

祛湿止痒洗液薄层色谱鉴别研究

席永宽, 丁小凡, 张贺廷*

阜阳市中医医院, 安徽 阜阳

收稿日期: 2022年8月3日; 录用日期: 2022年9月12日; 发布日期: 2022年9月19日

摘要

目的: 建立祛湿止痒洗剂的薄层色谱鉴别(TLC)方法。方法: 采用TLC法对祛湿止痒洗液中马齿苋、苦参、和地榆进行定性鉴别。结果: 马齿苋、苦参和地榆薄层色谱斑点清晰, 阴性对照无干扰, 不同型号色谱板均能较好地鉴别出几种药材。结论: 本试验所用方法简单、准确性高、重复性好, 可用于祛湿止痒洗剂的薄层鉴别质量控制。

关键词

祛湿止痒, 马齿苋, 苦参, 地榆, 薄层色谱鉴别

Study on TLC Identification of Dehumidification and Antipruritic Lotion

Yongkuan Xi, Xiaofan Ding, Heting Zhang*

Fuyang Hospital of TCM, Fuyang Anhui

Received: Aug. 3rd, 2022; accepted: Sep. 12th, 2022; published: Sep. 19th, 2022

Abstract

Objective: To establish a TLC method for the identification of dehumidification and antipruritic lotion. **Methods:** Purslane, *Sophora flavescens* and *Sanguisorba officinalis* in dehumidification and antipruritic lotion were qualitatively identified by TLC. **Results:** The TLC spots of Purslane, *Sophora flavescens* and *Sanguisorba officinalis* were clear, and the negative control had no interference. Different types of chromatographic plates could better identify several medicinal materials. **Conclusion:** The method used in this test is simple, accurate and repeatable, and can be used for the TLC identification and quality control of dehumidification and antipruritic lotion.

*通讯作者。

Keywords

Dehumidification and Antipruritic, Purslane, *Sophora flavescens*, *Sanguisorba officinalis*, TLC Identification

Copyright © 2022 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

祛湿止痒方为我院皮肤科传统经方，方中有马齿苋、苦参、地榆、百部按照一定比例组成。方中马齿苋为君药，以苦参为臣药，辅以百部、地榆。其具有清热凉血，祛湿止痒的功效，尤其对血热引起的皮肤瘙痒、红斑、脱屑等具有较好的治疗效果。本品作为一种皮肤科外治法中药洗剂，一直为我院皮肤科治疗皮肤病的良方，临床疗效较好，不良反应小，原方为汤剂，经皮肤科开具后有患者自行熬制后涂擦于患病处，但由于煎煮后使用较麻烦，且煎煮后的药液保存不当极易导致质量问题，出现霉变及质量不稳定情况，且患者使用不便。为进一步加强祛湿止痒质量控制，保证产品质量及临床应用，以更加方便患者使用和携带，经我院药事会研究，我院制剂室对祛湿止痒方进行了工艺与质量标准研究，预制成便于患者携带的外用洗剂。

薄层色谱技术方法可靠，能较准确地鉴别出中药饮片，特别是中成药中中药材。2020版《中药药典》记载的中成药中绝大多数均采用了薄层色谱鉴别技术。本试验采用薄层色谱鉴别(TLC)对祛湿止痒方中主要药材进行鉴别，以更好控制其质量，保证患者用药安全。

2. 仪器与试药

2.1. 仪器

梅特勒 ME55 十万分之一分析天平(瑞士梅特勒公司); JK-DY300 型超声波清洗器(输出功率 300 W, 工作频率 40 kHz; 合肥金尼克机械制造有限公司); 数显恒温水浴锅(上海市力辰邦西数显恒温水浴锅, 功率 800 KW); 双层薄层展开缸。

2.2. 试药

本研究所用对照品：马齿苋、苦参、地榆、百部对照药材；对照药材：盐酸小檗碱、氧化苦参碱；分析纯：甲醇、甲酸、三氯甲烷、正丁醇、甲苯等，详见表 1。

Table 1. Batch number of reference materials and reference medicinal materials
表 1. 对照品及对照药材批号

对照品及对照药材	批号
马齿苋	121598-201603
苦参	121019-201708
地榆	121286-201703
百部(直立百部)	121588-201502
盐酸小檗碱	110713-201814
氧化苦参碱	110780-201909

3. 定性鉴别研究

3.1. 马齿苋薄层鉴别

硅胶板：高效硅胶 G 板，安徽良辰硅园材料有限公司，规格：100 × 100，批号：20190527；

普通硅胶 G 板，青岛海洋化工有限公司，规格：100 × 100，批号：20190916。

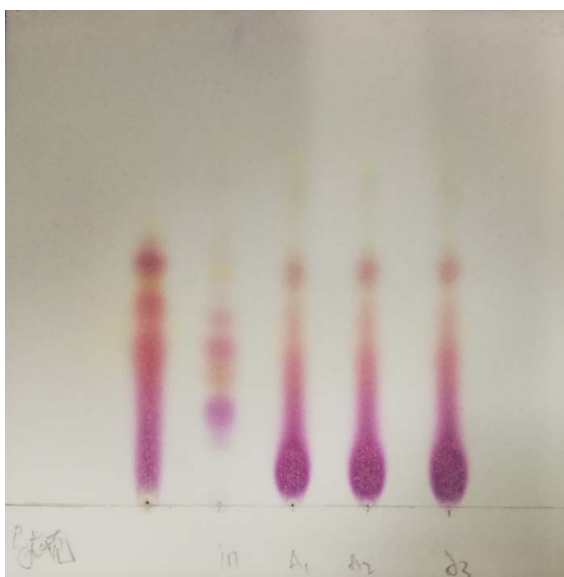
关于马齿苋薄层色谱鉴别，本研究采用 2020 版《中国药典》中马齿苋鉴别方法[1]。具体方法详见表 2。

Table 2. TLC identification methods of *Portulaca oleracea*

表 2. 马齿苋薄层色谱鉴别方法

溶液制备		实验	
物品	制备方法	试验方法	实验步骤
对照药材	取 2 g 马齿苋，加 20 ml 水，加入甲酸将 pH 值调为 3~4，冷浸 3 小时，过滤，将滤液蒸干，往残渣中加 5 ml 水使其溶解，制成对照药材溶液。	薄层色谱法 (通则 0502)	吸取上述两种溶液各 1~2 μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以水饱和和正丁醇 - 冰醋酸 - 水(4:1:1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 0.2% 茚三酮乙醇溶液，在 110℃ 加热至斑点显色清晰。
样品	取祛湿止痒样品 20 ml，加甲酸调节 pH 值至 3~4，冷浸 3 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加水 5 ml 使溶解，作为供试品溶液。		
阴性样品	取不含马齿苋的祛湿止痒阴性样品 20 ml，加甲酸调节 pH 值至 3~4，冷浸 3 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加水 5 ml 使溶解，作为阴性样品溶液。		

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，见图 1。



注：从左至右一，1 马齿苋对照药材；2 阴性对照；3~5 祛湿止痒样品(批号：20200901、20200902、20200903)。

Figure 1. Identification of purslane in dehumidification and antipruritic lotion by TLC

图 1. 祛湿止痒洗剂中马齿苋薄层色谱鉴别

3.2. 地榆鉴别

硅胶板：高效硅胶 G 板，安徽良辰硅园材料有限公司，规格：100 × 100，批号：20190527；

普通硅胶 G 板，青岛海洋化工，规格：100 × 100，批号：20190916。

关于地榆薄层色谱鉴别，本研究采用 2020 版《中国药典》中地榆鉴别方法[2]。具体方法详见表 3。

Table 3. TLC identification method of *Sanguisorba officinalis*

表 3. 地榆薄层色谱鉴别方法

物品	溶液制备		实验	
	制备方法	试验方法	实验步骤	
对照药材	取本品粉末 2 g，加 10% 盐酸的 50% 甲醇溶液 50 ml，加热回流 2 小时，放冷，滤过，滤液用盐酸饱和的乙醚振摇提取 2 次，每次 25 ml，合并乙醚液，挥干，残渣加甲醇 1 ml 使溶解，作为对照药材溶液。	薄层色谱法 (通则 0502)	吸取供试品溶液 5~10 μl、对照品溶液 5 μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯(用水饱和)-乙酸乙酯-甲酸(6:3:1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 1% 三氯化铁乙醇溶液。	
样品	取祛湿止痒洗剂 10 ml，加 10% 盐酸的 50% 甲醇溶液 50 ml，加热回流 2 小时，放冷，滤过，滤液用盐酸饱和的乙醚振摇提取 2 次，每次 25 ml，合并乙醚液，挥干，残渣加甲醇 1 ml 使溶解，作为供试品溶液。			
阴性样品	取不含地榆的祛湿止痒洗剂 10 ml，加 10% 盐酸的 50% 甲醇溶液 50 ml，加热回流 2 小时，放冷，滤过，滤液用盐酸饱和的乙醚振摇提取 2 次，每次 25 ml，合并乙醚液，挥干，残渣加甲醇 1 ml 使溶解，作为阴性样品溶液。			

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，见图 2。



注：从左至右一，1 地榆对照药材；2 阴性对照；3~5 祛湿止痒样品(批号：20200901、20200902、20200903)。

Figure 2. TLC identification of *Sanguisorba officinalis* in dehumidification and antipruritic lotion

图 2. 祛湿止痒洗剂中地榆薄层色谱鉴别

3.3. 苦参鉴别

硅胶板：2%氢氧化钠硅胶 G 板，青岛海洋化工，规格：100×100，批号：20190916。

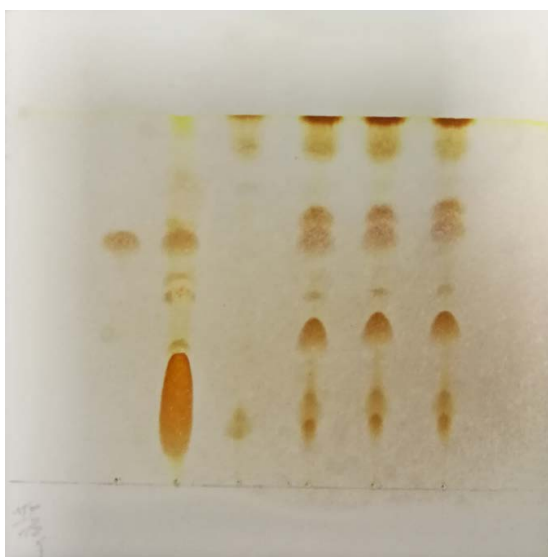
关于地苦参薄层色谱鉴别，本研究采用 2020 版《中国药典》中地榆鉴别方法[3]。具体方法详见表 4。

Table 4. TLC identification method of *Sophora flavescens*

表 4. 苦参薄层色谱鉴别方法

溶液制备		实验	
物品	制备方法	试验方法	实验步骤
对照药材	取苦参对照药材 0.5 g，加浓氨试液 0.3 ml、三氯甲烷 25 ml，放置过夜，滤过，滤液蒸干，残渣加三氯甲烷 0.5 ml 使溶解，作为对照药材溶液。	薄层色谱法 (通则 0502)	吸取上述两种溶液各 4 μl，分别点于同一用 2%氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上，以甲苯 - 丙酮 - 甲醇(8:3:0.5)为展开剂，展开，展距 8 cm，取出，晾干，再以甲苯 - 乙酸乙酯 - 甲醇 - 水(2:4:2:1) 10℃ 以下放置的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，依次喷以碘化铋钾试液和亚硝酸钠乙醇试液。
样品	取祛湿止痒洗剂 10 ml，加浓氨试液 0.3 ml (适量调碱性)、三氯甲烷 25 ml，放置过夜，滤过，滤液蒸干，残渣加三氯甲烷 0.5 ml 使溶解，作为供试品溶液。		
阴性样品	取不含苦参的祛湿止痒洗剂 10 ml，加浓氨试液 0.3 ml (适量调碱性)、三氯甲烷 25 ml，放置过夜，滤过，滤液蒸干，残渣加三氯甲烷 0.5 ml 使溶解，作为阴性样品溶液。		
苦参碱	加乙醇制成每 1 ml 各含 0.2 mg 的混合溶液，作为对照品溶液。		

供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同的橙色斑点[4] [5]，见图 3。



注：从左至右一，1 氧化苦参碱；2 苦参对照药材；3 不含苦参阴性样品；4~6 祛湿止痒洗剂(批号 20200901、20200902、20200903)。

Figure 3. TLC identification of *Sophora flavescens* in dehumidification and antipruritic lotion

图 3. 祛湿止痒洗剂中苦参薄层色谱鉴别

4. 结果

通过研究发现,马齿苋、苦参、地榆进行薄层色谱鉴别方法可靠,实验中阴性均无干扰,方法简单,能够将四种药材鉴别出。

同时,本研究考察了不同厂家的薄层色谱硅胶板对祛湿止痒洗剂中马齿苋、苦参、地榆分别进行对比研究分析。通过研究发现,采用高效硅胶 G 板后马齿苋薄层色谱更清晰,而研究发现,普通硅胶 G 板能够较好的分离鉴别,故对于的鉴别我们采用普通硅胶 G 板进行,而对于地榆、百部均采用普通硅胶 G 板,而苦参采用 2%氢氧化钠改性后的硅胶 G 板进行鉴别。

5. 讨论

本研究中采用 2020 版《中国药典》薄层色谱鉴别方法鉴别马齿苋、苦参、地榆,同时,参考知网中关于百部的薄层色谱鉴别法,对百部的薄层色谱进行鉴别。方法简单,结果准确,同时阴性对照无干扰,能够很好地对祛湿止痒主要成分进行鉴别。为保证制剂的稳定性及安全性提供保障。

薄层色谱技术在中药材及其制剂鉴别中应用较普遍,技术成熟。2020 版新编中成药中基本都采用了薄层色谱鉴别技术,薄层色谱鉴别在鉴别中药颗粒剂中方法可靠。然而,由于用于薄层色谱鉴别的试剂毒性相对较大,如二甲苯、甲苯、氯仿,且薄层色谱在鉴别很多具有挥发油的中药中鉴别特点不明显,如鉴别颗粒剂中的苍术中苍术酮,往往在鉴别时候由于样品处理不当或者原药材提取时间过长等原因而没有斑点。使得目前中药薄层鉴别发展有限。而 HPLC 方法的不断更新与进步,在定性鉴别与定量分析中优势越来越明显,特别是 HPLC 更快,更低毒,鉴别范围广,一次进样可以同时鉴别出几种甚至数十种药材。然而目前,薄层色谱作为中药鉴别的一种方法,特别是在中药复方的鉴别上仍是一种重要方法。

基金项目

2021 年度阜阳市卫生健康委科研课题青年项目中药制剂室精细化管理模式研究(FY2021-152)。

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: 51.
- [2] 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: 130.
- [3] 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: 211.
- [4] 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: 318.
- [5] 柳克浩, 秦丽华. 平痒洗剂质量标准研究[J]. 亚太传统医药, 2017, 13(4): 23-26.