

中图分类号: R917 文献标志码: A 文章编号: 1006-4931(2023)24-0106-03  
doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2023.24.024



## 照山白浸膏片的快速多信息梯度薄层鉴别

刘 勇<sup>1</sup>, 安丽娜<sup>2</sup>, 安 静<sup>1</sup>, 王立伟<sup>1</sup>, 石岩硕<sup>1</sup>, 申玉龙<sup>2</sup>, 董占军<sup>1△</sup>

(1. 河北省人民医院, 河北 石家庄 050051; 2. 承德燕峰药业有限责任公司, 河北 石家庄 050051)

**摘要:**目的 建立照山白浸膏片的快速多信息梯度薄层鉴别方法。方法 采用薄层色谱法, 分别以不同体积比例的三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-浓氨水(7.2:2.2:3.4:1, 3:5:4:1, 2:3:5:1)为梯度展开剂, 在紫外光灯(365, 254 nm)、暗室透光、日光灯下检视信息斑点。结果 共检出信息斑点74个(脂溶性、中极性、水溶性成分斑点分别为27, 26, 21个), 去除因极性间的衔接产生的重复斑点, 共归属约26种化学成分。结论 该方法简便、效率高, 可用于照山白浸膏片的质量控制。

**关键词:** 照山白浸膏片; 薄层色谱法; 多信息; 梯度展开剂; 质量控制

### Identification of Zhaoshanbai Extract Tablets by Rapid and Multi - Information TLC Method with Gradient Developer

LIU Yong<sup>1</sup>, AN Lina<sup>2</sup>, AN Jing<sup>1</sup>, WANG Liwei<sup>1</sup>, SHI Yanshuo<sup>1</sup>, SHEN Yulong<sup>2</sup>, DONG Zhanjun<sup>1</sup>

(1. Hebei Provincial People's Hospital, Shijiazhuang, Hebei, China 050051; 2. Chengde Yanfeng Pharmaceutical Co., Ltd., Shijiazhuang, Hebei, China 050051)

**Abstract: Objective** To establish a rapid and multi - information thin - layer chromatography (TLC) method with gradient developer for the identification of Zhaoshanbai Extract Tablets. **Methods** The TLC method was adopted. Trichloromethane - ethyl acetate - methanol - stronger ammonia water with different volume ratios (7.2:2.2:3.4:1, 3:5:4:1, 2:3:5:1) were taken as the gradient developers respectively, and the information spots were viewed under ultraviolet (UV) lamp (365, 254 nm), darkroom light transmission and daylight lamp. **Results** A total of 74 information spots were detected, including 27 liposoluble component spots, 26 medium - pola component spots and 21 water - soluble component spots. After removing the repetitive spots induced by polarity connection, the rest spots belonging to approximately 26 chemical components. **Conclusion** This method is simple and efficient, which can be used for the quality control of Zhaoshanbai Extract Tablets.

**Key words:** Zhaoshanbai Extract Tablets; TLC; multi - information; gradient developer; quality control

照山白浸膏片为部颁标准<sup>[1]</sup>收载品种, 主成分为照山白单味药材。原标准项下仅收载了照山白浸膏片的显微鉴别和显色反应, 无法全面控制制剂的质量。崔小丽等<sup>[2]</sup>对照山白浸膏片进行了薄层色谱鉴别, 采用2种展开剂分别鉴别了制剂中金丝桃苷、槲皮素和山柰素3种成分。王志轩等<sup>[3]</sup>采用高效液相色谱法, 以梯度洗脱的方式同时测定了照山白浸膏片中上述3种成分含量。多信息梯度薄层鉴别将中药指纹图谱<sup>[4-5]</sup>的内涵引申到薄层鉴别领域, 按脂溶性、中极性、水溶性的梯度顺序, 以薄层鉴别的形式检视药材中多种成分信息斑点。本研究中参照文献<sup>[6-9]</sup>, 对照山白浸膏片进行了

多信息梯度薄层色谱(TLC)鉴别研究。现报道如下。

#### 1 仪器与试剂

##### 1.1 仪器

KQ3200E型医用超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司); ZF-2型三用紫外分析仪(上海市安亭电子仪器厂); AX205DU型电子天平(瑞士Mettler Toledo公司, 精度为0.1 mg); ST16R型高速冷冻离心机(德国Thermo Fisher Scientific公司)。

##### 1.2 试剂

照山白浸膏片样品(承德燕峰药业有限责任公司, 批号为20210618); 照山白对照药材(河北省保定市安

第一作者: 刘勇, 男, 硕士研究生, 副主任药师, 研究方向为药品检验, (电子信箱)ly0637@163.com。

△通信作者: 董占军, 男, 硕士研究生, 主任药师, 研究方向为中药工艺及质量标准, (电子信箱)13313213656@126.com。

111-118.

[10] 赵秀玲, 党亚丽. 艾叶挥发油化学成分和药理作用研究进展[J]. 天然产物研究与开发, 2019, 31(12): 2182-2188.

[11] 赵淑秀, 刘青芝, 穆向荣. 艾草的化学成分及其提取工艺研究[J]. 药学研究, 2021, 40(12): 803-806.

[12] 武 娟, 万定荣, 赵百孝. 艾绒的质量评价标准及其商品分级研究[J]. 中国药业, 2019, 28(24): 4-7.

[13] 汤 璐, 袁铭铭, 周国平. HPLC法同时测定小儿感冒颗粒中12个成分的含量[J]. 药物分析杂志, 2022, 42(12): 2179-2185.

[14] 周建新, 邓 哲, 陈 蒙. 不同产地白术炮制前后新绿原酸和绿原酸含量变化[J]. 中国现代中药, 2022, 24(12): 2471-2475.

(收稿日期: 2023-03-08; 修回日期: 2023-09-07)

国药材批发市场,批号为 20201002),由河北省药品检验研究院段吉平主任药师鉴定为正品;硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板(青岛海洋化工有限公司);甲醇、乙酸乙酯、甲酸、三氯甲烷、浓氨试液等均为分析纯,水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 溶液制备

取样品(除去包衣,研细)0.7 g,精密称定,加 70% 甲醇 3 mL,超声(功率 120 W、频率 40 kHz,下同)处理 15 min,4 000 r/min 离心 10 min,取上清液,即得供试品溶液;取照山白对照药材细粉 0.5 g,精密称定,加 70% 甲醇 2 mL,超声处理 15 min,离心,取上清液,即得对照药材溶液。

2.2 薄层鉴别

脂溶性成分:吸取 2.1 项下供试品溶液 4  $\mu$ L、对照药材溶液 6  $\mu$ L,分别点于同一硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-浓氨水(7.2:2.2:3.4:1, V/V/V/V)为展开剂,展开,取出,热风吹干,置紫外光灯(365 nm)下检视,供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液色谱相应位置显相同颜色的斑点(图 1 A);喷以 1% 三氯化铝乙醇溶液(第 1 次显色),热风吹干,置紫外光灯(365 nm)下检视,供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液色谱相应位置显相同颜色的斑点(图 1 B);再喷以 10% 硫酸乙醇溶液(第 2 次显色),105  $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰,置紫外光灯(365 nm)下检视,供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液色谱相应位置显相同颜色的斑点(图 1 C);置暗室内透光检视,供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液色谱相应位置显相同颜色的斑点(图 1 D)。结果共获得 27 个脂溶性成分斑点。

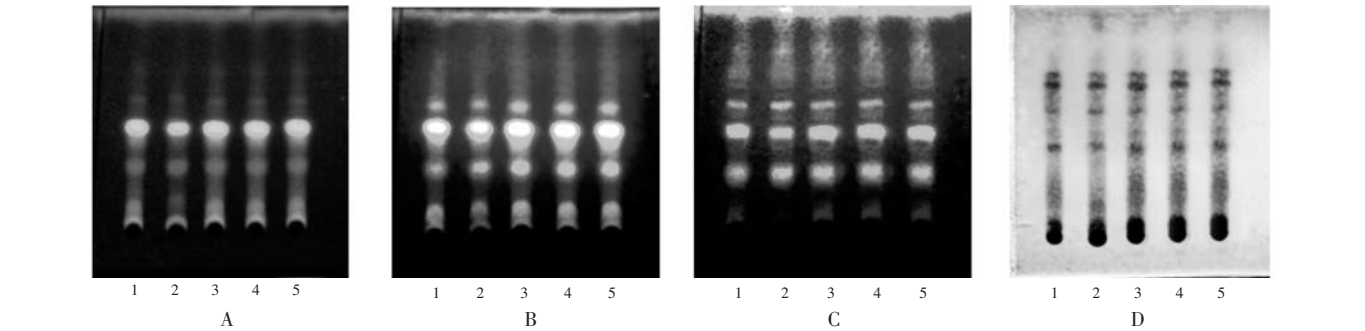
中极性成分:吸取 2.1 项下供试品溶液 4  $\mu$ L、对照药材溶液 5  $\mu$ L,分别点于同一硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-浓氨水(3:5:4:1, V/V/V/V)

为展开剂,展开,取出,热风吹干,置紫外光灯(365 nm)下检视,供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液色谱相应位置显相同颜色的斑点(图 2 A);置紫外光灯(254 nm)下检视,供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液色谱相应位置显相同颜色的斑点(图 2 B);喷以 10% 硫酸乙醇溶液,105  $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰,置紫外光灯(365 nm)下检视,供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液色谱相应位置显相同颜色的斑点(图 2 C);置暗室内透光检视,供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液相应位置显相同颜色斑点(图 2 D)。结果共获得 26 个中极性成分斑点。

水溶性成分:吸取 2.1 项下供试品溶液 3  $\mu$ L、对照药材溶液 4  $\mu$ L,分别点于同一硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-浓氨水(2:3:5:1, V/V/V/V)为展开剂,展开,取出,热风吹干,置紫外光灯(365 nm)下检视,供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液色谱相应位置显相同颜色的斑点(图 3 A);置紫外光灯(254 nm)下检视,供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液色谱相应位置显相同颜色的斑点(图 3 B);喷以 10% 硫酸乙醇溶液,105  $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰,置紫外光灯(365 nm)下检视,供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液色谱相应位置显相同颜色的斑点(图 3 C);置日光下检视,供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液色谱相应位置显相同颜色的斑点(图 3 D)。结果共获得 21 个水溶性成分斑点。

3 讨论

采用 3 种极性梯度展开剂,以各自 4 种条件下检视,薄层色谱图中呈现的斑点形状、大小、比移值均不同,且互不干扰,在各自的层次上均呈现出特有的斑点。3 块薄层板在多检视条件下进行多成分累加,分别检出脂溶性、中极性、水溶性成分斑点 27, 26, 21 个,归属



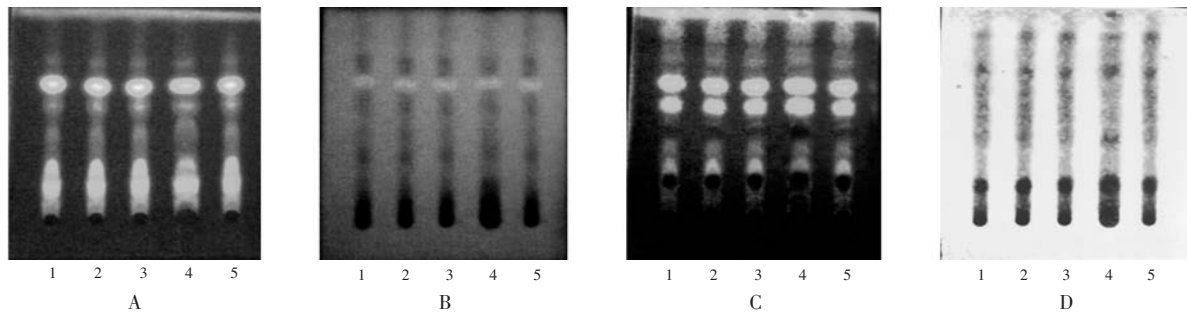
1, 3 - 5. 供试品溶液 2. 对照药材溶液  
A. 紫外光灯下(365 nm) B. 第 1 次显色后紫外光灯下(365 nm) C. 第 2 次显色后紫外光灯下(365 nm) D. 第 2 次显色后暗室透光

图 1 脂溶性成分薄层色谱图

1, 3 - 5. Test solution 2. Reference medicinal solution

A. Under UV lamp (365 nm) B. After the first color development under UV lamp (365 nm) C. After the second color development under UV lamp (365 nm) D. After the second color development under darkroom light transmission

Fig. 1 TLC chromatograms of liposoluble components



1 - 3, 5. 供试品溶液 4. 对照药材溶液

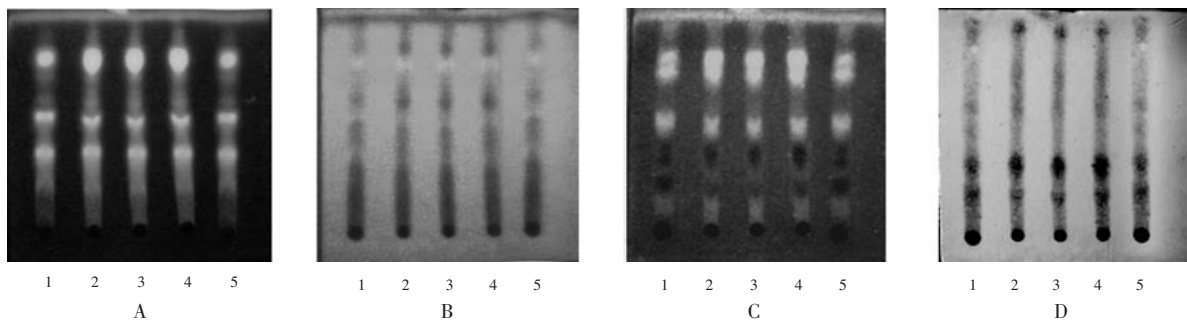
A. 紫外光灯下(365 nm) B. 紫外光灯下(254 nm) C. 显色后紫外光灯下(365 nm) D. 显色后暗室透光

图2 中极性成分薄层色谱图

1 - 3, 5. Test solution 4. Reference medicinal solution

A. Under UV lamp (365 nm) B. Under UV lamp (254 nm) C. After the color development under UV lamp (365 nm) D. After the color development under darkroom light transmission

Fig. 2 TLC chromatograms of medium - pola components



1. 对照药材溶液 2 - 5. 供试品溶液

A. 紫外光灯下(365 nm) B. 紫外光灯下(254 nm) C. 显色后紫外光灯下(365 nm) D. 显色后日光灯下

图3 水溶性成分薄层色谱图

1. Reference medicinal solution 2 - 5. Test solution

A. Under UV lamp (365 nm) B. Under UV lamp (254 nm) C. After the color development under UV lamp (365 nm) D. After the color development under daylight lamp

Fig. 3 TLC chromatograms of water - soluble components

15, 16, 13种化学成分,去除因极性间的衔接产生的重复斑点后共归属约26种化学成分。斑点颜色各异、清晰、直观,易于识别、对比和判断。

综上所述,本研究中的多信息梯度薄层鉴别方法简便、快捷,成本低、效率高,且检测的成分信息斑点多,优于指纹图谱法<sup>[10-13]</sup>,可为照山白浸膏片的质量控制提供参考。

#### 参考文献

- [1] WS<sub>3</sub>-B-0653-91,中华人民共和国卫生部药品标准:中成药方制剂(第三册)[S].
- [2] 崔小丽,王志轩,邱明山,等. 照山白浸膏片 TLC 鉴别和 HPLC 特征图谱研究[J]. 世界科学技术-中医药现代化, 2018,20(1):135-139.
- [3] 王志轩,刘喜娜,崔小丽,等. HPLC 法同时测定照山白中金丝桃苷、槲皮素和山柰素的含量[J]. 天津药学,2016,27(1):15-17.
- [4] 杜云,顾维,王俐,等. HPLC-DAD 法同时测定茵黄合剂中绿原酸、栀子苷、黄芩苷和大黄酸的含量[J]. 中华中医药杂志,2017,32(3):1344-1346.

- [5] 王晓亚,甄亚钦,王鑫国,等. HPLC 同时测定吴茱萸配方颗粒中4种成分的含量[J]. 中药材,2017,40(2):392-394.
- [6] 付莉,韩桂茹,兰新财,等. 石榴皮药材的快速多信息梯度薄层鉴别方法[J]. 中国药业,2020,29(23):49-51.
- [7] 赵丽丽,缪雪荣,兰新财,等. 绵马贯众药材的快速多信息薄层鉴别方法[J]. 中国兽药杂志,2020,54(4):52-55.
- [8] 刘勇,安静,董占军. 多基源大黄药材的梯度全信息薄层色谱鉴别法研究[J]. 中国药业,2022,31(2):80-83.
- [9] 宋长国,安丽娜,蔡金凯,等. 不同辅料宁神灵颗粒多信息梯度薄层质量比较[J]. 中国药业,2022,31(6):85-87.
- [10] 包贝华,姚卫峰,郭戎,等. 鸡冠花炭指纹图谱初步研究[J]. 南京中医药大学学报,2011,26(6):565-567.
- [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,2020:192-193.
- [12] 何春年,李敏,曹志高,等. 葛根药材 HPLC 指纹图谱研究[J]. 中国中药杂志,2003,28(12):1141-1145.
- [13] 刘永,卫莹芳,朱俊平,等. 续断 HPLC 指纹图谱研究[J]. 中药材,2010,33(3):359-361.

(收稿日期:2022-12-29;修回日期:2023-08-04)