

脾胃乐糖浆中木香的薄层色谱法的改进研究

孙志胜, 戴洁, 周碧花

阳江市检测检验中心, 广东 阳江 529500

摘要: 目的 利用薄层色谱法进行脾胃乐糖浆木香的鉴别研究。方法 通过对供试品和对照品的制备、薄层板、点样量、展开剂、显色剂等, 在阳春市中医院药检人员提供的薄层色谱法的基础上进行改进。结果 改进后木香的薄层色谱得到了优化, 有效降低薄层鉴别中的干扰, 斑点分离清晰, 对比明显。结论 改进后的方法对木香的薄层色谱鉴别效果理想。

关键词: 木香; 薄层色谱; 改进; 研究

Study on Improvement of Thin Layer Chromatography of Muxiang in Piweile Syrup

Sun Zhisheng, Dai Jie, Zhou Bihua

Yangjiang City testing and inspection center, Yangjiang, Guangdong 529500

Abstract: Objective To study the identification of Liwei Le syrup with thin layer chromatography. Methods The preparation of test and control products, thin layer plate, sample size, development agent, color development agent, etc. were improved on the basis of thin layer chromatography provided by drug testers in Yangchun Hospital of Traditional Chinese Medicine. Results The improved TLC was optimized, the interference in TLC identification was reduced effectively, the spot separation was clear and the comparison was obvious. Conclusion The improved method is ideal for TLC identification.

Keywords: Muxiang; thin layer chromatography; improvement; study

脾胃乐糖浆是阳春市中医院自拟处方制成的药品制剂, 该制剂中木香气微香, 味微苦, 具有行气止痛, 健脾消食的作用^[1]。该制剂具有清热解毒, 止血祛湿, 行气止痛的作用。临床上主要用于治疗肠胃湿热, 菌痢, 阿米巴痢, 结肠炎。但该院制剂在制定标准时, 出现了薄层色谱法鉴别木香时不够理想, 分离不够清晰, 杂质有干扰, 对比不明显等一系列问题。因此, 对该制剂木香薄层色谱鉴别中供试品和对照品的制备、薄层板、点样量、展开剂、显色剂等进行了改进^[2]。

一、薄层色谱的优势

(一) 提供直观的可见光或荧光图像^[3]

(二) 专属性明显^[3]

三氯化铝是黄酮类化合物检测的常用试剂, 碘化铋钾专用于生物碱成分的鉴定, 三氯化铁则作为酚羟基化合物的特征指示剂, 而醋酐硫酸则专门用于识别三萜类及甾醇类化合物。

(三) 设备简单、操作简便、分离速度快^[4]

(1) 设备简易性显著, 仅需薄层板、层析缸及展开剂等基本组件, 成本经济实惠。

(2) 操作便捷, 只要符合 TLC (薄层色谱) 的基本条件, 实验不受时空局限, 易于实施, 且结果直接显现于薄层色谱板上。

(3) 分离效率高, 得益于薄层板的紧凑设计, 仅需数分钟即可获得实验结果^[4]。

(四) 同板多个样品平行比较

能够同时处理多样本分离, 且色谱图像色彩鲜明, 直观呈现

结果, 便于快速鉴别^[4]。在同一块薄层板上, 能够实现药材不同部位的质量控制策略的建立^[5]、不同产地药材评价^[6]、近缘品种鉴别^[7]、炮制前后比较^[8]等。

(五) 展开剂的广泛适用性

多种有机溶剂系统可供选择用于展开过程, 其中涵盖甲苯、氯仿、己烷、正丁醇和乙酸乙酯等多种系列。这些溶剂系统可以根据其性质分为酸性、碱性和中性三类; 同时, 根据极性的不同, 也可以分为高极性、中等极性和低极性三种体系, 以适应不同的需求。

(六) 处方, 见表 1

表 1 脾胃乐糖浆的处方

药材	用量/g	药材	用量/g	药材	用量/g
党参	100	白术	25	砂仁	30
香附	25	厚朴	50	木香	50
神曲	100	陈皮	40	鸡内金	100
枳壳	25	莪术	50	甘草	25
法半夏	50	麦芽(炒)	100		

(七) 制剂制法

将以上十四味，将陈皮、木香、砂仁低温干燥后粉碎，置蒸馏器内加适量水润湿后，加热蒸馏，收集蒸馏液约125ml，备用。取神曲用纱布包好与其余党参等十味药盒蒸馏后的药渣和药液加水一起煎煮二次，每次2小时，合并煎煮液，过滤，静置过夜。吸取上清液，浓缩至适量，过滤，加入防腐剂苯甲酸钠3g，蔗糖450g，煮沸，过滤，加入上述蒸馏液，加水至1000ml，搅匀，分装即得。

二、方法与改进

(一) 原薄层色谱法(长春市中医院药检人员提供)

1. 供试品溶液的制备:

取本品20ml置分液漏斗中，加乙醚缓缓振摇提取2次，每次30ml，静置，分取乙醚层，合并两次乙醚液置蒸发皿中挥干乙醚，残渣加甲醇1ml使溶解，即得。

2. 对照药材溶液的制备:

取木香对照药材1g，加乙醚20ml，超声处理20分钟，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇1ml使溶解，即得。

3. 薄层板:

CMC-NA 硅胶 G 薄层板。

4. 展开剂:

甲苯-醋酸乙酯(19:1)。

5. 点样量:

供试品和对照品各10 μ l。

6. 显色剂:

喷以5%香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰。

7. 结果:

见图4.1:

1 2 3 4



1、2 -- 供试液(脾胃乐制剂木香样品液); 3、4 -- 木香对照药材

从以上木香薄层色谱图可以看出，该木香薄层色谱图有3个问题：(1) 该薄层板为手铺板，薄层板上加入 CMC-NA 粘合剂的浓度不够，薄层板上的硅胶 G 有脱落；(2) 脾胃乐制剂木香样品液斑点模糊不清；(3) 木香对照药材液分离不清。

(二) 第1次改进方法

1. 供试品溶液的制备:

取本品100ml，加乙醚30ml，超声处理10分钟，静置5分钟，分取乙醚液，挥干，残渣加三氯甲烷1ml使溶解，即得。

2. 对照药材溶液的制备:

取木香对照药材1g，加乙醚10ml，同供试品溶液的制备方法制备，即得。

3. 薄层板:

德国 Merck 公司预制板(10 \times 10cm)。

4. 点样量:

样品液2 μ l、对照药材液10 μ l。

5. 展开剂:

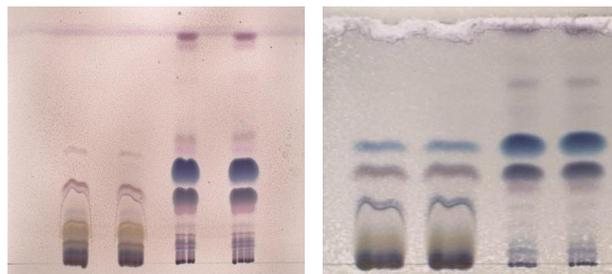
三氯甲烷-环己烷(10:2)。

6. 显色剂:

喷于2%香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰。

7. 结果:

见图4.2。



>图4.2 脾胃乐糖浆木香 TLC图

1 2 3 4 5 6 7 8

1、2、5、6-- 样品液; 3、4、7、8-- 对照药材液

从以上木香薄层色谱图可以看出，薄层板完整无脱落，色彩对比明显，斑点分离效果比较理想，但是制剂样品液的起始部分有些杂质未能除去，所以有点模糊不清。因其不影响目标斑点的鉴别，故可以作为木香鉴别项。

(三) 第2次改进方法

1. 仪器、耗材和试剂:

(1) KQ3200DV型数控超声波清洗器，功率：150W，频率：40KHZ 昆山市超声仪器有限公司；TH-II型数控数薄层色谱加热器，功率：350W(MAX) 上海科哲生化科技有限公司。(2) 德国 Merck 公司预制板(10 \times 10cm)。(3) 乙醚、三氯甲烷、环己烷为分析纯。

2. 供试品溶液的制备:

取本品200ml，加乙醚30ml，超声处理10分钟，静置5分钟，分取乙醚液，过中性氧化铝柱(内径1cm，柱高3cm)，收集乙醚液，挥干，残渣加三氯甲烷1ml使溶解，即得。

3. 对照药材溶液的制备:

取木香对照药材1g，加乙醚10ml，同供试品溶液的制备方法制备，即得。

4. 薄层板:

德国 Merck 公司预制板(10 \times 10cm)。

5. 点样量:

供试品溶液10 μ l、对照药材溶液10 μ l。

6. 展开剂:

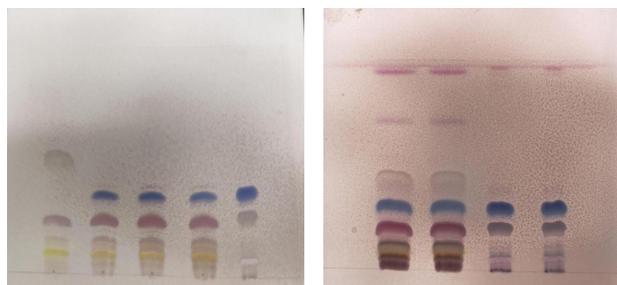
三氯甲烷-环己烷(10:2)。

7. 显色剂:

喷以2%香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰。

8. 结果:

见图4.3。



>图4.3 脾胃乐糖漿木香 TLC图

1 2 3 4 5 6 7 8 9
5--无木香供试品；1、2、6、7、8--有木香供试品；3、4、9--木香对照药材

从以上木香薄层色谱图可以看出，薄层色谱图效果理想，薄层板上起始点附近的斑点能够分开且清晰，色彩丰富，蓝色斑点为去氢木香羟内酯成分。

三、分析与讨论

1.从图4.1可以看出4个问题：（1）由于该薄层板为手铺板，薄层板加入的CMC-Na粘合剂的浓度不够，故薄层板上的硅胶G有脱落；（2）由于该制剂取样量少而且有杂质，故该制剂木香样品液斑点模糊；（3）木香对照药材分离不清；（4）由于木香是脂溶性溶剂，使用甲醇作溶媒不好，所以需使用脂溶性溶剂三氯甲烷作提取溶剂。

2.从图4.2可以看出：（1）使用德国Merck公司预制板（10×10cm），薄层板完整无脱落；（2）斑点分离比较理想，因其增加了样品取样量并对其进行超声处理，把甲醇换成三氯甲烷，展开剂换成三氯甲烷-环己烷（10:2），显色剂换成2%香草醛硫酸溶液，所以斑点分离效果比较理想，但制剂样品液起始部

分还有些杂质未除去，所以有点模糊不清，因其不影响目标斑点的鉴别，故可以作为木香鉴别项。

3.从图4.3可以看出：该木香薄层色谱图效果理想，因其对样品前处理液经过中性氧化铝柱的纯化，所以薄层板上起始点附近的斑点能够分开，色彩丰富，对比明显，蓝色斑点为去氢木香羟内酯成分。

4.中药制剂前处理液常常需要通过氧化铝柱来纯化。氧化铝柱因其对极性基团化合物的强吸附特性，更适合作为分离工具，用于提取不易被吸附的中性皂苷、脂肪酸甘油酯等低极性成分。所以该样品前处理液通过中性氧化铝柱（100~200目）可以纯化样品液，除去部分黄酮、弱有机酸、糖类物质，但不能使用碱性氧化铝柱，因碱性氧化铝会破坏去氢木香羟内酯成分^[9-10]。

四、结论

改进后的该制剂木香的薄层色谱法：取脾胃乐糖漿200ml，加乙醚50ml超声10分钟，分取乙醚液挥干，残渣用三氯甲烷5ml溶解，转移至中性氧化铝柱（100~200目，5g，内径1.5cm，干法装柱）上洗脱，收集洗脱液，挥至约1ml作为供试品溶液，另取木香0.5g对照药材，加乙醚10ml超声10分钟滤过，滤液作为对照药材溶液。遵循《中国药典》四部通则的薄层色谱法步骤，分别吸取10微升的供试品溶液与对照药材溶液，点于同一硅胶G薄层板上。使用三氯甲烷与环己烷以5:1的比例混合作为展开溶剂进行色谱展开。展开结束后，取出薄层板晾干，再喷以2%香草醛硫酸溶液，并通过加热使斑点清晰显现。在比较供试品与对照品的色谱图时，应能在对应位置上观察到颜色一致的斑点。改进后木香的薄层色谱得到了优化，有效降低薄层鉴别中的干扰，斑点分离清晰，对比明显，效果理想。

参考文献

- [1] 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. 2020.63.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典：四部 [M]. 北京：中国医药科技出版社. 2020.(通则 0502).
- [3] 解育静. 薄层色谱在中药中的研究 [J]. 科技信息（学术研究），2008（36）：197.
- [4] 邓哲，荆文光，刘安. 薄层色谱法在当前中药质量标准中的应用探讨 [J]. 中国实验方剂学杂志，2019，25（07）：201-206.
- [5] 刘春花，潘洁，孙佳，等. 紫薇不同部位药材质量控制方法 [J]. 中国实验方剂学杂志，2018，24（9）：64-69.
- [6] 朱迪，谭丹，谢玉敏，等. 不同产地天麻药材薄层色谱指纹图谱分析 [J]. 中国实验方剂学杂志，2015，21（5）：75-78.
- [7] 屈敏红，李倩，伍彩虹，等. 草豆蔻及其近缘种药用植物的高效薄层色谱指纹图谱研究 [J]. 中国药学杂志，2018，53（4）：258-262.
- [8] 刘美廷，李倩，屈敏红，等. 何首乌与制首乌的高效薄层色谱指纹图谱研究 [J]. 华西药学期刊，2018，33（2）：193-196.
- [9] 杨志梅，孟春丽. 小儿脾胃乐颗粒治疗小儿厌食症 [J]. 长春中医药大学学报，2014，30(05):927-929.
- [10] 林连美，刘建忠，向希雄. 小儿脾胃乐治疗小儿厌食症（脾失健运证）的临床研究 [J]. 湖北中医杂志，2013，35(11):9-10.