

## · 中药与天然药 ·

## 青果丸薄层色谱鉴别

赵晓春 葛智鑫 (河北省药品检验所, 石家庄 050011)

青果丸系由青果、金银花、黄芩、北豆根、麦冬、玄参、白芍、桔梗等组成。现已收入卫生部药品标准。但只有显微鉴别而此薄层色谱法鉴别金银花、黄芩、白芍的方法, 更以利全面控制药品质量。

## 1 仪器及药品

CQ-250 型超声波发生器(上海超声仪器厂)

D-101型大孔吸附树脂(天津制胶厂)

试剂为分析纯

样品: 1. 石家庄乐仁堂药厂, 批号: 900524

2. 承德市中药厂, 批号: 881021

3. 邯郸制药厂, 批号: 921102

4. 衡水地区制药总厂, 批号: 910302

绿原酸 黄芩甙 芍药甙均购自中国药品生物制品检定所。

## 2 实验方法和结果

2.1 供试品溶液制备: 取1丸, 剪碎, 加甲醇40 ml, 超声处理40 min, 滤过, 滤液蒸干。将残渣用20 ml 水溶解并转移到已处理好的D-101型大孔吸附树脂柱顶部(柱内径1.5 cm, 柱长15 cm, 湿法装柱, 依次先用乙醇-丙酮-乙醇-水预洗), 加水50 ml 洗脱, 弃去水洗液, 然后用20%乙醇50 ml、40%乙醇40 ml 依次洗脱, 分别收集洗脱液, 将20%乙醇洗脱液蒸干, 残渣加甲醇1 ml 使溶解, 作为供试品溶液A; 将40%乙醇洗脱液蒸干, 残渣加甲醇5 ml 使溶解, 作为供试品溶液B。

2.2 金银花的鉴别: 取绿原酸对照品, 加甲醇制成每1 ml 含1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。吸取供试品溶液A、对照品溶液和阴性对照品溶液各5  $\mu$ l, 分别点于同一硅胶G薄层板上, 以醋酸丁酯-甲酸-水(5:2.5:2.5)的上层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视, 供试品溶液A在与绿原酸对照品相应的位置上, 显相同的

天蓝色荧光斑点; 阴性对照品在相应位置上不显示斑点。(见图1)。

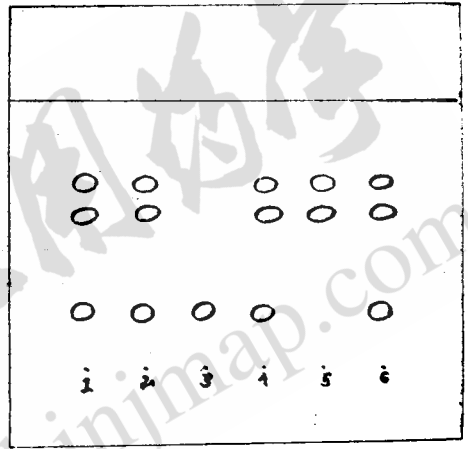


图1 金银花薄层色谱图

1. 样品1 2. 样品2 3. 绿原酸对照品  
4. 样品3 5. 阴性对照品 6. 样品4

2.3 白芍的鉴别: 取芍药甙对照品, 加甲醇制成每1 ml 含1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。吸取供试品溶液B、对照品溶液和阴性对照品溶液各5  $\mu$ l, 分别点于同一硅胶G薄层板上, 以氯仿-醋酸乙酯-甲醇-甲酸(40:5:10:0.2)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以5%香草醛的硫酸溶液, 热风吹至斑点清晰。供试品溶液B在与芍药甙对照品相应的位置上, 显相同的蓝色斑点; 阴性对照品在相应位置上不显示斑点(见图2)。

2.4 黄芩TLC鉴别: 取黄芩甙对照品, 加甲醇制成每1 ml 含1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。吸取供试品溶液B、对照品溶液和阴性对照品溶液各10  $\mu$ l, 分别点于同一用含4%醋酸钠的0.3%羧甲基纤维素钠制成的硅胶G薄层板上, 以醋酸乙酯-

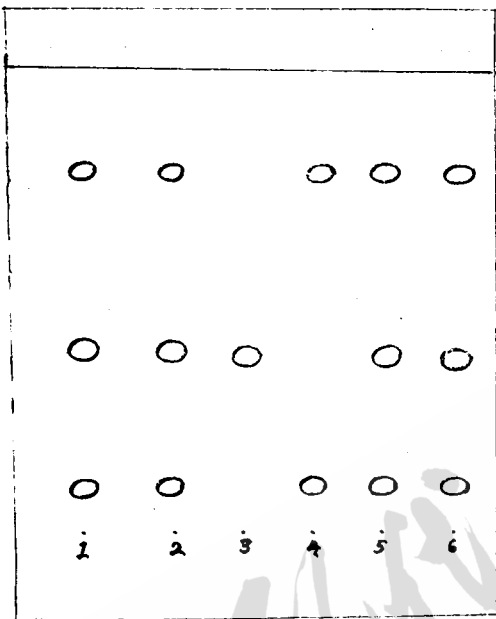


图2 白芍薄层色谱图

1. 样品1
2. 样品2
3. 芍药甙对照品
4. 阴性对照品
5. 样品3
6. 样品4

丁酮—甲酸—水(5:3:1:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以盐酸酸性5%三氯化铁乙醇溶液。供试品溶液B在与黄芩甙对照品相应的位置上, 显相同的黄绿色斑点, 阴性对照品在相应位置上不显示斑点(见图3)。

### 3 小结

3.1 鉴别大蜜丸中水溶性较大成份时 蜂蜜的干扰是常见的。我们采用D-101型大孔吸附树脂柱, 先用水洗脱除糖和蜂蜜, 然后用不同浓度乙醇顺次洗脱得到不同的供试品溶液。既除去杂质操作步骤又

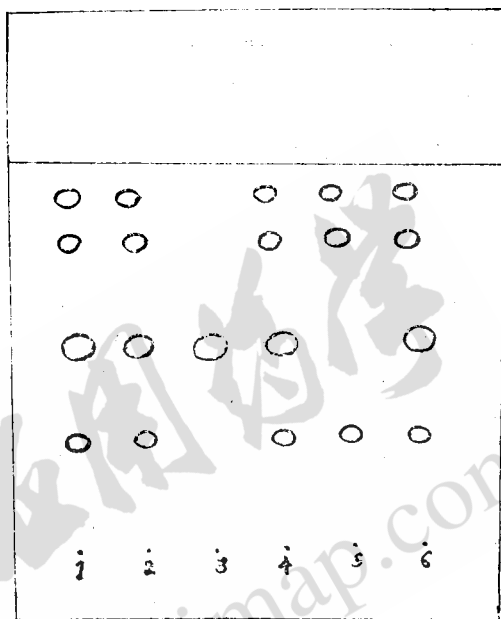


图3 黄芩薄层色谱图

1. 样品1
2. 样品2
3. 黄芩甙对照品
4. 样品3
5. 阴性对照品
6. 样品4

不过于繁琐。

3.2 金银花的展剂, 我们最初采用醋酸丁酯—甲酸—水(7:2.5:2.5)的上层溶液, 但斑点不甚园整, 略有拖尾。经多次实验, 正文展剂展开的图谱斑点清晰, 园整, 不拖尾。

3.3 黄芩的展剂, 我们最初采用正丁醇—冰醋酸—水(7:1:2), 但此展剂展开速度很慢, 图谱背景重, 斑点略拖尾。经多次实验, 正文展剂斑点清晰, 几乎没有背景。我们亦曾试验用不含醋酸钠的硅胶G板展开, 图谱斑点亦清晰, 只是略有扩散。