

## 清肺消痤颗粒的薄层鉴别研究

庞会明<sup>1,2</sup>, 李爽<sup>1</sup>, 范玲<sup>1</sup>, 马兴苗<sup>1</sup>, 吕佳佳<sup>1</sup>, 刘志辉<sup>2\*</sup>

(1. 南京中医药大学, 南京 210046; 2. 南京中医药大学附属医院, 南京 210036)

**[摘要]** **目的:**建立清肺消痤颗粒的薄层鉴别方法,为质量标准的制定提供依据。**方法:**采用薄层色谱法对清肺消痤颗粒中黄芩、丹参、赤芍等所有饮片进行定性鉴别。**结果:**分别以含水量75%的微乳-甲酸(9.5:0.5),三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(40:5:10:0.2),苯-乙酸乙酯(19:1),石油醚-甲酸甲酯-甲酸(15:5:1)氯仿-甲醇(20:1),氯仿-乙醚(1:1),苯-丙酮(1:1)为黄芩、赤芍、丹参、虎杖、连翘、桔梗、浙贝母的展开剂,以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(20:4:0.5)为山楂和桃仁的展开剂;在聚酰胺薄膜或者硅胶板上展开,所得的薄层色谱斑点清晰,特征明显,阴性对照未见干扰。**结论:**所建立的方法专属性强,重复性好,可用于清肺消痤颗粒的定性鉴别。

**[关键词]** 清肺消痤颗粒; 薄层鉴别; 质量标准

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)18-0123-03

**[doi]** 10.11653/syfy2013180123

## TLC Method of Qingfeixiaocuo Granules

PANG Hui-ming<sup>1,2</sup>, LI Shuang<sup>1</sup>, FANG Lin<sup>1</sup>, MA Xing-miao<sup>1</sup>, LU Jia-jia<sup>1</sup>, LIU Zhi-hui<sup>2\*</sup>

(1. Nanjing University of Chinese Medicine, Nanjing 210046, China;

2. Affiliated Hospital of Traditional Chinese Medicine of Jiangsu Province, Nanjing 210036, China)

**[Abstract]** **Objective:** To establish identification method of Qingfeixiaocuo Granules by TLC and provide experimental basis for the quality control. **Method:** TLC was used to distinguish all Chinese herbal medicine in the prescription which contains *Scutellaria baicalensis*, *Salvia miltiorrhiza* and *Radix Paeoniae Rubrae* and so on. **Result:** 75% content of water microemulsion-formic acid (9.5:0.5), chloroform-ethyl acetate-methanol-formic acid (50:5:10:0.2), benzene-ethyl acetate (19:1), petroleum ether-methyl formate-formic acid (15:5:1), chloroform-methanol (20:1), chloroform-diethyl ether (1:1), benzene-acetone (1:1) were used as developing agent for *Scutellaria*, *Radix Paeoniae Rubra*, *Radix Salviae Mitiorrhizae* expansion agent, *Polygonum cuspidatum*, *Forsythia*, *Radix Platycodi*, *Bulbus Fritillariae Thunbergii* respectively, and toluene-ethyl acetate-formic acid (20:4:0.5) as the agent for hawthorn and wainut, which launched on the polyamide film or silica gel plate. The spots of TLC of all varieties were distinctive and there was no interfere with the negative reference. **Conclusion:** The methods are specific and reliable that can be used as qualitative identification for Qingfeixiaocuo Granules.

**[Key words]** Qingfeixiaocuo Granules; TLC; quality standard

痤疮是一种毛囊皮脂腺的慢性炎症性疾病,在临床上极为多见,好发于胸背、颜面等皮脂溢出部

位,严重影响患者的生活、工作及身心健康。清肺消痤颗粒是江苏省中医院临床经验方,由黄芩、丹参、赤芍等9味中药组成,具有清热解毒、凉血活血之功效,临床上用于痤疮的治疗,疗效显著。为建立该颗粒的质量标准,有效控制颗粒质量,本文对制剂中的所有饮片进行了薄层鉴别,为建立该制剂的质量控制提供了方法和依据。

### 1 材料

BP-211D型电子分析天平(德国赛多利斯公

**[收稿日期]** 20120907(008)

**[基金项目]** 江苏高校优势学科建设工程项目2011

**[第一作者]** 庞会明,硕士研究生, Tel: 15150569516, E-mail: szpanghuiiming@163.com

**[通讯作者]** \* 刘志辉,主任中药师,从事中药制剂开发及中药质量标准研究, Tel: 025-86529291, E-mail: liuzh1008@126.com

司),HH-4 型数显恒温水浴锅(国华电器有限公司),939 型全自动薄层铺板机(重庆南岸贝可特公司),KQ-1000E 型医用型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

清肺消痰颗粒由江苏省中医院制剂部提供(批号 20090312),黄芩、丹参、赤芍、桃仁、浙贝母、生山楂、桔梗对照药材(均购自中国药品生物制品检定所,批号分别为 120955-200607, 12093-200610, 121093-200402, 121560-200601, 120972-200404, 121055-200302, 121028-200608)。虎杖、连翘对照药材分别由江苏省中医院药学部周琴妹主任中药师鉴定为蓼科植物虎杖 *Polygonum cuspidatum* Sieb. et Zucc. 和木犀科植物连翘 *Forsythiasuspensa* (Thunb.) Vahl。硅胶 G,GF<sub>254</sub>(层析用,青岛海洋化工有限公司),黄芩、丹参、赤芍、桃仁、浙贝母、生山楂、桔梗、虎杖、连翘饮片购江苏、湖北、安徽等地,经江苏省中医院刘志辉主任中药师检验,均符合 2010 版《中国药典》(一部)项下相关要求和规定,其他试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 黄芩的薄层鉴别** 取清肺消痰颗粒 1 g 研细,加 50% 甲醇 10 mL 溶解,滤过,作为供试品溶液;另取黄芩对照药材 0.2 g,阴性对照颗粒 1 g,分别同法制成对照药材溶液和阴性对照溶液。照薄层色谱法试验,吸取上述 3 种溶液各 3  $\mu$ L,分别点于同一聚酰胺薄膜上,以含水量 75% 的微乳-甲酸(9.5:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,均匀喷洒 1% 氯化铝乙醇溶液,晾干后,置紫外灯(365 nm)下检视<sup>[1]</sup>。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,阴性对照未见干扰。

**2.2 赤芍的薄层鉴别** 取清肺消痰颗粒 5 g 研细,加乙醇 50 mL,振摇 5 min,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇 2 mL 使溶解,作为供试品溶液;另取赤芍对照药材 0.5 g,阴性对照颗粒 5 g,分别同法制成对照药材溶液和阴性对照溶液。照薄层色谱法试验,吸取上述 3 种溶液各 10  $\mu$ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(40:5:10:0.2)<sup>[2]</sup>为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 5% 香草醛硫酸溶液,105  $^{\circ}$ C 加热显色至清晰。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,阴性对照未见干扰。

**2.3 丹参的薄层鉴别** 取清肺消痰颗粒 3 g 研细,加水 20 mL 溶解,乙醚萃取 2 次,每次 10 mL,合并萃取液,蒸干,残渣加乙酸乙酯 1 mL 使溶解,作为供试

品溶液。另取丹参对照药材 1 g、阴性对照颗粒 3 g,分别同法制成对照药材溶液、阴性对照溶液。照薄层色谱法试验,吸取上述 3 种溶液各 10  $\mu$ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以苯-乙酸乙酯(19:1)为展开剂<sup>[3]</sup>,展开,取出,晾干。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,阴性对照未见干扰。

**2.4 虎杖的薄层鉴别** 取清肺消痰颗粒 3 g 研细,加甲醇 50 mL,超声处理 15 min,滤液蒸干,残渣加 2.5 mol·L<sup>-1</sup> 硫酸溶液 20 mL,水浴加热 30 min,放冷,用氯仿振摇提取 2 次,每次 20 mL,合并氯仿液,蒸干,残渣加三氯甲烷 2 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取虎杖对照药材 0.1 g、阴性对照颗粒 3 g,分别同法制成对照药材溶液、阴性对照溶液。照薄层色谱法试验,吸取上述 3 种溶液各 10  $\mu$ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚-甲酸甲酯-甲酸(15:5:1)<sup>[2]</sup>的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外灯(365 nm)下检视。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,阴性对照未见干扰。

**2.5 连翘的薄层鉴别** 取清肺消痰颗粒 10 g,研细,加乙醇 30 mL,水浴加热回流 1 h,放冷,滤过,作为供试品溶液。另取阴性对照颗粒 10 g 同法制成阴性对照溶液。另取连翘对照药材 2 g 加水水浴中浸渍 1 h,滤过,蒸干,残渣加乙醇 2 mL 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法试验,吸取上述 3 种溶液 10  $\mu$ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-甲醇(20:1)为展开剂<sup>[4]</sup>,取出,晾干,喷以 5% 香草醛硫酸溶液,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,阴性对照未见干扰。

**2.6 桔梗的薄层鉴别** 取清肺消痰颗粒 10 g,研细,加 7% 硫酸乙醇-水(1:3)混合液 40 mL,加热回流 3 h,放冷,用氯仿振摇提取 2 次,40 mL/次,合并氯仿液,加水 60 mL 洗涤,弃去洗液,氯仿液用无水硫酸钠脱水,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 2 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取桔梗对照药材、缺桔梗的阴性对照样品同法制成对照药材溶液、阴性对照样品溶液。照薄层色谱法试验,吸取上述 3 种溶液各 10  $\mu$ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-乙醚(1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10% 硫酸乙醇溶液,在 105  $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,阴性对照未见干扰。

**2.7 山楂的薄层鉴别** 取清肺消痰颗粒 10 g,研细,加水 50 mL 溶解,乙酸乙酯萃取(20 mL×2)合并萃取液,蒸至约 2 mL,作为供试品溶液。另取山楂对照药材 1 g、阴性对照颗粒 10 g,同法制成对照药材溶液、阴性对照溶液。照薄层色谱法试验,吸取上述 3 种溶液各 10  $\mu$ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(20:4:0.5)<sup>[2]</sup>为展开剂,取出,晾干,喷以 10% 硫酸乙醇溶液,80  $^{\circ}$ 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,阴性对照未见干扰。

**2.8 桃仁的薄层鉴别** 取清肺消痰颗粒 10 g,研细,加水 50 mL 溶解,乙酸乙酯萃取(20 mL×2),合并萃取液,蒸至约 2 mL,作为供试品溶液。另取桃仁对照药材 1 g、阴性对照颗粒 10 g,分别同法制成对照药材溶液、阴性对照溶液。照薄层色谱法试验,吸取上述 3 种溶液各 10  $\mu$ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(20:4:0.5)为展开剂,取出,晾干,喷以 10% 硫酸乙醇溶液,80  $^{\circ}$ 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,阴性对照未见干扰。

**2.9 浙贝母的薄层鉴别** 取清肺消痰颗粒 10 g,加甲醇 30 mL 回流提取 1 h,滤过,滤液蒸干,残渣加 0.1 mol·L<sup>-1</sup> 盐酸溶液 20 mL 使溶解,滤过,滤液加浓氨试液调 pH 9~10,用氯仿提取 2 次,每次 30 mL,合并氯仿液,蒸干,残渣加氯仿 0.5 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取浙贝母对照药材 1 g,缺浙贝母阴性样品 5 g,同法制成对照药材溶液,阴性样品溶液。照薄层色谱法试验,吸取上述溶液各 10  $\mu$ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以苯-丙酮(1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷稀碘化铋钾试液。供试品色谱中在与浙贝母对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,阴性未见干扰。

### 3 讨论

黄芩薄层鉴别有多种方法,如硅胶 G 薄层和聚酰胺(用普通展开剂展开)薄层鉴别等<sup>[5-6]</sup>,本文选择了聚酰胺-微乳法进行薄层定性鉴别。微乳液的成分配比:十二烷基硫酸钠(0.067),正丁醇(0.158),正庚烷(0.025),水(0.750);微乳结构为 O/W 型<sup>[7]</sup>。黄芩中主要成分黄芩苷<sup>[8-9]</sup>、黄芩素等分子结构中含有酚羟基<sup>[10]</sup>,调节展开系统为酸性,有利于其色谱展开;实验发现未加甲酸时,有拖尾现象,加入甲酸后,有效地抑制了拖尾现象的产生;甲酸浓度 5% 与 10% 结果一致,本试验选择甲酸浓度为 5% 微乳液与常用展开系统比较,分离效果显著

提高,斑点清晰,不拖尾,微乳液使斑点的荧光强度增强,检测的灵敏度也得以提高。而且温度(室温)和湿度对本法的薄层色谱无显著影响。中成药的成分复杂,部分含黄酮类有效成分的中成药质量标准,因处方组成复杂检出困难<sup>[11]</sup>,此种方法适合于部分黄酮类成分的分离,为分离鉴定黄酮类药物提供了一种简便、准确、高效的分析方法。

另外,在实验中发现连翘的鉴别若采用药典方法,供试品的斑点不够清晰。本实验在文献方法的基础上加以改进,以 5% 香草醛硫酸溶液显色,效果良好。赤芍、丹参、虎杖、山楂的鉴别采用了药典方法,供试品斑点清晰,阴性未见干扰。山楂的鉴别时发现若以水提取溶液作为供试品溶液,斑点不够清晰,将水提溶液用乙酸乙酯萃取,能去掉其他物质干扰,使斑点清晰。

中药复方制剂成分复杂,2 味不同的中药可能含有相同成分,仅以化学物质对照品难以区分。本文建立的薄层鉴别方法均采用对照药材,准确可靠,专属性强,能较好地控制清肺消痰颗粒的质量。

### [参考文献]

- [1] 康纯, 闻莉毓, 丁仲伯. 微乳薄层色谱用于黄酮类成分分离鉴定的研究[J]. 药物分析, 2000, 20(2):121.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社, 2010:148, 194, 29.
- [3] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:化学工业出版社, 2005:52, 196.
- [4] 申欣, 查娅妮. 风热感冒颗粒质量标准研究[J]. 中国药业, 2008, 17(9):25.
- [5] 陈明霞, 孙万晶, 王筱亮, 等. 消痰丸质量标准的研究[J]. 2006, 12(6):16.
- [6] 秦春梅, 刘友平, 鄢丹, 等. 九味羌活丸(浓缩丸)质量标准研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2003, 9(5):1.
- [7] 郎轶咏, 王强, 朱晓红. 微乳薄层色谱分离鉴别百叶消炎洗剂主要成分[J]. 中成药, 2011, 11(32):1196.
- [8] 肖兰, 王峰, 赵绪元. 复方清开灵注射液的效应物质探索[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(12):139.
- [9] 杨冬丽, 郑艳春, 黄飞龙, 等. 不同制备技术对新健胃片中黄芩苷稳定性的影响[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(12):50.
- [10] 汪文来, 邵志宏, 于智敏, 等. HPLC 测定芩萎颗粒中黄芩苷的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(11):116.
- [11] 郭浩杰. 2 种中药黄酮类成分的微乳薄层色谱鉴别[J]. 浙江中医杂志, 2010, 45(1):51.

[责任编辑 顾雪竹]