液的薄层色谱鉴别[J]. 基层中药杂志,1998,12(4):12-13.
- [13] 王爱娜,杨艳,王玳. 安神补脑胶囊中淫羊藿苷含量测定方法的研究[J]. 山西中医学院学报,2016,17(5):29-30.

(收稿日期:2020-09-16;修回日期:2020-12-08)