

## 紫金透骨喷雾剂的薄层鉴别方法研究\*

周雯, 李翠兵, 李勇军, 王爱民, 兰燕宇, 王永林\*\*

(贵阳医学院药学院, 贵州 贵阳 550004)

**[摘要]** 目的: 建立民族药紫金透骨喷雾剂的薄层鉴别方法。方法: 采用薄层色谱法对紫金透骨喷雾剂中的紫金莲、龙血竭、白及、透骨香、松节油、冰片 6 味药材进行定性鉴别。结果: 在薄层色谱中分别检出紫金莲、龙血竭、白及、透骨香、松节油、冰片的特征斑点, 阴性对照无干扰。结论: 薄层色谱法可用于紫金透骨喷雾剂的质量控制。

**[关键词]** 紫金透骨喷雾剂; 主成分分析; 色谱法, 薄层

**[中图分类号]** R927.2 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1000-2707(2012)03-0242-03

### Identification of Zijintougu Spray with Thin Layer Chromatography

ZHOU Wen, LI Cuibing, LI Yongjun, WANG Aiming, LAN Yanyu, WANG Yonglin\*\*

(Department of Pharmacology, Guiyang Medical College, Guiyang, Guizhou 550004, China)

**[Abstract]** **Objective:** To establish thin layer chromatography (TLC) method for identification of Zijintougu spray. **Methods:** *Radix ceratostigmae*, dragon's blood, *Rhizoma bletillae*, *Gaultheria yunnanensis*, turpentine and *borneolum* in Zijintougu spray were identified by TLC method. **Results:** In the TLC, these six medicinal materials had characteristic spots, There were no corresponding spots at the same site in negative sample. **Conclusions:** TLC is simple, reliable with strong specificity and good reproducibility for quality control of Zijintougu spray.

**[Key words]** Zijintougu spray; principal component analysis; chromatography, thin layer

紫金透骨喷雾剂是由紫金莲、龙血竭、白及、透骨香、松节油、冰片 6 味中药采用现代制剂提取技术富集有效成分精制而成的外用喷雾剂<sup>[1,2]</sup>, 处方源于苗族经典验方<sup>[3]</sup>, 民间应用多年, 具有活血散瘀、消肿止痛、舒筋通络的功效, 用于跌打损伤、红肿疼痛、风湿关节疼痛等急性闭合性软组织损伤的治疗。为保证制剂质量的有效性和质量可控性, 确保临床患者用药的安全有效, 2008 年 3 月以来采用薄层色谱法对紫金透骨喷雾剂的主要药味进行了定性鉴别, 结果表明该方法简便, 专属性强, 对控制产品质量具有实用价值。

## 1 材料与仪器

### 1.1 实验仪器 TCQ-250 型超声波清洗器(北京

医疗设备厂)、JA1203 型电子天平(上海天平仪器厂), 电热恒温水浴锅(上海衡平仪器仪表厂), Linomat-5 半自动点样器和 REPROSTAR 3 薄层色谱成像系统(瑞士卡玛)。

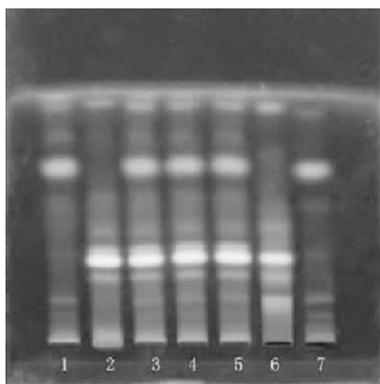
**1.2 药品与试剂** 紫金透骨喷雾剂(贵州省中药民族药研究开发中心提供, 批号 20080313, 20080318, 20080320), 对照药材紫金莲、龙血竭、透骨香、白及、冰片(中国药品检验检定所, 批号 121257 - 20050, 121252 - 200502, 121292 - 200402, 121262 - 200402, 0743 - 8902), 对照品  $\alpha$ -蒎烯(中国药品检验检定所, 批号 897 - 200001), 硅胶 G 薄层板(青岛海洋化工厂), 其它试剂均为分析纯。

\*[基金项目] 贵州省中药现代化科技产业研究开发专项基金项目[黔科合中药字(2011)508 号、黔科合中药专字(2007)5016 号], 贵州省科技厅科技计划项目[黔科合计工字(2009)4001], 贵阳市科学技术计划项目[(2009)筑科中合同字第 9-3-04 号], 贵州省科技厅创新人才团队专项基金项目。

\*\* 通讯作者 E-mail: gywyl@gmc.edu.cn

## 2 方法与结果

**2.1 紫金莲和龙血竭的薄层色谱鉴别** 取紫金透骨喷雾剂作为供试品溶液。另取紫金莲对照药材 1 g,加乙醇 5 ml,超声处理 15 min,滤过,滤液作为对照药材溶液;取龙血竭对照药材,加乙醇制成每 1 ml 含 5 mg 的溶液,作为对照药材溶液;再分别配制不含紫金莲、龙血竭药材的模拟紫金透骨喷雾剂作为阴性对照溶液。照薄层色谱法(中国药典 2005 年版一部附录 VI B)试验<sup>[4]</sup>,吸取上述 3 种溶液各 4  $\mu$ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,使成条带状,以甲苯-三氯甲烷-甲醇(8:6:1.5)为展开剂,展开后取出晾干,置紫外光灯(365 nm)下视检,供试品在与对照药材色谱相应位置上显相同颜色的荧光条斑,阴性对照无干扰。结果见图 1。



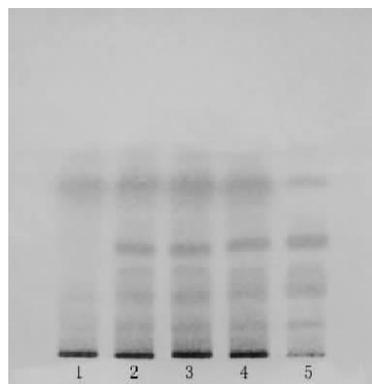
1. 缺龙血竭阴性;2. 缺紫金莲阴性;3~5. 3 批制剂;  
6. 龙血竭对照药材;7. 紫金莲对照药材

图 1 紫金莲、龙血竭 TLC 图谱

Fig. 1 TLC of *Radix ceratostigmae* and dragon's blood

**2.2 白及的薄层色谱鉴别** 取本品作为供试品溶液。另取白及对照药材 0.5 g,加乙醇 3 ml,超声处理 15 min,滤过,滤液作为对照药材溶液;再配制不含白及药材的模拟紫金透骨喷雾剂作为阴性对照溶液。照薄层色谱法(中国药典 2005 年版一部附录 VI B)试验<sup>[4]</sup>,吸取上述两种溶液各 5  $\mu$ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,使成条带状,以三氯甲烷-丙酮(8:2)为展开剂,展开后取出晾干,喷以 10% 的硫酸乙醇溶液,在 105  $^{\circ}$ C 加热至斑点清晰。供试品在与对照药材色谱相应的位置上显相同颜色的条斑,阴性对照无干扰。结果见图 2。

**2.3 透骨香的薄层色谱鉴别** 取本品 10 ml,蒸干,残渣加水 20 ml,微热溶解,用氢氧化钠试液调节 pH 值至 8~9,用三氯甲烷提取两次,每次

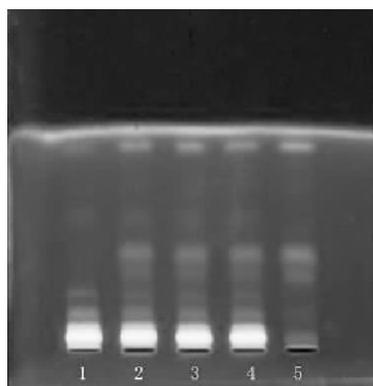


1. 缺白及阴性;;2~4. 三批制剂;5. 白及对照药材

图 2 白及 TLC 图谱

Fig. 2 TLC of *Rhizoma bletillae*

15 ml,弃去三氯甲烷液,水层用稀盐酸调节 pH 值至 2~3,用乙酸乙酯 20 ml 提取,分取乙酸乙酯层,蒸干,残渣加甲醇 1 ml 使溶解,作为供试品溶液<sup>[5]</sup>。另取透骨香对照药材 0.5 g,加乙醇 10 ml,加热回流 1 h,滤过,滤液蒸干,残渣加水 20 ml,微热溶解,以下操作同供试品溶液制备方法制备对照药材溶液。再配制不含白及药材的模拟紫金透骨喷雾剂,同供试品溶液制备方法制备对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2005 年版一部附录 VI B)试验<sup>[4]</sup>,吸取上述两种溶液各 10  $\mu$ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,使成条带状,以三氯甲烷-丙酮(9:1)为展开剂,展开后取出晾干,置紫外光灯(365 nm)下视检。供试品在与对照药材色谱相应位置上显相同颜色的荧光条斑,阴性对照无干扰。结果见图 3。



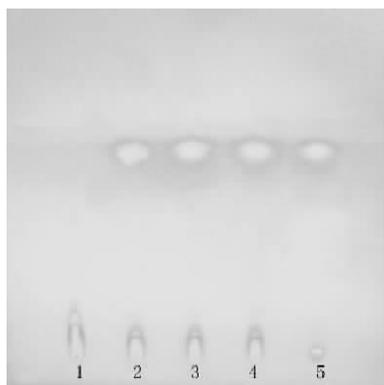
1. 缺透骨香阴性;;2~4. 三批制剂;5. 透骨香对照药材

图 3 透骨香 TLC 图谱

Fig. 3 TLC of *Gaultheria yunnanensis*

**2.4 松节油的薄层色谱鉴别** 取本品 10 ml,加正己烷 1 ml 提取,正己烷层作为供试品溶液。另取

$\alpha$ -蒎烯对照品,加乙醇制成每 1 ml 含 80 mg 的溶液作为对照品溶液。再配制不含松节油药材的模拟紫金透骨喷雾剂,同供试品溶液制备方法制备对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2005 年版一部附录 VI B)试验<sup>[4]</sup>,吸取上述两种溶液各 3  $\mu$ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正己烷为展开剂,展开后取出晾干,喷以 0.1% 荧光素乙醇溶液,置 5% 溴的三氯甲烷溶液中熏至斑点清晰。供试品在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,阴性对照无干扰。结果见图 4。



1. 缺松节油阴性;2~4. 三批制剂;5.  $\alpha$ -蒎烯对照溶液

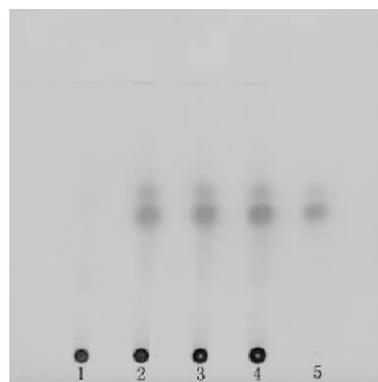
图 4 松节油 TLC 图谱

Fig. 4 TLC of turpentine

**2.5 冰片的薄层色谱鉴别** 取本品 1 ml,加乙醇稀释至 5 ml,作为供试品溶液<sup>[6]</sup>。另取冰片对照品,加乙醇制成每 1 ml 含 2 mg 的溶液,作为对照品溶液;再配制不含冰片药材的模拟紫金透骨喷雾剂,同供试品溶液制备方法制备对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2005 年版一部附录 VI B)试验<sup>[4]</sup>,吸取上述溶液各 5  $\mu$ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯(20:1)为展开剂,展开后取出晾干,喷以香草醛硫酸试液,在 105  $^{\circ}$ C 加热至斑点清晰。供试品在与对照品色谱相应位置上,显相同颜色的斑点,阴性对照无干扰。结果见图 5。

### 3 讨论

实验采用经济、简便、直观性强的薄层色谱法,对制剂中的紫金莲、龙血竭、白及、透骨香、松节油、冰片进行了鉴别,运用与药物功能主治相一致的活性成分、对照药材和阴性样品随行对比的方法,提高其复方的质量控制水平,改变了某些药味既无定性鉴别又无含量测定的状况。经多次试验表明,6 味成分斑点分离清晰,重现性好,阴性对照无干扰,



1. 缺冰片阴性;;2~4. 三批制剂;5. 冰片对照溶液

图 5 冰片 TLC 图谱

Fig. 5 TLC of Borneolum

可全面、客观控制紫金透骨喷雾剂的质量,是专属性强、重现性良好的定性分析方法。

展开剂的选择和优化主要考虑了溶剂的极性和溶剂的选择性,前者要求使欲分离的主要物质能在  $R_f$  值 0.3~0.7 的范围内,后者要求达到最佳的分度度<sup>[7]</sup>。本实验紫金莲和龙血竭的鉴别中,由于两种药材化学成分的差别,在同一色谱条件下,使得紫金莲药材的主要斑点  $R_f$  值偏高,但是考虑到其分离效果良好,阴性无干扰,故仍选用上述展开剂分离。

### 4 参考文献

- [1] 郑林,王爱民,黄勇,等. GC 法测定紫金透骨喷雾剂中龙脑的含量及稳定性[J]. 中国药房,2011(27):2551-2552.
- [2] 郑林,王爱民,黄勇,等. 高效液相色谱法测定紫金透骨喷雾剂中白花丹醌[J]. 中国实验方剂学杂志,2010(17):67-68,71.
- [3] 王爱民,兰燕宇,黄勇,等. 紫金透骨喷雾剂中双[4-( $\beta$ -D-吡喃葡萄糖氧)苄基]-2-异丁基苹果酸酯含量测定[J]. 贵阳医学院学报,2010(6):564-566
- [4] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京:化学工业出版社,2005. 109.
- [5] 徐树芸. 贵州十种民族药的应用研究[J]. 世界科学技术-中医药现代化,2008(6):73-78.
- [6] 李萍,赵鲁青. 子宫锭中血竭、冰片的薄层色谱鉴别[J]. 中国药业,2006(12):51-52.
- [7] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典中药薄层色谱彩色图集[M]. 广东科技出版社,1993:3-14.

(2012-03-06 收稿,2012-04-16 修回)

编辑:潘 娅