

中华人民共和国药典

中药薄层色谱

彩色图集

Chinese Pharmacopoea TLC ATLAS
of Traditional Chinese Herb Drugs

中华人民共和国卫生部药典委员会 编著

中华人民共和国药典 中药薄层色谱彩色图集

中华人民共和国卫生部药典委员会 编著

**Chinese Pharmacopoea
TLC ATLAS of Traditional
Chinese Herb Drugs**

广东科技出版社

粤新登字 04 号

中华人民共和国药典中药薄层色谱彩色图集

编 著 者：中华人民共和国卫生部药典委员会

责任编辑：陈岩

出版发行：广东科技出版社

（广州市环东路水荫路 11 号）

经销：新华书店

印刷：深圳粤海旭日印刷包装有限公司

规格：889×1194 16 开本 10.25 印张

版次 1993 年 6 月 第 1 版

1993 年 6 月 第 1 次印刷

ISBN7—5359—1023—81/R·192

定价：98 元

主编：谢培山

编著：谢培山 颜玉贞 林巧玲 王莉莉 吴崇明
郭伟 黄劲梅 江英桥 冯洁 刘兴昌

审阅：姚达木 王慕邹

编辑委员会

姚达木 谢培山 王慕邹 何心亮 李安娟
黄美声 吕归宝 朱承伟 齐平

Editor: Xie Peishan

Contributor: Xie Peishan

Yan Yuzhen

Lin Qiaoling

Wang Lili

Wu Chongming

Guo Wei

Huang Jinmei

Jiang Yingqiao

Feng Jie

Liu Xingchang

Supervisor: Yao Damu

Wang Muzou

1224654

前言

《中国药典 1990 年版》一部共收载中药制剂 784 种，其中 160 个品种收载有薄层鉴别项目，占总数的 20.5%。与 1985 年版药典相比，在数量上加了一倍；由于近年来薄层色谱分析在中药材和中药制剂检验方面的应用日益普及和深入，这一分析技术现已成为考察药品真实性的有效、简便而被广泛采用的手段，在技术水平上也普遍有了很大的提高。因此本版药典在【鉴别】项下薄层鉴别的内容不论操作的要求、色谱的质量，还是对结果的判断，均较前版药典有明显的提高。本图集作为药典的系列丛书之一，它的编辑和出版为中药检验人员提供了药典收载有薄层鉴别项目的 101 个品种 200 幅薄层彩色图谱，供做检验工作中比较、鉴别和判断的依据。同时也可供广大的从事中药科研、教学、生产、经营等部门的专业工作者参考。

本图集是中国药典（一部）立足于特色的具体体现，也是我国建国以来的第一部中药薄层色谱彩色集。

由于编著本书尚属首次，经验不足、水平有限，错误之处定所难免，恳切希望广大读者提供宝贵意见，交予指正，以便今后补充和完善。

本图集在制作过程中得到广州市药品检验所的大力支持，其他有关药品检验所、药材公司、药厂也给予了协助与支持，一并致谢！

中华人民共和国卫生部
药典委员会

编写说明

本图集分二部分，第一部分：总论，第二部分：各论。

总论是对药典附录“薄层色谱法”的补充，较详细地介绍了薄层包谱技术主要环节在器材和操作方面的要求，对这部分内容已很熟悉的读者仍然希望浏览一下本章的内容，因为有些涉及到执行药典时的规范化问题，由于编写体例的限制，在药典附录中叙述的比较简单或被省略。有时分析结果的互不一致并非实验条件所致，而恰巧是器材和操作不规范所造成。所以如不注意，可能在执行标准时带来在理解和判断的某些不必要的分歧。

各论中大部分图谱是按药典正文规定的条件操作所得到的色谱图像，个别品种的某些操作较药典正文的规定有所改变（如适当调整供试液的浓度或点样量等），目的是为了改善图谱的清晰度。某些操作要点和应该说明的内容均在各图谱文字说明的【注意事项】下叙述。图片说明中记录的温度（T）和相对湿度（RH）是本图集制作时实验室实际的条件或控制的条件。图谱中的各个药材样品均为从不同地区收集的市场商品，中药制剂的样品多数为不同生产厂家的商品，对照品及对照药材除由中国药品生物制品检定所提供以外，凡加有*号者，为由其他来源经鉴定确证后的化合物或药材。凡以盐的形式配制对照液者（如盐酸上槁碱、硫酸阿托品、氢溴酸东莨菪碱、牛磺胆酸钠等），制备时以盐的形式取样，点样；展开后已改变为游离形态者，图解则记录其游离碱（酸）的名称。

本图集收录的一部分品种附加了药典正文以外的实验条件（记有*号），包括增补本及1995年版药典拟采用的实验条件得到的图谱，供实际工作中参照。

文字说明含以下的项目：供试液制备、对照液制备、点样、薄层板、展开剂、展开方式、显色、色谱识别、注意事项、备注

考虑到我国大部分中药分析实验室的实验条件，本图集的图谱基本上均用自制手铺薄层板，个别品种用了预制板。需要注意的是不同厂家生产或同一厂家生产不同批次的薄层色谱用硅胶的质量不完全一致，不同厂家生产的预制板也是如此。所以可能由于不同操作者用的是不同厂家或不同批次的硅胶或预制板，致使得到的薄层色谱互有差异；配制展开剂用的有机溶剂质量差异也会造成分析结果的不尽一致，在实践中应予以注意。展开前须用展开剂预平衡展开箱者，均在【展开方式】中说明。

本图集在制作中使用的器材：

点样用微升毛细管（Drummond Scientific Co.）；吸附剂用青岛海洋化工厂的硅胶G或硅胶H；有机溶剂是不同厂家的“分析纯”商品；作为粘合剂的羧甲基纤维素钠为“化学纯”，配制成0.3%的水液，经过滤除去颗粒和不溶化的杂质后使用；铺板器用手工铺板器（仿DESAGA）；展开箱用双槽展开箱（CAMAG，10X10cm及20X10）；湿度控制槽为CAMAG的产品（可用双槽展开箱代替）；照相设备用REPROSTAR薄层色谱摄影仪，CAMAG）。

目 录

总 论

第一章 概述	2
第二章 器材与操作	3
第三章 影响薄层色谱分析的 主要因素	6

各 论

第一章 药材	
人参	18
三七	19
大青叶	21
大黄	22
山豆根*	24
山楂*	26
川贝母*	26
广藿香	28
马钱子	29
天仙子	29
五味子	30
牛黄	31
平贝母	34
甘草	35
白术	37
白芍	39
西洋参*	40
伊贝母	41
华山参	43
延胡索	44
苍术	46
芦荟	48
赤芍	49
牡丹皮	50
何首乌	51
补骨脂	52

陈皮	53
青风藤	54
青黛	55
苦参	55
枳实	58
厚朴	59
独活	61
洋金花	62
珠子参	62
秦皮	63
桂枝	64
浙贝母	65
黄芪*	66
黄连	70
黄柏	71
淫羊藿*	72
断血流	73
葛根	74
湖北贝母*	74
蓼大青叶	75
罂粟壳	76
蟾酥*	77
 第二章 成方及单味制剂	
一捻金	78
大黄的薄层鉴别*	78
人参的薄层鉴别	79
二妙丸	80
黄柏的薄层鉴别	80
苍术的薄层鉴别*	81
十全大补丸	82
白芍的薄层鉴别*	82
八珍丸	83
甘草的薄层鉴别*	83
白芍的薄层鉴别	84

八珍益母丸	85
白芍的薄层鉴别 *	85
九味羌活丸	86
川芎的薄层鉴别	86
苍术的薄层鉴别 *	86
苍术的薄层鉴别	87
三妙丸	88
黄柏的薄层鉴别	88
苍术的薄层鉴别 *	88
大山楂丸	89
山楂的薄层鉴别	89
大补阴丸	89
黄柏的薄层鉴别	89
大黄流浸膏	90
大黄的薄层鉴别	90
万氏牛黄清心丸	91
黄连的薄层鉴别 *	91
万应锭	92
熊胆的薄层鉴别	92
黄连的薄层鉴别 *	92
小儿化毒散	94
黄连的薄层鉴别	94
大黄的薄层鉴别	95
开胸顺气丸	95
厚朴的薄层鉴别	95
厚朴的薄层鉴别 *	96
木香槟榔丸	97
大黄的薄层鉴别	97
牛黄上清丸	98
大黄的薄层鉴别	98
黄连的薄层鉴别	99
牛黄解毒丸	100
大黄的薄层鉴别 *	100
牛黄解毒片	100
大黄的薄层鉴别	100
乌鸡白凤丸	101
白芍的薄层鉴别 *	101

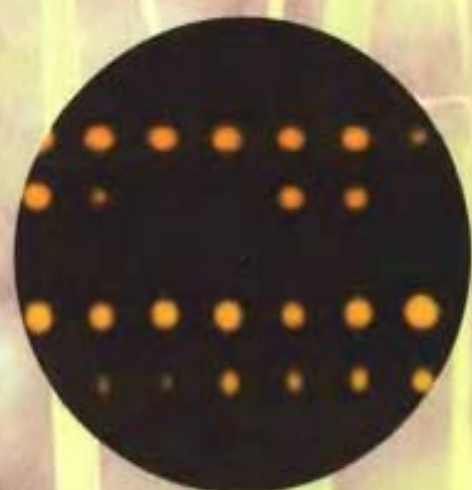
六一散	102
甘草的薄层鉴别	102
甘草的薄层鉴别*	103
六应丸	104
冰片、丁香酚、蟾酥的薄层鉴别	104
蟾酥的薄层鉴别*	105
六味地黄丸	106
牡丹皮的薄层鉴别	106
山茱萸的薄层鉴别*	107
左金丸	108
黄连的薄层鉴别*	108
戊己丸	109
黄连、白芍、吴茱萸的薄层鉴别*	109
白芍的薄层鉴别*	109
归脾丸	110
当归的薄层鉴别	110
华佗再造丸	111
川芎和吴茱萸的薄层鉴别	111
导赤丸	112
黄连的薄层鉴别*	112
大黄的薄层鉴别*	113
防风通圣丸	114
大黄的薄层鉴别*	114
麦味地黄丸	115
山茱萸的薄层鉴别	115
更年安	116
何首乌的薄层鉴别	116
杞菊地黄丸	116
山茱萸的薄层鉴别	116
龟龄集	117
人参的薄层鉴别	117
人参的薄层鉴别*	118
国公酒	119
佛手的薄层鉴别	119
佛手的薄层鉴别*	119
陈皮的薄层鉴别*	120
知柏地黄丸	120

黄柏的薄层鉴别	120
定坤丹	121
人参的薄层鉴别	121
参苓白术散	122
人参、甘草的薄层鉴别	122
枳术丸	123
枳实的薄层鉴别	123
白术的薄层鉴别	124
白术的薄层鉴别*	124
枳实导滞丸	125
大黄的薄层鉴别	125
茴香橘核丸	126
木香的薄层鉴别	126
香连丸	126
黄连的薄层鉴别	126
香砂六君丸	127
木香的薄层鉴别	127
陈皮的薄层鉴别	128
香砂养胃丸	128
枳实、木香、厚朴的薄层鉴别	128
保和丸	130
陈皮的薄层鉴别*	130
首乌丸	130
何首乌的薄层鉴别	130
补骨脂的薄层鉴别	131
养血生发胶囊	131
何首乌的薄层鉴别	131
桂附地黄丸	132
桂枝的薄层鉴别	132
山茱萸的薄层鉴别*	133
桂附理中丸	133
甘草的薄层鉴别	133
桂枝的薄层鉴别	134
蛇胆陈皮散	135
陈皮的薄层鉴别	135
清宁丸	136
大黄的薄层鉴别*	136

断血流片	136
断血流的薄层鉴别	136
舒肝丸	137
陈皮的薄层鉴别	137
厚朴的薄层鉴别	138
厚朴的薄层鉴别*	139
感冒退热冲剂	141
大青叶的薄层鉴别	141
槟榔四消丸	141
大黄的薄层鉴别	141
麝香保心丸	142
麝香的薄层鉴别	142
第三章 综合图谱	
人参 三七 西洋参	143
大黄及含大黄的成药	144
贝母类	145
白芍、赤芍及含白芍的成药	146
含牡丹皮的成药	147
含何首乌的成药	147
陈皮及含陈皮的成药	148
黄连、黄柏及含黄连、黄柏的成药	149
靛蓝和靛玉红类	150
中文索引	152
汉语拼音索引	153
拉丁名索引	154

*为该品种用 90 版药典正文规定以外的色谱条件所得到的图谱。

★为非 90 版药典收录的品种



总 论

第一章 概述

中药是祖国医药宝库的重要组成部分,是祖国传统医学赖以防病治病的主要物质基础。中药的真伪优劣直接关系到人民用药的安全和有效。在检验中药真伪方面通常采用的检测手段有形态鉴别、理化鉴别和光谱色谱分析等。而作为色谱技术一个分支的薄层色谱由于其独具的长处而被广泛应用于中药分析。《中华人民共和国药典》(1990年版一部)共收载中药材509种,中药制剂275种,其中有160个品种收载了薄层鉴别作为法定检验项目,占收载总数的20.5%,使之成为各级药品检验部门和药品生产、经营部门的质检人员检验中药的强制性检验项目。在可预见的将来,薄层色谱技术仍将是中药鉴别最主要的手段之一。尤其是《中华人民共和国药典》(1990年版一部)设有薄层鉴别项目的品种不仅在数量上较1985年版增加了约一倍,而且其中多数经过修订的品种在色谱条件和色谱质量上均有了提高,也就是说在色谱的重现性和可鉴别性方面有了不同程度的改善。近年来,现代薄层色谱(即平面色谱)借助于高科技和计算机技术已发展到仪器化、自动化、计算机化和与其它色谱技术联机化的阶段。但在我国,鉴于担负着大量日常中药检验任务的大多数实验室仪器设备的现实条件,药典正文的薄层鉴别仍然是采用以手铺板为主的常规薄层色谱技术。

总体来说,《中华人民共和国药典》(1990年版一部)正文有关品种的薄层鉴别项目较之1985年版有下列几点明显的改进之处:

1. 样品的预处理,尤其某些成分较为复杂的中药材和一些中药制剂,如人参(中药材)、八珍丸(成方制剂),需经过液液萃取或固液萃取、吸附净化等步骤,目的是减少杂质的干扰,提高色谱的清晰度,从而提高可鉴别性。

2. 样品及对照药材取样和供试液及对照药材液制备予以量化,中药制剂的鉴别以药材为对照时,对照药材的取样应参照供试品处方量制成一定量,目的是使样品的色谱与对照药材的色谱更有可比性。

3. 定量点样,虽然[鉴别]不能也不应等同于定量测定,但在供试液、对照药材液甚至化学对照品液均定量制备,在薄层板上定量点样,则样品得到的色谱不仅可以回答“有没有”和“是不是”(即真伪)的问题,还可以进一步给真伪鉴别以量化的评价,在一定程度上提供“优劣”的信息。本图集中不少例子均可直观地判断同样的中药材不同的样品之间其色谱中主要斑点乃至整个色谱有无“量”的差别。

4. 在有条件的情况下,于设化学对照品的同时设对照药材,目的是除检出主要的化学成分外,还要将完整的色谱作为一个整体加以鉴别,以提高鉴别的准确性。

5. 注意环境条件对样品层析行为的影响,操作环境的相对湿度和温度往往对色谱的质量影响较大,由于药典编写体例的限制和我国大多数实验室的客观实际,虽然在药典正文中一般没有作严格的限制,但不等于这方面因素可以忽视。例如万应锭中熊胆的薄层鉴别,在正文中就规定了在相对湿度40%以下展开,因为在高湿度下展开得到的色谱不仅质量很差,甚至无法辨认。

药典不是中药薄层色谱分析的专著,它不仅要反映分析技术的先进性,更要体现药典规定项目的强制性,这就不仅要考虑药品的实际质量情况,又要考虑质量监督检验部门的实际技术水平。但是,无须赘言,如同其它色谱技术一样,一个样品分析结果的好坏,取决于能否得到一个分离度和重现性良好的色谱。为了更好地执行国家药典中药薄层鉴别项目,中药检验室基本设备的配套和检验人员操作技术的规范化是获得较高质量的薄层色谱最基本的要求。

薄层色谱分析与其他色谱分析相比,其显著不同之一是得到的图谱是直

观性很强的图象。一个比较复杂的中药薄层色谱，尤其是成分未明而斑点较多的薄层色谱，往往是很难用文字描述的；何况药典正文因体例的限制，也不可能作过多的文字叙述。编辑本图集的目的就是提供彩色的图谱供检验者直观地鉴别、比较和判断。

关于同一品种的药材商品的个体差异，如何判断的问题。在实际的样品分析中，的确存在着由于商品个体差异，致使薄层色谱难以和对照药材的色谱完全吻合。其实，在药材的形态鉴别中，这是司空见惯的问题，只要鉴别特征可靠，基础工作比较扎实，一般不会由于个体之间的形态差异而无法判断。因为同一品种的不同个体虽然有差异（即使对照药材也有这个问题），但是，既然是同一品种，也必然存在着共性特征。外在的形态是如此，反映内在成分的色谱也是如此。譬如有无特征成分就是共性，如黄连均含小檗碱，小檗碱的有无固然可以作为黄连真伪鉴别的依据，但小檗碱并非黄连所独有，就产生了黄连应当检出小檗碱，但检出小檗碱未必就是黄连的问题。所以观察完整的色谱结合特征成分的辨认，就进一步提高了鉴别的准确度；经过比较，取人同弃小异，做出合理的判断。对于分布地区广泛，商品规格较多的品种，需要反复比较；有些品种个体之间成分变异较大，需要做大量的基础研究，掌握规律，方可设立对照药材，不能一蹴而就，所以药典中并非所有的品种都设有对照药材。在中药制剂中，由于制备工艺的不同或成分之间的相互干扰，图谱常常不能与原药材的色谱完全吻合，这就更需要分析人员有较强的判断能力。因此在使用本图集的图谱时，应当结合具体样品的实际情况和已掌握的信息，运用自己积累的经验，加以比较、鉴别和判断，以作出切合实际的科学评价。

第二章 器材与操作

一、仪器与材料

（一）薄层板

可用预制板或手工自制板，目前最常用的仍然是手工自制板。用于制备薄层板的玻璃板要求表面光洁、平整，最好使用厚薄1~2mm的优质平板玻璃，普通窗玻璃一般不宜用于制作薄层板，玻璃板需洗净至不挂水，晾干，贮存于干燥洁净处备用。玻璃板反复使用时，应注意经常用洗液及碱液清洗，保持玻璃板面的光洁是保证薄层板质量的最起码要求，如选用预制板应注意生产厂家提供的有关参数，经挑选，试用是否符合要求。

药典收载的品种所使用的吸附剂基本上是加有粘合剂的商品硅胶G或加有荧光剂的硅胶GF254，有的另加有其它粘合剂，如羧甲基纤维素钠以加固薄层板面。为了达到更好的分离，此外，胶H也较常用。有的品种要求使用加有酸（如硼酸）、碱（如氢氧化钠）或缓冲溶液的薄层板。不同生产厂家或不同批次的商品硅胶质量不可能完全一致，常常会影响分析结果的重现性，在重复实验时尤应注意。硅胶G可能因长期存放而使粘合力降低，同时须注意药典正文中大部分品种的薄层鉴别展距一般在10cm以下，故基本上以长度为10cm的薄层板为主，薄层的厚度一般为0.25~0.3mm，有的品种用厚0.5mm的薄层板。

(二) 涂布器

应能使吸附剂在玻璃板上涂成一层符合厚度要求的均匀薄层。涂层的工具有手工、半自动、全自动薄层涂布器。

(三) 点样器材

最常用也最方便的是定量点样毛细管(微升毛细管),规格有 $0.5\mu\text{l}$ 、 $1.0\mu\text{l}$ 、 $2.0\mu\text{l}$ 、 $5.0\mu\text{l}$ 、 $10\mu\text{l}$ 等多种。选用时要求标示容量准确,管端平整光滑,管壁洁净,液流通畅,无堵塞,无污染。也可使用色谱用的微量移液管或薄层用微升注射器。

为了提高点样效率,还可以选用点样辅助设备,如点样支架,半自动或自动点样器。选用点样器材和辅助设备应注意器材本身的质量,依赖劣质的器材不能保证点样的质量。一般的概念定性鉴别没有定量的要求,但为了对样品在定性鉴别时能同时给以“量化”评价,点样要求最好还是用定量的点样器材。

(四) 展开箱(层析缸)

应当用薄层色谱专用的展开箱,展开箱有水平式及直立式两种类型;日常用的最多的是直立式展开箱,它又分为平底展开箱和双槽展开箱。双槽展开箱具有节省溶剂、便于预平衡、可控制展开箱内的湿度等优点,推荐使用此种展开箱。水平式展开箱需要使用预制板或“加固”的自制板(如加羧甲基纤维素钠),用水平式展开箱还可以从薄层板的两侧向中间展开,这样可使一块薄层板所承受的样品个数比常规上行展开的薄层板增加一倍,但是由于展距短(约5cm),所以适合于高效预制板。

用不规格的玻璃器皿,如生物标本缸等不能保证展开的质量。

(五) 显色与检测仪器

载有样品的薄层板展开后,有的需要用某些试剂(显色剂)使之显色。涂布显色剂的方法有喷雾法及浸渍法。喷雾用的喷雾瓶应能在一定压力下使试剂喷成均匀的细雾状。浸渍法用的浸渍槽为特制的扁平玻璃槽,使用时,将展开后的薄层板平稳垂直地放入浸渍槽中一至数秒钟后取出,揩净薄层板背面残存的试剂(需要时可加热)使之显色。通常使用最多的仍然是喷雾法。

观察薄层色谱用的紫外光灯装有长波段(365nm)和短波段(254nm)紫外光管两种。前者用于观察具有荧光的色谱,后者一般用于观察硅胶GF254板在荧光背景下的荧光淬灭斑点。选用紫外光灯应注意荧光管的功率和滤光片的规格。

薄层扫描仪不仅可供薄层色谱的原位定量测定,薄层扫描图对定性鉴别也能提供有用的信息。

二、操作方法

(一) 薄层板的制备

除另有规定外,将1份吸附剂加适量的水(如1份硅胶G一般加3份水),在研钵中用研杵沿一个方向小心研磨至成均匀的有适当粘稠度的胶浆,立即倾入涂布器中,均匀地向前推进涂布在玻璃板上;或按照不同涂布器的规定操作涂布;涂布好的薄层板于室温下在水平台上晾干,再在规定的温度(一般为

105~110℃)下烘约30分钟活化,贮于干燥器中备用。应当注意的是不同厂家或不同批号的硅胶G质量不一,要求的加水量和研磨时间的长短有所不同,如加有其它改性剂更是如此,宜在操作中细心体会。薄层的厚度一般为0.2~0.3mm,由于国产商品硅胶的颗粒大小分布较宽(10~40 μ m),特别用颗粒较粗的硅胶,涂布的太薄反而降低分离能力,所以有的品种(如人参)要求用0.5mm厚的薄层板。薄层板一般要求新鲜制备,当天使用。使用前应在反射光和透射光下检查板面是否均匀;板面不均匀、有气泡或有麻点、有破损或已污染(如灰尘[日光下检查]、纤维[紫外光灯下检查]者应弃去不用。

(二) 点样

除另有规定外,按规定用微升毛细管(或其它符合要求的点样的工具)分别吸取供试液或对照液,以垂直方向小心接触薄层板面,做点状点样或条带状点样。点样基线与底边距离,视所用板的大小,相距1~2cm,多数品种采用长度为10cm的板,故点样距底边1cm为宜。样品原点之间的距离视情况为1、1.5或2cm,原点直径应不大于3mm(高效板原点直径应更小);如点样量较大或为了改善分离度,也可点成1~2mm狭细的窄长条带(长度视情况而不同),点样时须注意尽量不要损伤薄层板面,如条带点样,应注意条带的均匀;预制板或加固的自制板,用专门的条带点样器械(如喷雾状条带点样器),可保证点样的质量。

(三) 展开

点样后的薄层板置入加有展开剂的展开箱(层析缸)中,密闭,上行展开,薄层板浸入展开剂中的深度一般要求溶剂的液面距原点约5mm,展开至规定展距后,立即将薄层板取出,晾干,以备检测。多数品种展距为7~9cm,少数用长度为15或20cm的板,展距可适当延长。如规定在展开前需将展开箱用展开剂或规定的溶剂预平衡者,可在双槽展开箱的一侧加入适量的溶剂,密闭放置一定时间后,再将薄层板放入展开箱中展开。如规定薄层板需同时预平衡者,则将点样后的薄层板放在双槽展开箱没有溶剂的一侧槽中,展开前与展开箱同时预平衡后再将展开剂移入此槽中,展开。

展开剂要求新鲜配制,不要多次反复使用。展开剂如需分层,则按要求放置分层后分取需要的一相(上层或下层),备用。

(四) 检测

色谱斑点本身有颜色者可直接在日光下观察可见光谱,斑点在紫外光激发下可发射荧光者,可直接在紫外光灯下观察荧光色谱;需加试剂方能显色或发射荧光者,则需将试剂均匀喷洒于薄层板面,直接观察或加热显色后观察。用浸渍法,板面显色均匀是其优点,但有的样品经试剂浸渍后,斑点容易被浸润而扩散,或产生拖尾。加热显色者须注意加热时间和温度,尤其含羧甲基纤维素钠的薄层板,加热温度过高或加热时间过长,容易引起板面的焦化,如用硫酸等显色剂,更易造成板面的炭化而影响显色效果。有的成分加试剂后,如挥发油成分经香草醛硫酸显色,加热温度和时间长短不同或放置时间不同均可能使斑点的显色有所改变。

有的品种可熏以试剂或试液的蒸气(如碘蒸气、氨蒸气)显色。

必要时,可进行薄层扫描,扫描图谱不仅用于定量测定,对于定性鉴别也很有用。

本图集所用的器材和操作可参阅药典委员会1991年主编发行的《中药薄层色谱操作规范化教学录象带》。

第三章 影响薄层色谱分析的主要因素

常规薄层色谱由于同板同时可以检测多个样品，分析时间短，固定相(吸附剂)价廉，即用即弃，不必担心样品中杂质的污染，检测不受溶剂的干扰，色谱的直观性强等优点而在中药分析方面被广泛使用。另一方面，因为它是一种“敞开系统”的色谱技术，与柱色谱的区别之一是除材料及器材以外，外界环境条件对被分离物质的层析行为影响很大，分离机制也很复杂；其次是由于分析的全过程是横向的离线多步骤操作，所以操作技巧也明显的影响色谱质量；因而薄层色谱，尤其是常规薄层色谱，又被视为是一种较难驾驭的技术。为了充分发挥薄层色谱技术在中药分析方面的优势，提高色谱的分离度和重现性，注意控制影响色谱质量的因素是非常重要的。以下所述的几个方面不仅对定量分析是必须注意的问题，对提高定性分析的质量也是不可忽视的。

一、样品的预处理及供试液的制备

一般认为薄层色谱所用固定相(薄层板)可即用即弃，不怕供试液中杂质的污染，因而样品无需净化精制，这是问题的一个方面；在实践中，由于中药的成分复杂，未知成分多，供试液中溶出的物质较多，其中既有欲测成分也有其他“杂质”，常常由于相互干扰或背景污染而难以得到满意的分离效果，甚至难以辨认，尤其成方制剂更是如此。这是问题的另一方面。所以在许多情况下为了得到一个较为清晰的色谱，样品提取物经预处理，使供试液得以净化，往往是一个重要的有时甚至是关键的步骤。制备样品供试液所用的溶剂一般要求溶解度不宜太大，粘度不宜太高，沸点适中，而对于中药材又常常希望将成分尽可能多的被提取出来，所以最常被选用的是甲醇或乙醇，因此欲测成分和许多其他“杂质”均被提取出来，供试液的净化就显得更为必要。例如一捻金中人参二醇及人参三醇的鉴别，按药典正文规定的供试液制备，是用稀酸水解后直接用氯仿萃取，色谱因大黄成分的干扰，致使人参二醇及人参三醇的斑点很难辨认(图1)。经碱性氧化铝小柱吸附净化后，除去了大部分干扰，结果色谱清晰，人参二醇及人参三醇很易辨认(图2)。又如八珍

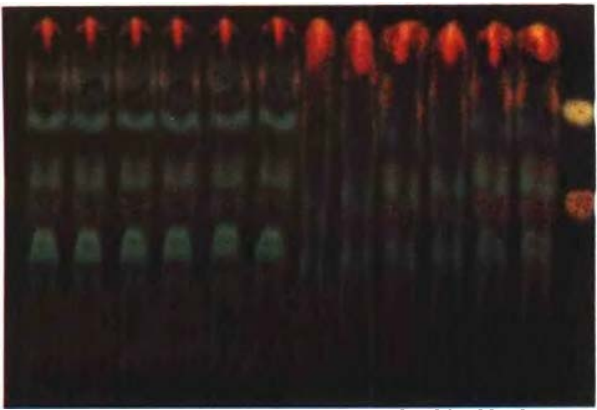


图1

样品: 1~6, 一捻金(1); 7~12, 一捻金(2); 13, 人参二醇(上), 人参三醇(下)

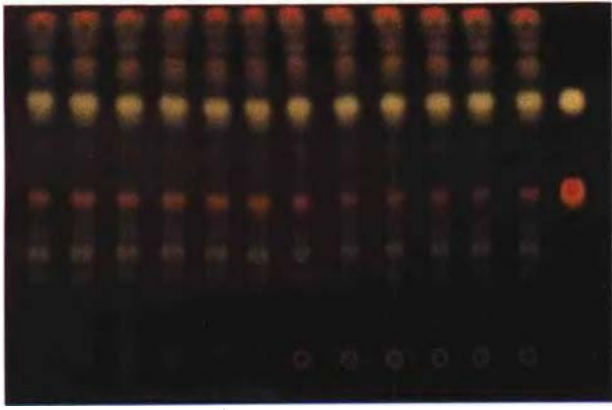
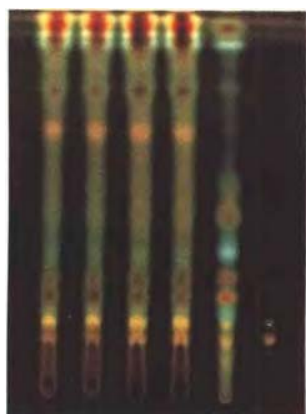


图2



二、薄层色谱的上样技术

上样(点样)是薄层色谱分析的第一步,也是非常关键的一步。它关系到能否得到可以重现的有良好分离度的薄层色谱,也关系到定量测定结果的准确,因为不良的上样是最主要的误差来源。

1. 薄层板的原点位置对样品容积的负荷量是极为有限的,如上样容积过大将明显降低分离效率。中药供试液中一般被测成分与“杂质”共存,尤其被测成分含量较低而其他干扰物质较为大量时,常常习惯于或不得不加大点样的容积,另一方面也是由于对上样容积超负荷的严重后果认识不足。现代商品预制板硅胶颗粒细(常规预制板 $11\sim 12\mu\text{m}$,高效预制板 $5\sim 7\mu\text{m}$)而均匀,明显提高了分离效率,对上样的要求更高了。如常规预制板展距 100mm ,原点直径 3mm ,展开后如斑点直径扩散到 6mm ,则斑点容量或称分离数 $\text{SN}=10$,而用高效预制板原点直径 1mm ,展开 50mm ,斑点直径如扩散为 2mm ,则 $\text{SN}=15$ 。但如果上样量不适当地加大,如在高效板上原点直径点成 3mm ,展开 50mm 后斑点扩散为 4mm ,结果 $\text{SN}=6$,即使延长展距至 100mm , SN 也仅仅达到 11 ,不可能达到 15 ^[1]。由此可见即使使用高质量的薄层板,如上样容积不适当地加大,分辨率也同样不会得到提高。这就是为什么要求点样原点直径应尽量小于 3mm 的原因。

2. 溶解样品的溶剂均有不同程度的洗脱力,所以在上样的同时,样品在 origin 位置就呈环形展开,原点直径的扩散促进了这种展开,即所谓“上样环形色谱效应”^[2],如样品在溶剂中溶解度很大,原点将变成空心圈,这种效应对随后的线性展开造成很不利的影响。所以原则上应选择对被测成分可以溶解但溶解度不是很大的溶剂,中药成分复杂,难以兼顾,不可能面面俱到,通常在欲测成分不甚清楚或欲测成分覆盖的极性范围很宽的情况下,宁愿选择溶解“范围”较宽的溶剂,如甲醇、乙醇等。有的品种欲测成分明确,如苦参、贝母中的生物碱、白术中的苍术酮等可有针对性地选择溶剂。有的品种选用了乙醚,由于乙醚沸点很低,最终的供试液则需要低温挥去乙醚后,改用其他合适的溶剂制成。

3. 供试液的溶剂在原点的残留,也会改变展开的选择性,特别是供试液的溶剂极性与展开剂的溶剂极性相差较大时更为明显;再者,亲水性溶剂残留在原点吸收大气中的水分(特别在高湿度环境)对色谱质量的影响也不可低估。因此上样时同步干燥或上样后继后干燥以除去原点残存的溶剂是需要的。但应尽可能避免高温加热,以免遇热不稳定的成分的破坏或促进硅胶有催化作用的活性表面起固态化学反应,导致样品中某些成分的变性。

4. 上样装置(微升毛细管或色谱注射器)对薄层表面的机械损伤对色谱质量尤其对定量分析将带来灾难性的影响。特别是已载有样品的硅胶表面颗粒被划伤和刮除后果就更严重。一个壁厚 0.02mm 外径 0.3mm 的注射针头在薄层表面施加 5g 的机械力,表面局部承受的压力为 30巴 ,足以造成硅胶薄层表面的损伤^[2],对板面较软的硅胶G薄层板损伤更严重。对如硅胶G这种软板虽然划伤表面难以避免(所以不太适合定量分析),但点样时小心操作把损伤降低到最低限度还是可以做到的。近年来上样器械和上样技术的不断更新和改进已使上样质量得到很大的提高。

提高上样操作水平是获得高质量色谱的关键之一,一个组成简单的样品的鉴别比较容易,一般只要在同一薄层板上供试样品与对照品在相同位置上显相同的斑点就基本上达到目的。但成分复杂的中药材样品的鉴别除检出特定的成分以外,常常需要以整个色谱与对照药材的色谱作比较,甚至要依靠薄层“指纹图谱”才能达到准确鉴别的目的。因此高质量的上样不仅是定量分

析的需要，也常常是定性分析的要求。

三、吸附剂的活性与相对湿度对薄层色谱的影响

吸附剂的活性是由表面能与表面积决定的。表面能越大，单位重量的表面积(比表面积)越大，吸附力越大，即活性越高，反之，吸附力越小，活性越低。如硅胶之所以有吸附力，是由于其表面含众多的硅醇基，硅醇基的活泼羟基及游离羟基与极性化合物或不饱和化合物形成氢键所致。活泼型及游离型的硅醇基数目决定着硅胶的活性^[3]。硅醇基是亲水性基团，很容易吸附水而成为水合硅醇基而失去活性。自制的薄层板在105~110℃烘干，就是使水合硅醇基变为游离硅醇基而活化；反之，活化后的硅胶薄层板可以吸附大气中的水蒸气分子而降低活性。也就是说硅胶表面吸附水分的作用是可逆的，在不同的相对湿度下，可以达到不同程度的吸附平衡，在相对湿度改变的情况下会重新达到新的吸附平衡，而不论在此以前硅胶板是处于何种相对湿度状态^[4]。在日常实践中，当活化后的硅胶(或氧化铝)薄层板从干燥器中取出，从准备点样到展开前，薄层板是暴露在实验室的大气中，薄层板的活性就取决于实验环境的相对湿度。其他条件相同的情况下，相对湿度对色谱质量的影响是很明显的。通常认为薄层色谱的重现性差，薄层板处在不同相对湿度下操作是主要的原因之一。如厚朴的薄层鉴别厚朴酚需在相对湿度85%以上展开，整个色谱的分离度才有明显改善(图6，7)。赤芍与白芍在低湿度(<30%)下展开，二者不易区分(图8)；在高湿度(80%)下展开，色谱的分离度提高，从而显示出两者的差异部分(图9)。相反，万应锭中熊胆的鉴别，必须在低湿度下展开，方可达到较为满意的结果，如图10所示，在32%相对湿度下展开，熊胆中的各游离胆酸(包括处方中的牛胆汁和人工牛黄的游离胆酸)，即胆酸、猪去氧胆酸、熊去氧胆酸、鹅去氧胆酸、去氧胆酸，可以清楚地加以辨认；而在70%相对湿度下展开，色谱质量明显降低，难以辨别(图11)。如在相对湿度在80%以上展开，则色谱面目全非。苍术正己烷提取物的薄层鉴别，相对湿度对分辨率影响也是很明显的(图12)。

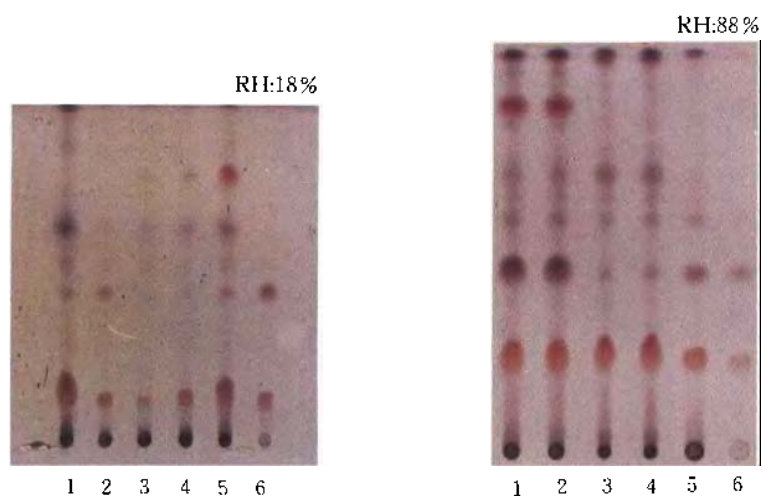


图6

图7

样品: 1~5, 厚朴; 6, 厚朴酚(上)+和厚朴酚(下)。

有些样品的成分和所选用的展开剂对相对湿度有较宽的适应能力，即对相对湿度的要求不甚严格，大致在相对湿度30%~70%下得到相当稳定的色谱。有的样品在环境条件(温度和相对湿度)恰好适合的情况下，似乎不必控制条件也能把试验做好，但为了不同实验室之间及不同季节均可重现试验结果，应尽可能在相对湿度可控的条件下展开为宜。至少必须记录试验时实际的相对湿度。

相对湿度的控制方法，可在双槽展开箱的一侧槽中加入适当浓度的硫酸，将点样后的薄层板放入另一侧槽中，密闭放置15~30分钟，再加展开剂展开；

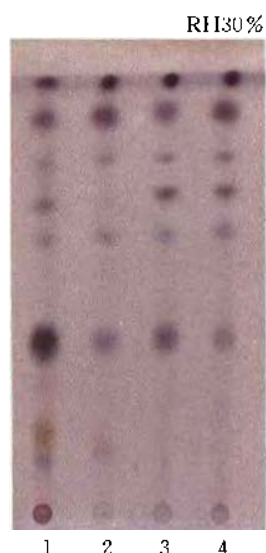


图8



图9

样品: 1~2, 赤芍; 3~4, 白芍。

样品:
1~3, 刀应锭;
4, 刀应锭醋酸乙酯
提取物;
5, 胆酸、猪去氧胆酸、
熊去氧胆酸、
鹅去氧胆酸、
去氧胆酸(自下而上);
6, 熊去氧胆酸



图10

样品:
1~4, 刀应锭;
5, 同图10之5

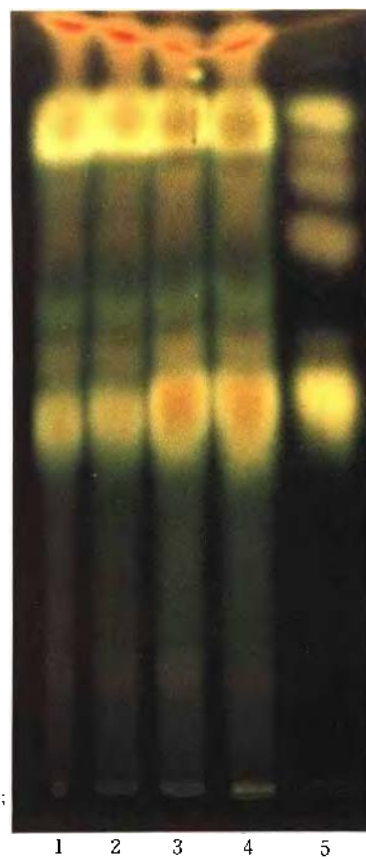


图11

另一种方法是在预先准备好的条件控制箱(状如平卧式展开箱,内盛适当浓度的硫酸,或用大小适宜的干燥器)内进行。

控制相对湿度用的硫酸溶液如表 1。

相对湿度	所需硫酸浓度(V/V)	
	硫酸(ml)	+ 水(ml)
32%	68	100
42%	57	100
58%	39.5	100
65%	34	100
72%	27.5	100
88%	10.8	100

硫酸: D=1.86 (96%~97%)

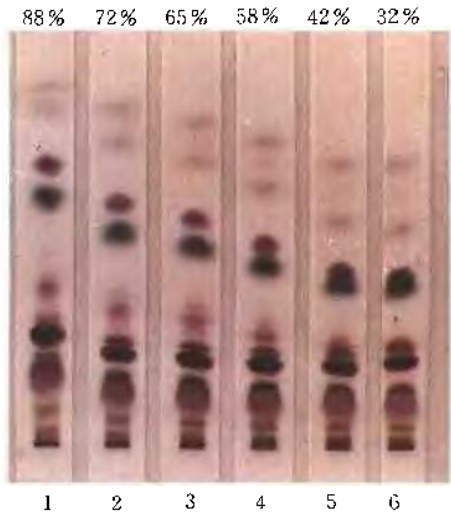


图12

四、溶剂蒸气在薄层色谱中的作用

薄层色谱与柱色谱的区别之一就是溶剂的蒸气相在展开箱中也参与色谱展开而形成三维的层析过程^[4]。展开箱的气体空间在层析过程中起着重要的作用。

通常所谓的“展开箱饱和”应该严格区分以下几种情况:

(1)展开箱饱和: 是指展开前及展开中溶剂系统中所有组分在展开箱的整个气体空间达到平衡,即达到饱和状态;但在日常的实践中,较少需要在“饱和”状态下展开,而只需用展开剂(或规定的溶剂)的蒸气在展开箱中预平衡一定的时间,即本图集中所称的“预平衡”。

(2)预吸附: 通常是指薄层板的干燥板面(即未被溶剂湿润的部分)对展开箱空间气体分子的任何程度的吸附,即通常所谓的“预饱和”。

(3)吸附饱和: 是指薄层板的未被溶剂湿润的部分与展开箱的饱和和气体空间达到平衡状态,即“完全饱和”,这是预吸附的极限状态。

(4)毛细管饱和: 是指薄层板所有的自由空隙借毛细管的作用被溶剂充满

的过程，即相当于展开完成后的状态。

饱和的情况与展开箱的类型有关，常规的平底展开箱在展开前较难达到展开箱饱和，所以普通的做法是在内壁加贴与之等宽等高的用溶剂湿润的滤纸，有助于达到饱和。用双槽展开箱在其一侧槽中加溶剂可以较容易地达到吸附饱和及展开箱饱和。如用夹心式展开箱，由于箱内空间很小，展开前因为空间没有溶剂分子，而且很难有空间扩散，所以实际上是非饱和的。在这种非饱和的夹心式展开箱中薄层板不产生预吸附现象。通常误认为夹心式展开箱空间小很容易饱和，其实只有在展开完成后才达到饱和，但这时对层析过程已不起作用。

在常规薄层色谱分析中，预吸附和吸附饱和对层析过程有很大的影响。吸附剂表面的空间是很有限的，当用多组分溶剂展开时，不同溶剂分子在吸附区相互竞争，发生“取代效应”，尤其在薄层板的下部，一个组分的等温吸附线会受到另外组分的性质和相对饱和程度的影响。如硅胶是亲水性吸附剂，它首先对溶剂组分中的极性分子有更大的亲合力，所以在吸附平衡的过程中，被吸附的各组分的浓度比与气体空间的很不相同，与溶剂的液相组成差别更大。可以想象在不加控制的情况下情况是很复杂的。简言之，薄层板在没有预吸附时，混合溶剂系统中的一部分溶剂分子有选择地被吸附在薄层板上而形成固定相，同时在板上形成溶剂梯度从而直接影响层析过程，溶剂的蒸气相、液相和固定相一起构成了一个作用机制复杂的三维层析过程^[6]。

例如药典收录的黄连生物碱的薄层鉴别，其展开剂为苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(6:3:11.5:0.5)，其中的浓氨溶液实际上起着双重作用，氨是以蒸气相在薄层板上预吸附参与使生物碱分离，在液相(展开剂)中起作用的是水，如在双槽展开箱的一侧槽中加浓氨试液5ml，使展开箱预平衡15分钟，将展开剂中的浓氨试液改为0.3ml水，可以得到相似的分离效果(图13)；如氨蒸气浓度不够，分离度明显降低(图14)；如展开前不用氨蒸气预平衡，直接展开，则各生物碱斑点R_f值偏低，小檗碱、巴马汀等均滞留在原点附近，难以分开。人参的薄层鉴别在展开前展开箱加展开剂预平衡15分钟(图15)与不经预平衡直接展开所得的色谱(图16)有明显的不同，即经预平衡后展开的色谱分离度明显提高，而且重现性良好。

五、关于薄层色谱的优化 及溶剂系统(展开剂)的选择

依靠色谱分离混合物需要解决的主要问题有两个：(1)相邻物质对的分离；(2)在一个宽极性范围内的多组分混合物的分离。就薄层色谱而言，解决这两类不同的问题，所需要的优化技术是不同的。解决相邻物质对的分离，主要就两个相邻物质的理化性质，考虑选用正相薄层板还是反相薄层板，再考虑选用单一组成的展开剂还是混合溶剂作展开剂以及极性大小或酸碱性等，甚至考虑选用什么展开技术，如低R_f值的物质对可考虑用U-型展开箱，作径向展开等。对复杂混合物的分离，问题要复杂得多，一般即使采用了梯度展开技术，也不大可能将在一个相当宽的极性范围内的多组分即解决它们的最大限度分离问题，又解决各个组分最佳分离度的问题。就药典收录的品种，所采用的展开技术还是局限在常规的薄层展开技术，在其它条件没有太多的选择的前提下，溶剂系统，即展开剂的优选就成了主要需要解决的问题。关于展开剂的选择和优化，主要考虑两个方面：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

的分离度。关于溶剂系统的优化,前人已做了大量的工作,也有不少文献专著^[5,6,7,8]作了介绍,较为常用的如单纯形优选法,溶剂强度法,三角形法,均匀设计法及PRISM优选法等。由于中药成分很复杂,加上在常规展开箱中展关时,溶剂蒸气、相对湿度等因素的影响,各种优选方法似乎还难以将这些复杂的因素考虑在内,所以,展开剂在选择性的优选方面,几乎还是依靠实验经验^[4],中药分析更是如此。当然,在实践中参考文献介绍的展开溶剂的选择方法,以减少盲目性还是很必要的;可以期待更加科学更为实用的展开剂优选方法将被开发和研究。

在比较和选用展开剂时,应该多作比较,不同的展开剂分离效果,有时相差很悬殊,如黄连用的不同展开剂所得到的色谱分离度相差很大(图17:正丁醇-冰醋酸-水[7:2:1];图18:正丁醇-氯仿-丙酮-冰醋酸-水[7:5:4:1:1];图19:苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液[6:3:1.5:0.5]);不同展开剂对人参皂甙的分离效果同样也很不相同(图20~24:S-1:氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10;下层);S-2:氯仿-甲醇-水(65:35:10;下层);S-3:正丁醇-醋酸乙酯-水(4:1:5;上层);S-4:氯仿-正丁醇-甲醇-水(20:40:15:10;下层);S-5:氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(2:4:2:1;下层)^[9]。这方面的例子很多。同时在判断试验条件时,还不要忘记影响色谱质量的其他因素。

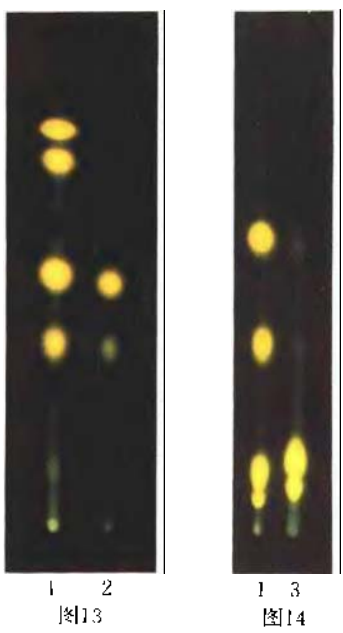


图15(预平衡)

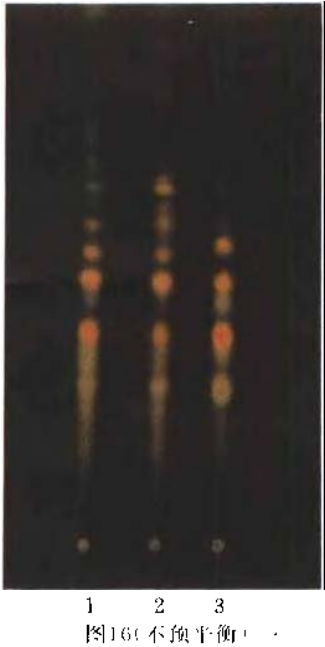


图16(不预平衡)

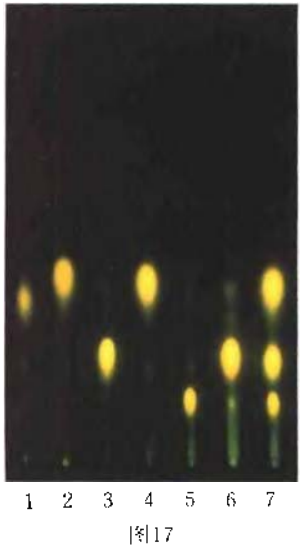


图17

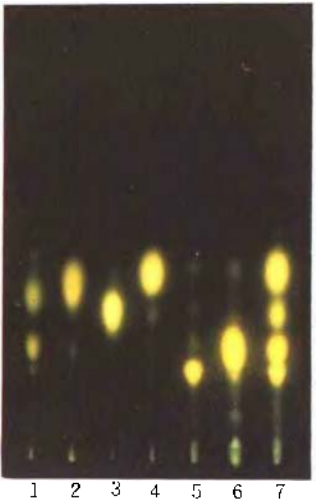


图18

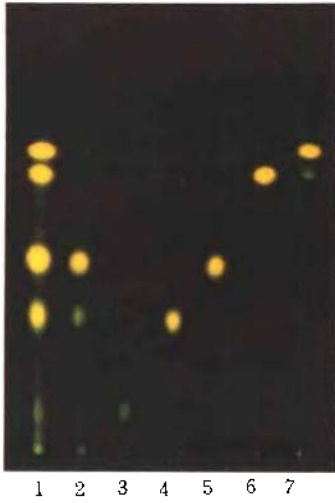


图19

图13、14 样品: 1. 黄连; 2. 川黄柏; 3. 关黄柏。
图16 样品: 1~2, 人参; 3, 西洋参。
图15 样品: 1~5, 人参; 6, 西洋参; 7, 人参皂甙对照品。
图17、18 样品: 1. 非洲防己碱; 2. 药根碱; 3. 巴马汀; 4. 小檗碱; 5. 表小檗碱; 6. 黄连碱; 7. 卜黄连。
图19 样品: 1. 黄连; 2. 黄柏; 3. 非洲防己碱+药根碱; 4. 巴马汀; 5. 小檗碱; 6. 表小檗碱; 7. 黄连碱。

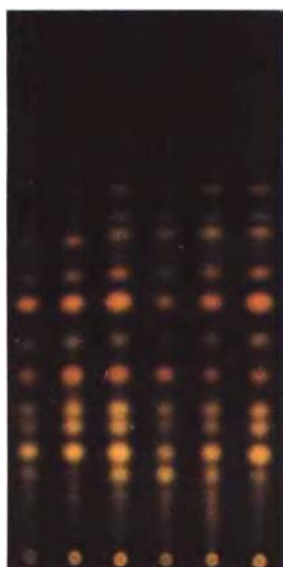


图20

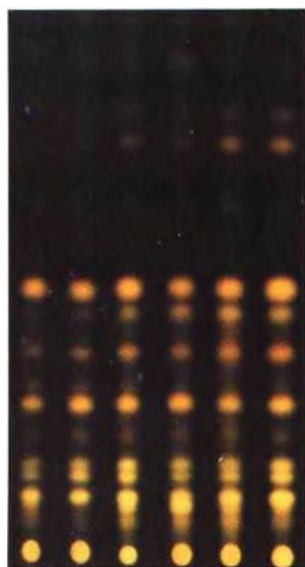


图21

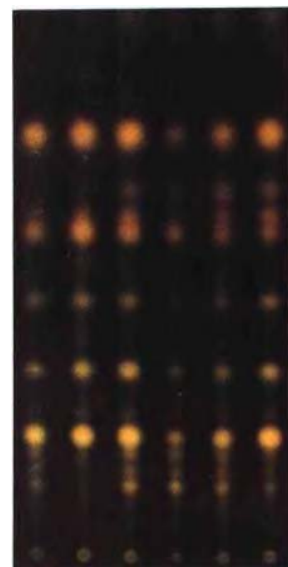


图22

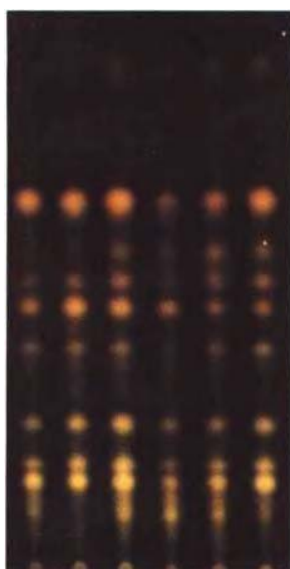


图23



图24

六、温度对薄层色谱的影响

在相对湿度恒定的条件下，一般在较高温度展开时， R_f 值高；反之， R_f 值降低。不过，展开温度如相差 $\pm 5^\circ\text{C}$ 时， R_f 值的变动一般不超过 ± 0.02 ，所以对层析行为影响不大。但是展开时温度相差较大时，则不同程度地影响色谱的质量。如人参用氯仿-甲醇-水(65:35:10)的下层溶液，在较高室温(26°C)展开，得到的色谱(图25)与在较低室温(10°C)展开得到的色谱(图26)相比，分离效果和图谱面貌有很大差别。温度的影响首先在于展开剂中各有机溶剂因沸点、蒸气压、蒸发数目、相对密度等不同而蒸发程度各异，因而在展开剂的空间分布的展开剂组成中各有机溶剂的蒸气比例也发生变化，必然直接影响到欲分离物质的层析行为。其次，由于温度的变化，含水的两相展开剂在放置分层过程或展开时有机相中水的比例也不同，从而不同程度地改变了展开剂的极性，结果影响到色谱的分离度。三七皂甙的薄层鉴别，当用氯仿-甲醇-水(65:35:10)的下层溶液作展开剂，在硅胶高效预制板(MERCK)上，于常温展开时，三七皂甙R1与人参皂甙Re不能分开(图27)；只有在低于 10°C 下展开，才能将二者分离(图28)。

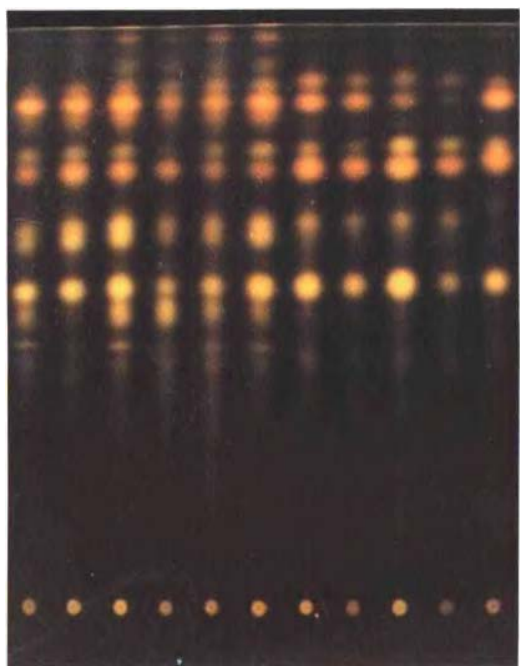


图25

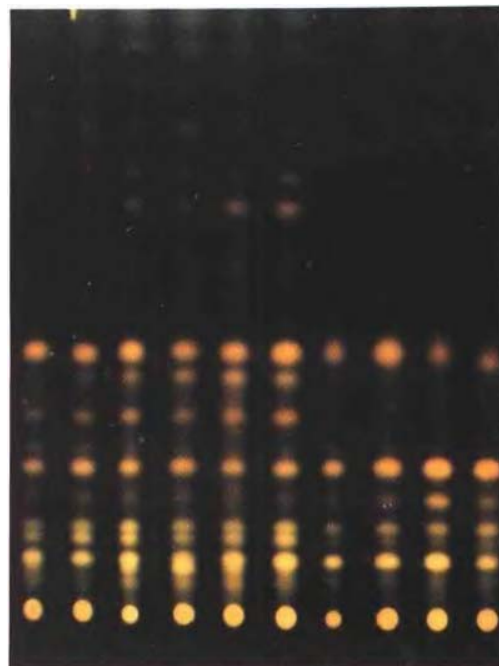


图26

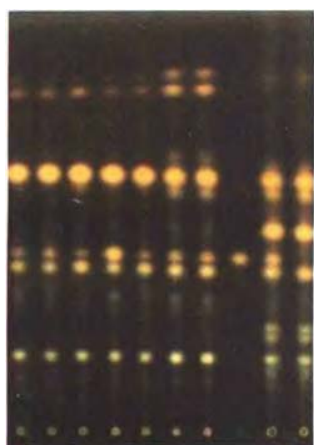


图27



图28

样品:

- 1~7, 三七;
- 8, 三七皂甙R1;
- 9, 三七皂甙R1 + 人参皂甙;
- 10, 人参皂甙。

七、影响薄层色谱的其他因素

除上述主要影响因素外, 操作技巧和熟练程度以及所用的器材溶剂试剂等的质量也是不可忽视的影响薄层色谱质量的因素。如选用了不合规格的预制板, 所得的图谱是扭曲变形的色谱(图29)。同样, 手铺的自制板如板面不均匀, 也不可能得到质量好的色谱, 譬如用不合格的手铺自制板所得到的人参皂甙的薄层色谱是一个难以辨认的图谱(图30)。

展开剂所用的溶剂质量不好, 也直接影响薄层色谱的分离能力, 如大黄的薄层色谱分析用的展开剂中的甲酸乙酯, 遇水容易引起水解, 如用多次开瓶的残存溶剂, 因逐渐吸收大气中的水分而不同程度地分解, 所得的色谱(图31)与用新鲜的溶剂所得的色谱(图32)有明显的差别, 即用了陈旧的甲酸乙酯作展开剂组成的, 色谱中的原来可明显分离的五个蒽醌甙元分离度降低, 芦荟大黄素与大黄酸已不能分开。所以, 在遇到意想不到的结果时, 应多方面的检查原因。

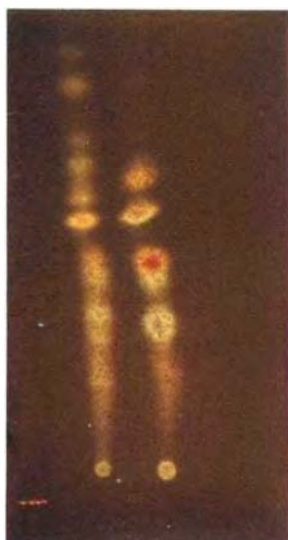


图29

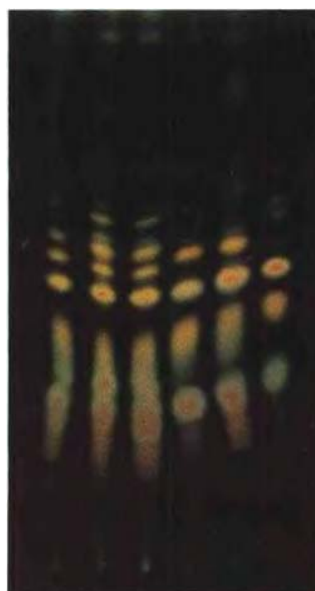


图30

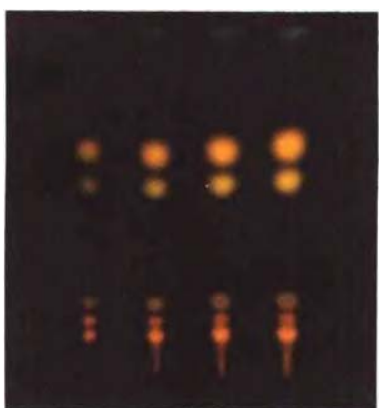


图31

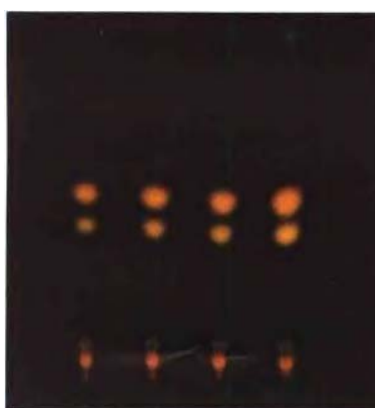


图32

参考文献

- [1] D. Jaenchen. Handbook of Thin Layer Chromatography (Edited by J. Sherma & B. Friedl). New York: Marcel Dekker, Inc., 1991; 114
- [2] R.E.Kaiser. Scope & Limitation of Modern Planar Chromatography. Part 1: Sampling. Journal of Planar Chromatography - Modern TLC. 1988; 1 (3): 182
- [3] 周同惠, 等. 纸色谱和薄层色谱. 北京: 科学出版社, 1989; 17
- [4] F. Geiss. Fundamentals of Thin Layer Chromatography. Heidelberg: Huethig, 1987; 185 - 188
- [5] F. Geiss. Role of the Vapor Phase in Planar Chromatography. Journal of Planar Chromatography - Modern TLC. 1988; 1 (2): 102
- [6] M.J.Bart et al. Handbook of Thin Layer Chromatography (edited by J. Sherma & B. Friedl). New York: Marcel Dekker, Inc., 1991; 71
- [7] 孙毓庆, 等. 薄层扫描法及其在药物分析中的应用. 北京: 人民卫生出版社, 1990; 27
- [8] Szabolcs Nyiredy, et al. The 'PRISMA' Optimization System in Planar Chromatography. Journal of Planar Chromatography-Modern TLC. 1988, 1 (4): 336
- [9] Xie Peishan, et al. HPTLC Fingerprint Identification of Ginseng Drugs. Journal of High Resolution Chromatography & Chromatography Communication. 1987; 10(11)607



各 论

第一章 药 材

人 参

Renshen
RADIX GINSENG

- 供试液制备** 取本品粉末1g，加氯仿40ml，置水浴上回流1小时，弃去氯仿液，药渣挥干残存溶剂，加水0.5ml拌匀湿润后，加水饱和的正丁醇10ml，超声处理30分钟，吸取上清液，加氨试液三倍量，摇匀，放置分层，取上层液蒸干加甲醇溶解，使成1ml，作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取人参对照药材约1g，依上法同样处理，为药材对照液。另取人参皂甙Rb₁、Re、Rg₁对照品，加甲醇溶解，使成每1ml各含2mg的混合溶液，作为对照品溶液。
- 薄 层 板** 1. 硅胶G自制板，厚度500μm
2. 硅胶60预制板(Merck)
- 点 样** 自制板点样1-2μl；常规预制板点样1μl。
- 展 开 剂** 氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)10℃以下放置后的下层溶液。

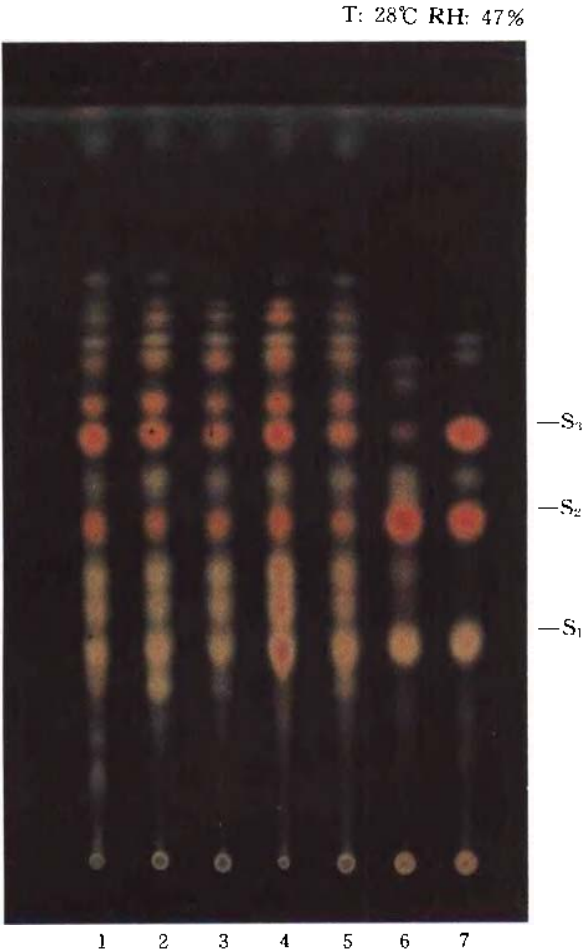


图1—1(自制板，荧光色谱)

样品: 1. 生晒参, 2. 红参, 3. 红参, 4. 朝鲜红参, 5. 朝鲜红参, 6. 西洋参, 7. 人参皂甙Rb₁(S₁)、Re(S₂)、Rg₁(S₃)

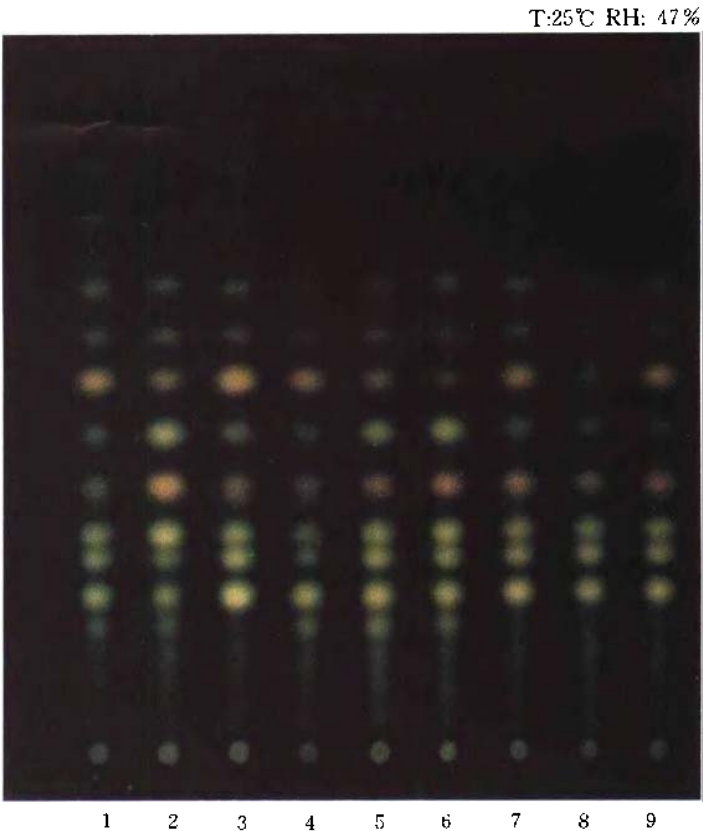


图1—2(预制板，荧光色谱)

样品: 1—8. 人参; 9. 人参对照药材。

展开方式 展开箱加展开剂预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 12~14cm

显色 硫酸乙醇溶液(1→10), 105℃加热数分钟至斑点显色清晰, 分别置日光及紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品的可见光色谱及荧光色谱与对照药材色谱基本相符; 主斑自下而上为Rb₁、Rc、Rg₁₀。

注意事项 自制薄层板应临用前新鲜制备, 点样后须在五氧化二磷真空干燥器内放置过夜, 用一定浓度的硫酸溶液控制所需要的相对湿度(30%~60%)后, 再展开, 在高湿度环境下尤应注意。

备注 1. 供试品溶液制备时正丁醇萃取液用稀氨水洗涤, 可减少色谱的拖尾现象。
 2. 样品供试液也可用下法制备: 称取人参粉末约1g, 加氯仿30ml于超声浴中处理15分钟, 弃去氯仿液, 药渣挥干, 加甲醇30ml, 于超声浴中处理20分钟, 滤取甲醇液, 于水浴上蒸发至干, 加水约2ml溶解, 溶液通过C-18小柱, 先用水20ml洗涤, 继用70%甲醇20ml洗脱, 收集此洗脱液于水浴上蒸干, 残渣加甲醇溶解, 使成每ml约含15mg的溶液。
 3. 人参的不同部位因所含的各人参皂甙的量互有差异, 如须根Rb₁含量低, Rd则含量高与主根Rb₁含量高Rd含量低恰成对比, 地上部分主要含各“微量皂甙”(在色谱的上部)所以主根、侧根须根和地上部分的“指纹图谱”互有差别, 须仔细比较。

方法一

供试液制备 取本品粉末0.5g, 加水约5滴, 搅匀, 再加以水饱和的正丁醇5ml, 密塞, 振摇约10分钟, 放置2小时, 离心, 取上清液, 加以正丁醇饱和的水3倍, 摇匀, 放置使分层(必要时离心)。取正丁醇层, 置蒸发皿中, 蒸干, 残渣加甲醇溶解, 使成1ml, 作为供试品溶液。

三七
Sanqi
RADIX NOTOGINSENG

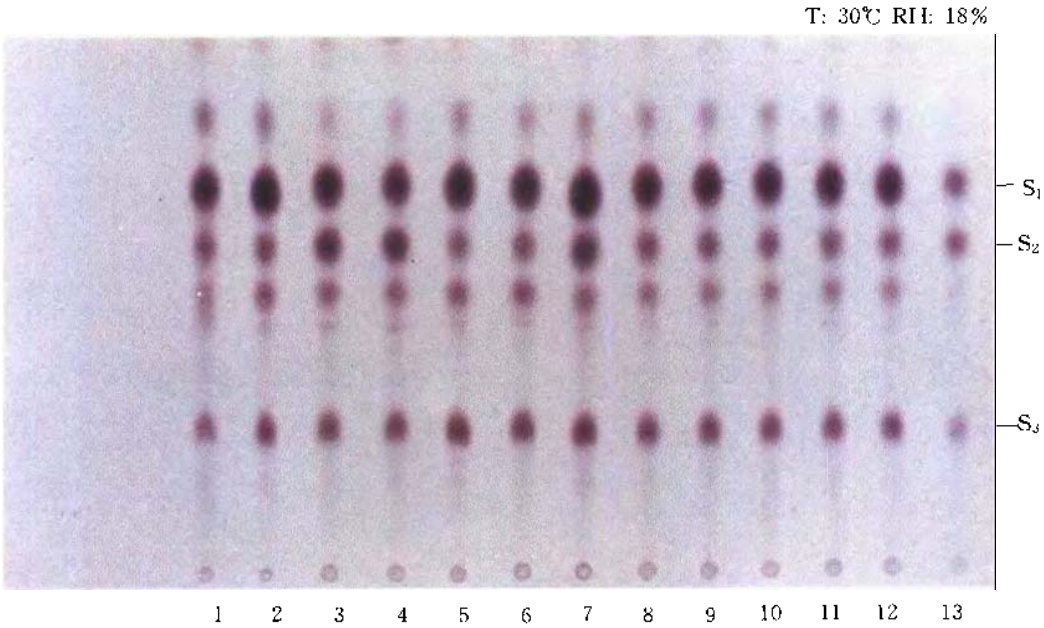


图 1 · 3
样品: 1~12. 三七; 13. Rb₁(S₁)+Re+R₁(S₂)+Rg₁(S₄)。

对照液制备	取人参皂甙 Rb_1 , Rg_1 , 及三七皂甙 R_1 对照品, 加甲醇制成每 1 ml 各含 2.5mg 的混合溶液, 作为对照品溶液。
薄层板	硅胶G自制板; 厚度: 500 μ m
点样	供试液与对照液分别点样 1 μ l
展开剂	正丁醇-醋酸乙酯-水(4:1:5)的上层溶液
展开方式	展开箱用展开剂预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8 cm
显色	喷以硫酸乙醇溶液(1 $\rightarrow$ 10), 105℃加热数分钟, 至斑点显色清晰, 置日光下检视。
色谱识别	供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同的三个紫红色主斑点。
备注	1. 本色谱的点样量由10 μ l减少至1 μ l; 因点样量10 μ l, 图谱质量太差。 2. 本色谱所用对照品还增加了人参皂甙 Re , 其顺序自下而上依次为: Rb_1 , $Re+R_1$, Rg_1 , 即用此展开系统不能使人参皂甙 Re 与三七皂甙 R_1 分开。 3. 此项鉴别是本版药典沿用的1985年版的试验条件。

方法二*

供试液制备	取本品粉末0.5g, 加水约5滴, 搅匀, 再加以水饱和的正丁醇5 ml, 密塞, 振摇约10分钟, 放置2小时, 离心, 取上清液, 加以正丁醇饱和的水3倍量, 摇匀, 放置使分层(必要时离心), 取正丁醇层, 置蒸发皿中, 蒸干, 残渣加甲醇溶解使成1 ml, 作为供试品溶液。
对照液制备	取人参皂甙 Rb_1 , Rg_1 及三七皂甙 R_1 对照品, 加甲醇制成每 1 ml 各含 0.5mg 的混合溶液, 作为对照品溶液; 另取三七对照药材0.5g, 按供试液制备项下方法, 制成对照药材溶液。
薄层板	高效硅胶60预制板(Merck)
展开剂	氯仿-甲醇-水(65:35:10)10℃以下放置后的下层溶液。
点样	供试液与对照液分别点样0.2 μ l
展开方式	展开箱预平衡15分钟; 于10℃以下上行展开; 展距7 cm
显色	喷以硫酸乙醇液(1 $\rightarrow$ 10), 105℃加热数分钟, 至有清晰斑点出现, 置紫外光灯(365nm)下检视。
色谱识别	供试品色谱与对照药材色谱基本相符, 主斑与对照品相对应, 自下而上为: 人参皂甙 Rb_1 , Re , 三七皂甙 R_1 , 人参皂甙 Rg_1 。
注意事项	1. 相对湿度应控制在45%左右, 湿度过高, 展开剂易产生“脱混”致使色谱斑点变形移位。 2. 本展开剂是人参皂甙常用展开剂之一, 关键是展开时温度应在10℃左右, 否则, 温度稍高, 则人参皂甙 Re 与三七皂甙 R_1 重叠, 不能分开。
备注	1. 为便于确认, 本图谱对照品增多了人参皂甙对照品, 样品13的各斑点自下而上依次为 Rb_1 , Rb_2 , R_c , Re , R_d , Rg_1 。 2. 本图谱的展开条件目的是鉴别三七皂甙 R_1 , 如与人参, 西洋参相比较, 仍可采用人参的展开剂(图3—1), 三者色谱易于区分。 3. 本版药典正文的展开条件, 未能将人参皂甙 Re 与三七皂甙 R_1 分开(图1—3)。

*为该品种用本版药典正文规定以外的色谱条件所得的图谱(下同)。

T: 10°C RH: 47%

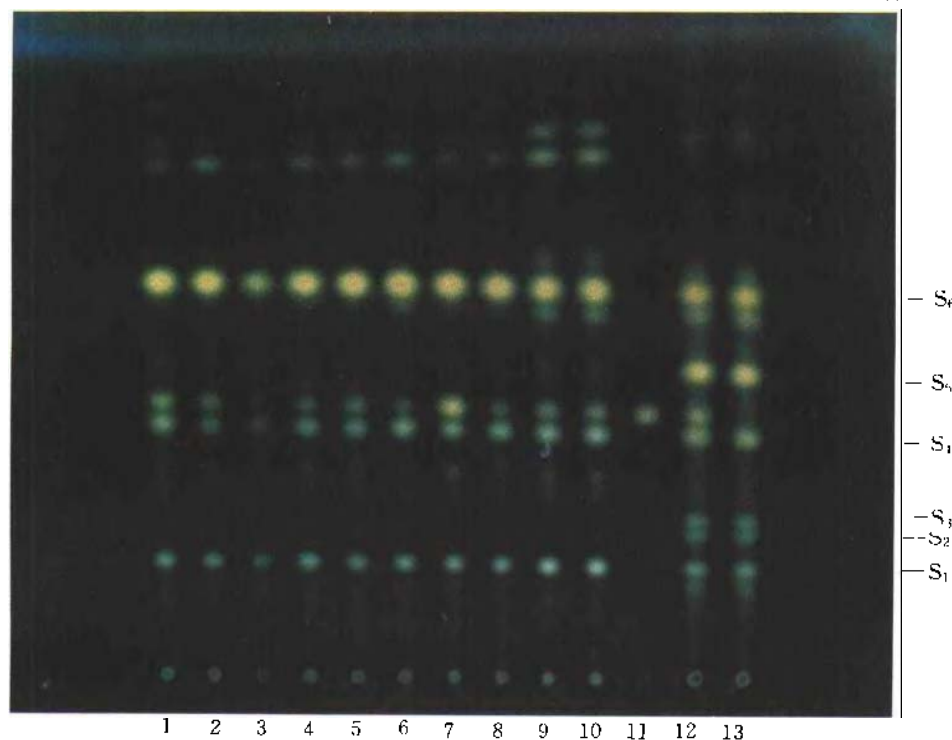


图 1-4

样品:

- 1~10 三七; 11. 三七皂甙 R_1 ;
12. 人参皂甙对照+三七皂甙 R_1 ;
13. 人参皂甙对照($R_{b1}(S_1)$, $R_{b2}(S_2)$, $R_c(S_3)$, $R_e(S_4)$, $R_d(S_5)$, $R_{g1}(S_6)$).

供试液制备 取本品粉末0.5g, 加氯仿20ml, 置水浴中回流 1 小时, 滤过, 滤液浓缩至 1 ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取靛蓝、靛玉红对照品, 加氯仿制成每 1 ml 各含 1 mg 的混合溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G白制板; 厚度: 500 μ m

点样 供试液与对照液分别点样 5 μ l

展开剂 苯-氯仿-丙酮(5 : 4 : 1)

展开方式 上行展开; 展距: 5 ~ 7 cm

显色 日光下检视。

色谱识别 供试品色谱在与靛蓝(上)、靛玉红(下)对照品相应的位置上, 分别显一个蓝色斑点和一个紫红色斑点。

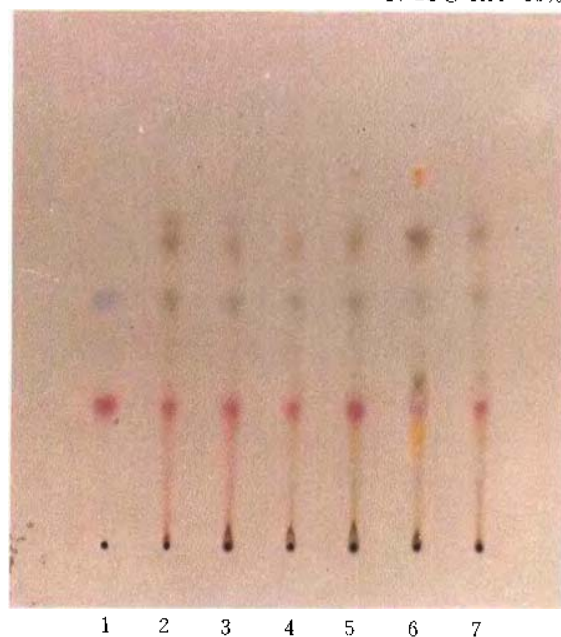
注意事项 1. 靛蓝对照品溶液宜新鲜制备。
2. 展开后, 靛蓝斑点放置时间久易褪色。

大 青 叶

Daqingye

FOLIUM ISATIDIS

T: 22°C RH: 60%



样品: 1. 靛蓝+靛玉红; 2~7. 大青叶。

图 1-5

大 黄

Dahuang

RADIX ET RHIZOMA RHEI

方法一

供试液制备 取本品粉末0.1g,加甲醇20ml浸渍1小时,滤过,取滤液5ml,蒸干,加水10ml使溶解,再加盐酸1ml,置水浴上加热30分钟,立即冷却,用乙醚提取两次,每次20ml,合并乙醚液,蒸干,残渣加氯仿溶解,使成1ml,作为供试品溶液。

对照液制备 取大黄对照药材0.1g,同法制成对照药材溶液;另取大黄酸对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。

薄 层 板 硅胶H加0.3%羧甲基纤维素钠的自制板;厚度:300 μ m

点 样 供试液与对照药材溶液及对照品溶液分别点样4 μ l

展 开 剂 石油醚(30~60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液。

展 开 方 式 上行展开;展距:7cm

显 色 置紫外光灯(365nm)下检视;再置氨蒸气中熏数分钟后,日光下检视。

色 谱 识 别 紫外光灯(365nm)下,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同的五个橙黄色荧光主斑点;在与大黄酸对照品色谱相应的位置上,显相同的橙黄色荧光斑点;经氨蒸气熏后,置日光下检视,斑点变为红色。

注 意 事 项 展开剂要新鲜配制不要反复使用。

备 注 1. 供试品色谱中,五个橙黄色荧光斑点自下而上依次为:芦荟大黄素,大黄酸,大黄素,大黄素甲醚,大黄酚。

2. 本展开剂在配制时有不易察见的分层现象,故规定用上层溶液。

3. 药典正文只规定有大黄酸对照品,其余斑点的归属可参见本图谱。

T: 23℃ RH: 63%

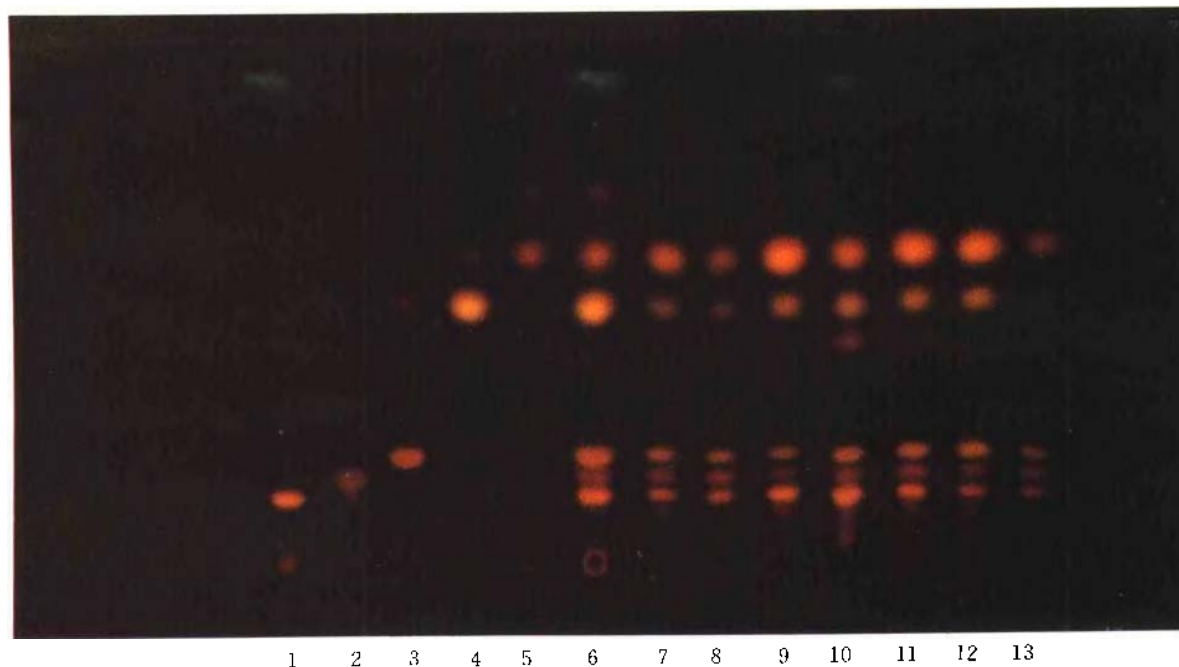


图1—6(荧光色谱)

样品:

- | | | | |
|------------|----------------|-------------------|------------|
| 1. 芦荟大黄素*; | 4. 大黄素甲醚; | 7. 大黄对照药材(掌叶大黄); | 10~13. 大黄。 |
| 2. 大黄酸; | 5. 大黄酚*; | 8. 大黄对照药材(唐古特大黄); | |
| 3. 大黄素; | 6. 混合对照品(1~5); | 9. 大黄对照药材(药用大黄); | |

方法二*

供试液制备 取本品粉末0.1g, 加甲醇20ml浸渍1小时, 滤过, 取滤液5ml, 蒸干, 加水10ml使溶解, 再加盐酸1ml, 置水浴上加热30分钟, 立即冷却, 用乙醚提取两次, 每次20ml, 合并乙醚液, 蒸干, 残渣加氯仿溶解, 使成1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取大黄对照药材0.1g, 同法制成对照药材溶液; 另取大黄酸对照品, 加甲醇制成每1ml含1mg的溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶H加0.3%羧甲基纤维素钠的自制板; 厚度: 300 μm

点样 供试液与对照药材溶液及对照品溶液分别点样4 μl

展开剂 正己烷-醋酸乙酯-甲酸(30:10:0.5)

展开方式 上行展开; 展距: 8 cm

显色 置紫外光灯(365nm)下检视; 再置氨蒸气中熏数分钟后, 日光下检视。

色谱识别 紫外光灯(365nm)下, 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同的五个橙黄色荧光主斑点; 在与大黄酸对照品色谱相应的位置上, 显相同的橙黄色荧光斑点; 经氨蒸气熏后, 置日光下检视, 斑点变为红色。

注意事项 相对湿度控制在50%以下为好。

备注 1. 供试品色谱中, 五个橙黄色荧光斑点自下而上依次为: 芦荟大黄素, 大黄酸, 大黄素, 大黄素甲醚, 大黄酚。
2. 本图谱所用的展开剂主要将药典正文所用展开剂中的甲酸乙酯改为醋酸乙酯, 性质较稳定, 色谱重现性更好。

T: 18℃ RH: 10%

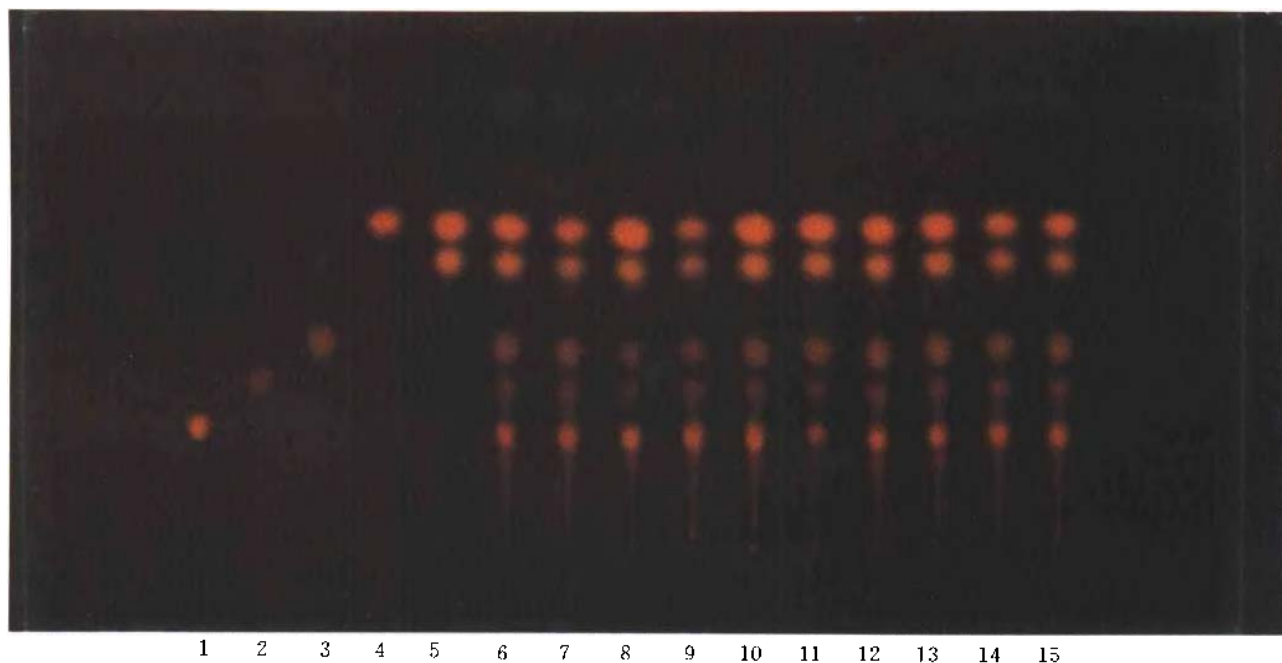


图1—7(荧光色谱)

样品:

- | | | |
|------------|------------------|-------------------|
| 1. 芦荟大黄素*; | 4. 人黄酚*; | 7. 大黄对照药材(唐古特大黄); |
| 2. 大黄酸; | 5. 大黄素甲醚+人黄酚*; | 8. 大黄对照药材(药用大黄); |
| 3. 大黄素; | 6. 大黄对照药材(掌叶大黄); | 9~15. 大黄。 |

T: 18℃ RH: 10%

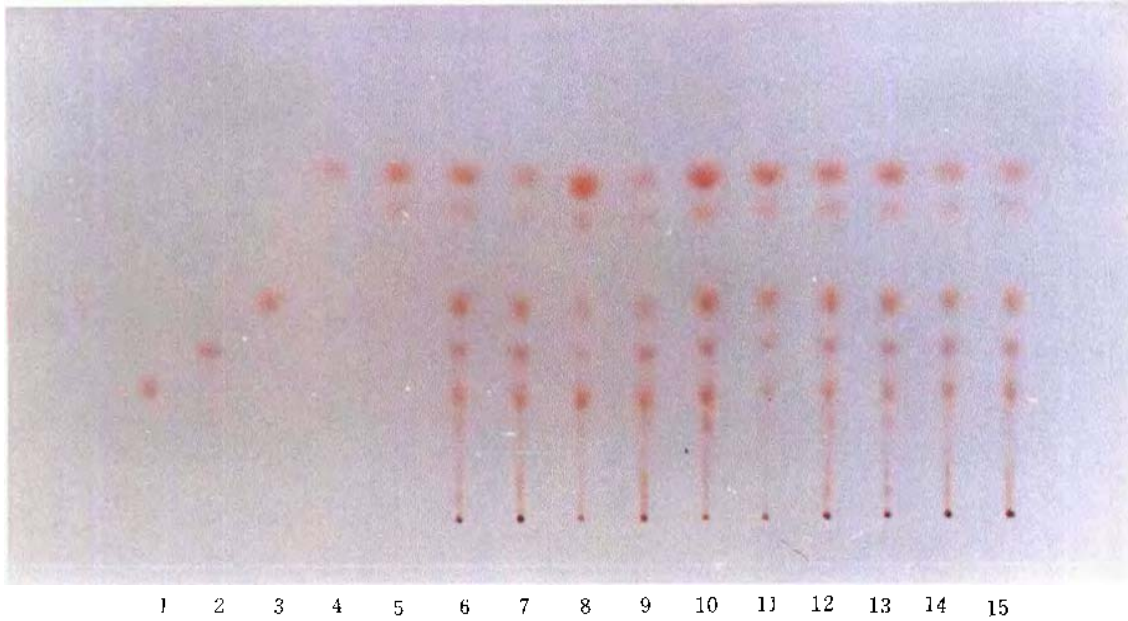


图1 8 (氨熏, 可见光色谱)

样品:

- | | | |
|------------|------------------|-------------------|
| 1. 芦荟大黄素*; | 4. 大黄酚*; | 7. 大黄对照药材(唐古特大黄); |
| 2. 大黄酸; | 5. 大黄素甲醚+大黄酚*; | 8. 大黄对照药材(药用大黄); |
| 3. 大黄素; | 6. 大黄对照药材(掌叶大黄); | 9~15. 大黄。 |

山豆根*

Shandougen

RADIX SOPHORAE

TONKINENSIS

供试液制备 取本品0.5g, 加氯仿25ml, 浓氨溶液0.3ml, 振摇, 放置过夜, 滤过, 滤液于水浴上蒸干, 用氯仿-甲醇(8 : 2)溶解后, 通过

T: 24℃ RH: 58%

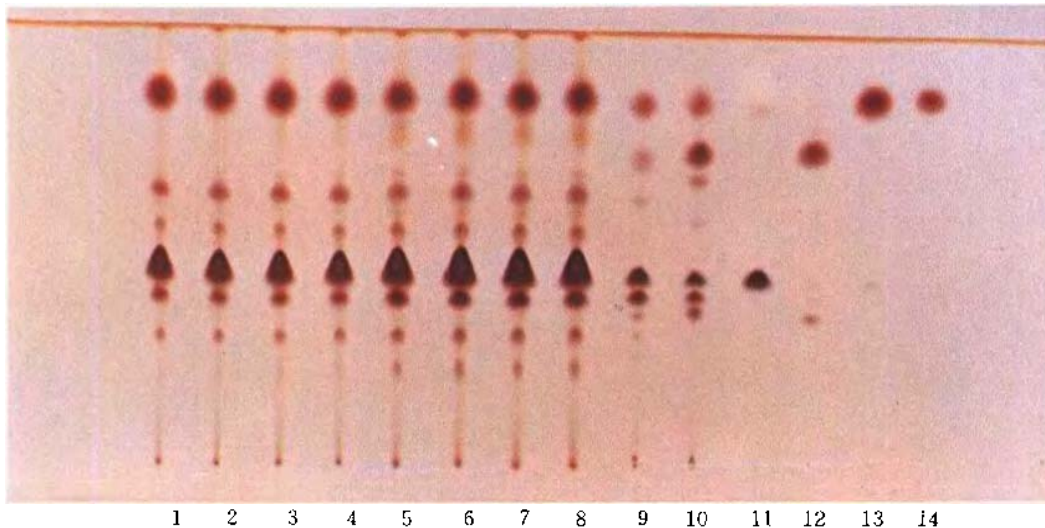


图1—9

样品:

- | | | |
|-----------|------------|----------|
| 1~8. 山豆根; | 11. 氧化苦参碱; | 13. 苦参碱; |
| 9~10. 苦参; | 12. 槐定碱; | 14. 槐果碱。 |

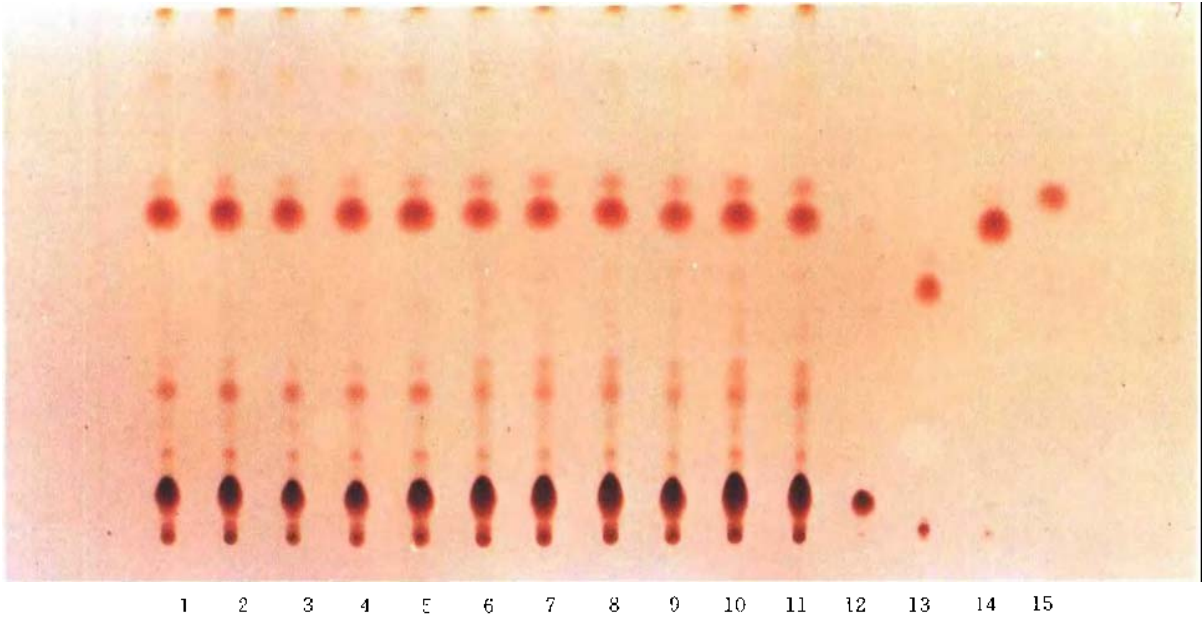


图1—10

样品:
1—11. 山豆根; 13. 槐定碱; 15. 槐果碱*。
12. 氧化苦参碱; 14. 苦参碱*;

- 氧化铝小柱(5 g), 用氯仿-甲醇(8 : 2)50ml洗脱, 蒸干洗脱液, 残渣加氯仿溶解使成1 ml, 作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取氧化苦参碱对照品, 加乙醇制成每1 ml含0.2mg的溶液, 作为对照品溶液。
- 薄层板** 硅胶G加2 %NaOH自制板;厚度: 500 μ m
- 点样** 供试品溶液与对照品溶液分别点样2 μ l
- 展开剂** 氯仿-甲醇-浓氨溶液(5 : 0.6 : 0.3)10℃以下放置后的下层溶液
- 展开方式** 上行展开; 展距: 8 cm
- 显色** 喷以稀碘化铋钾试液和5 %亚硝酸钠70%的乙醇液, 日光下观察。
- 色谱识别** 供试品色谱中, 在与对照品氧化苦参碱色谱相应的位置上, 显相同的棕色斑点。
- 注意事项** 在25℃以下展开为好。
- 备注** 1. 本图谱(图1—9)除氧化苦参碱外, 还增设了苦参碱、槐定碱、槐果碱对照品, 可以看出与苦参(图谱中样品9, 10)相比, 山豆根中氧化苦参碱含量较高, 不含槐定碱是其特征。
2. 本图谱(图1—9)所用的展开系统主要展示氧化苦参碱以下的生物碱部分。
3. 如主要检出是否含槐定碱以与苦参区别, 可用苯-丙酮-甲醇(8 : 3 : 0.5), 展开8 cm, 同法显色。在与槐定碱相应的位置上未检出斑点(图1—10)。如无槐定碱对照品, 可在同一板加点苦参对照药材溶液。

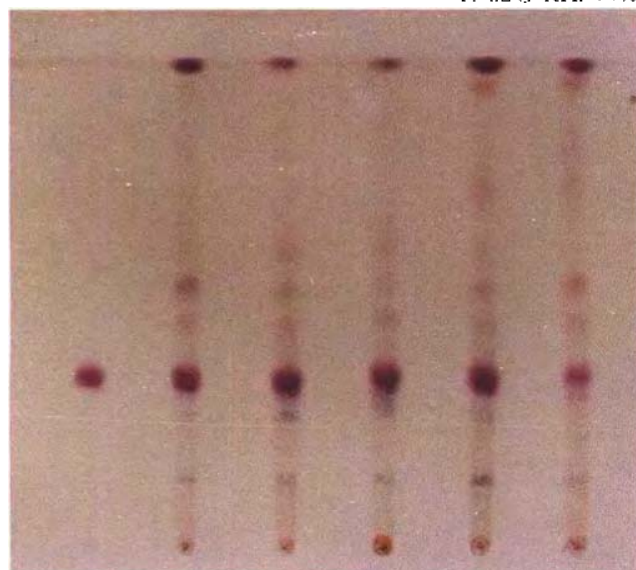
山 楂*

Shanzha

FRUCTUS CRATAEGI

供试液制备 取本品粉末0.5g,加醋酸乙酯2 ml,浸渍24小时,取上清液作为供试品溶液。

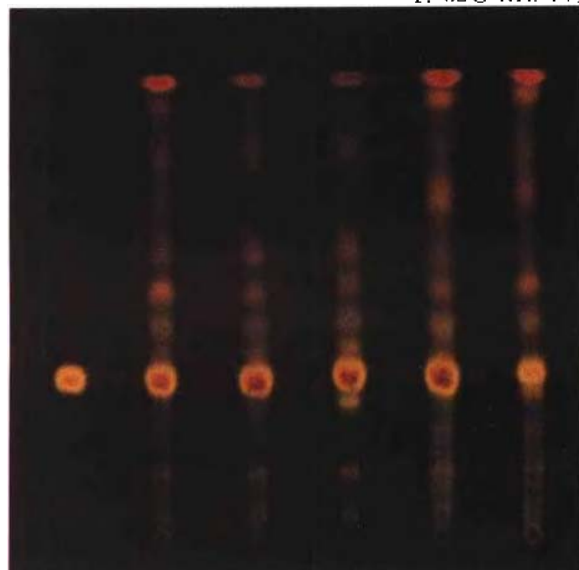
T: 32℃ RH: 74%



1 2 3 4 5 6

图1-11(显色后,可见光色谱)

T: 32℃ RH: 74%



1 2 3 4 5 6

图1-12(显色后,荧光色谱)

样品: 2~4. 山楂(北山楂);
1. 熊果酸; 5~6. 山楂(南山楂)。

对照液制备 取熊果酸对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。

薄层板 硅胶H加0.1mol/L磷酸二氢钠的0.3%羧甲基纤维素钠水溶液自制板;厚度: 300 μ m

点样 供试品溶液点样4 μ l; 对照品溶液点样2 μ l

展开剂 甲苯 醋酸乙酯-甲酸(20:4:0.5)

展开方式 上行展开;展距: 约7 cm

显色 喷以硫酸乙醇溶液(3 $\rightarrow$ 10); 80℃加热数分钟,至斑点显色清晰,置日光和紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 日光下观察,供试品色谱中部可见与熊果酸对照品相同的紫红色斑点为主斑。紫外光灯下的荧光色谱除熊果酸显橙黄色荧光斑点外,尚有其他荧光斑点,可供辅助鉴别。

注意事项 1. 显色加热时间不宜过长,否则薄层板表面易炭化而背景被污染。

2. 供试液制备可用超声处理15分钟以代替冷浸,时间缩短。

备注 本图谱以熊果酸为鉴别特征,南山楂与北山楂区别不明显。

川 贝 母*

Chuanbeimu

BULBUS FRITILLARIAE

CIRRHOSEAE

供试液制备 取本品粉末10g,加浓氨试液2 ml,氯仿20ml,搅拌放置过夜,滤过,滤液蒸干,残渣加氯仿0.4ml使溶解,作为供试品溶液。

对照液制备 取贝母素甲,贝母素乙对照品,加氯仿制成每1 ml各含0.5mg的混合溶液,作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G加2%氢氧化钠水溶液自制板;厚度: 500 μ m

点 样	供试品溶液与对照液分别点样 2 μ l
展 开 剂	氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(30:40:20:10)10℃以下放置后的下层溶液
展 开 方 式	展开箱不预平衡; 上行展开; 展距: 8 cm
显 色	依次喷以稀碘化铋钾试液和 5 % 亚硝酸钠试液, 日光下检视。
色 谱 识 别	供试品色谱与对照药材之一的色谱相符, 不同样品供试液色谱中贝母素甲的斑点清晰程度不一, 如炉贝则不易检出。贝母素乙均可检出, 但因含量不同, 斑点的清晰度也不相同, 如松贝色谱中此斑点较为明显。
注 意 事 项	1. 展开剂在 5℃ 以下分层最好, 展开时的温度控制在 25℃ 以下(尽量在低温下展开)。 2. 相对湿度控制在 60% 左右为好。 3. 喷亚硝酸钠乙醇试液的目的是使斑点更清晰; 只喷稀碘化铋钾试液显色亦可。
备 注	1. 从整体看松贝、青贝的色谱相近, 均可检出 6 ~ 8 个生物碱斑点, 斑点大小几乎相同, 其中两个斑点分别与贝母素甲和贝母素乙的斑点位置相符, 而炉贝的色谱比较简单, 贝母素乙斑点下方相邻的生物碱斑点较为明显, 而且成为色谱中的主要斑点, 贝母素甲的斑点难以察见。 2. 本品生物碱含量较低, 故取样量大。 3. 本版药典未收载本品的薄层鉴别, 此图谱可供鉴别时参考。

T: 22℃ RH: 58%

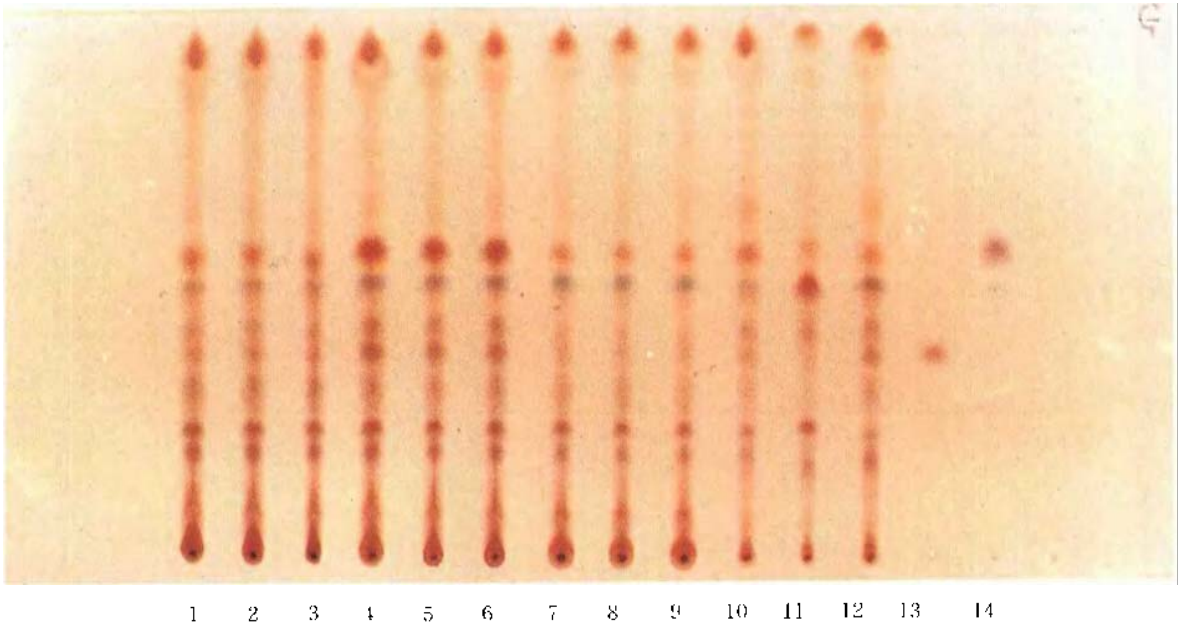


图 1—13

样品:	
1—9 川贝;	12. 川贝(青贝)对照药材;
10. 川贝(松贝)对照药材;	13. 贝母素甲;
11. 川贝(炉贝)对照药材;	14. 贝母素乙

广 藿 香

Guanghuoxiang

HERBA POGOSTEMONIS

- 供试液制备** 取本品照挥发油测定法所得的挥发油0.5ml, 加醋酸乙酯稀释至成5ml, 作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取百秋李醇对照品, 加醋酸乙酯制成每1ml含2mg的溶液, 作为对照品溶液。
- 薄层板** 硅胶G自制板; 厚度: 500 μ m
- 点样** 供试液与对照液分别点样1~2 μ l
- 展开剂** 石油醚(30~60℃)-醋酸乙酯-冰醋酸(95:5:0.2)
- 展开方式** 上行展开; 展距: 8cm
- 显色** 喷以5%三氯化铁乙醇溶液, 热风吹至斑点显色清晰后, 置日光下检视。
- 色谱识别** 供试品色谱下部, 加热前显一黄色斑点, 为广藿香酮; 加热显色后, 在与百秋李醇对照品相应的位置上, 显一相同的紫堇色斑点。

T: 25℃ RH: 50%

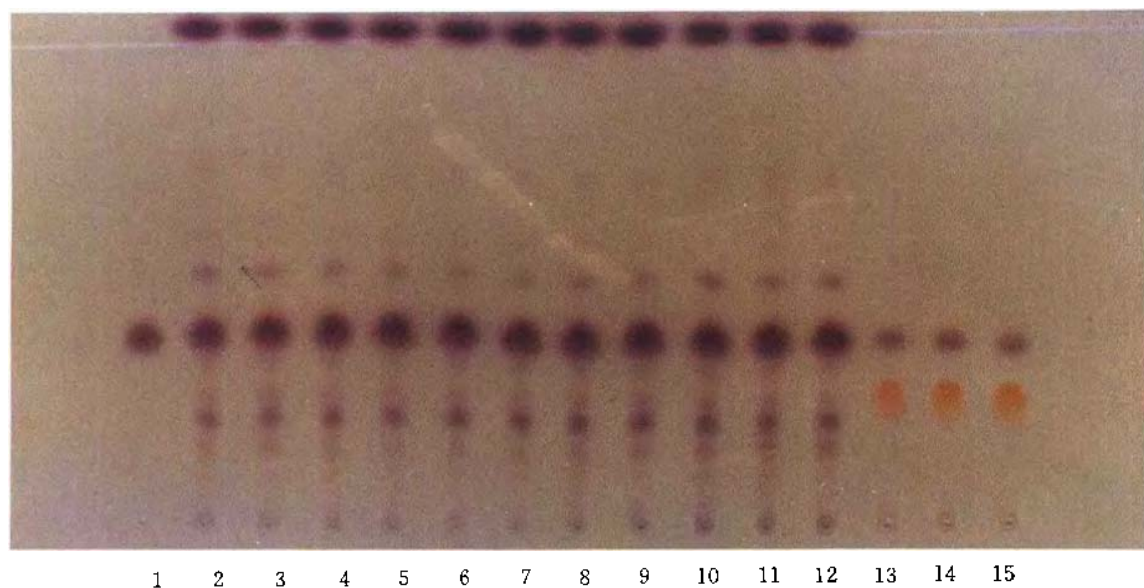


图1—14(加热显色后, 可见光色谱)

样品: 1. 百秋李醇; 2~12. 广藿香(海南广藿香); 13~15. 广藿香(石牌广藿香)。

T: 25℃ RH: 50%

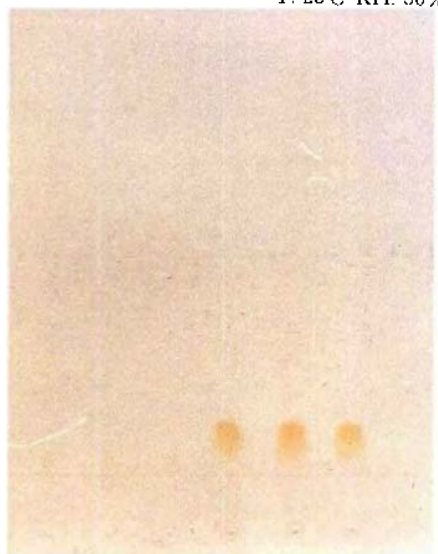


图1—15(喷显色剂后, 可见光色谱)

- 备 注**
1. 在较低温度展开时, 百秋李醇等斑点位置偏低。
 2. 广藿香商品分为海南藿香与石牌藿香两大类, 前者含油量高, 除色谱前沿显色的部分(为不含氧的倍半萜类成分)外, 主含百秋李醇, 广藿香酮含油量很低, 喷三氯化铁不加热显色, 广藿香酮的黄色斑点很模糊; 加热显色后, 百秋李醇斑点明显; 后者主产广州石牌地区, 含量低, 不含氧的倍半萜成分含量也低, 在色谱前沿有微弱斑点或难以察见, 但广藿香酮含量较高, 故喷三氯化铁后, 即可察见明显的黄色斑点, 加热后, 也可见到紫堇色的百秋李醇斑点, 但较弱, 借此可将二者区分。

样品:

- 1~3. 广藿香(海南广藿香);
4~6. 广藿香(石牌广藿香)。

供试液制备 取本品粉末0.5g, 加氯仿-乙醇(10:1)混合液5ml与浓氨试液0.5ml, 密塞, 振摇5分钟, 放置2小时, 滤过, 滤液浓缩至1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取土的宁碱和马钱子碱对照品, 加氯仿制成每1ml各含2mg的混合溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G自制板; 厚度: 500 μm

点样 供试液与对照液分别点样 2 μl

展开剂 甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液(4:5:0.6:0.4)

展开方式 展开箱用展开剂预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8 cm

显色 依次喷以碘化铋钾试液和亚硝酸钠试液, 日光下检视。

色谱识别 供试品色谱中, 在与马钱子碱(下), 土的宁碱(上)对照品相应的位置上, 显相同的棕色斑点。

马 钱 子

Maqianzi

SEMEN STRYCHNI

T: 31℃ RH: 18%

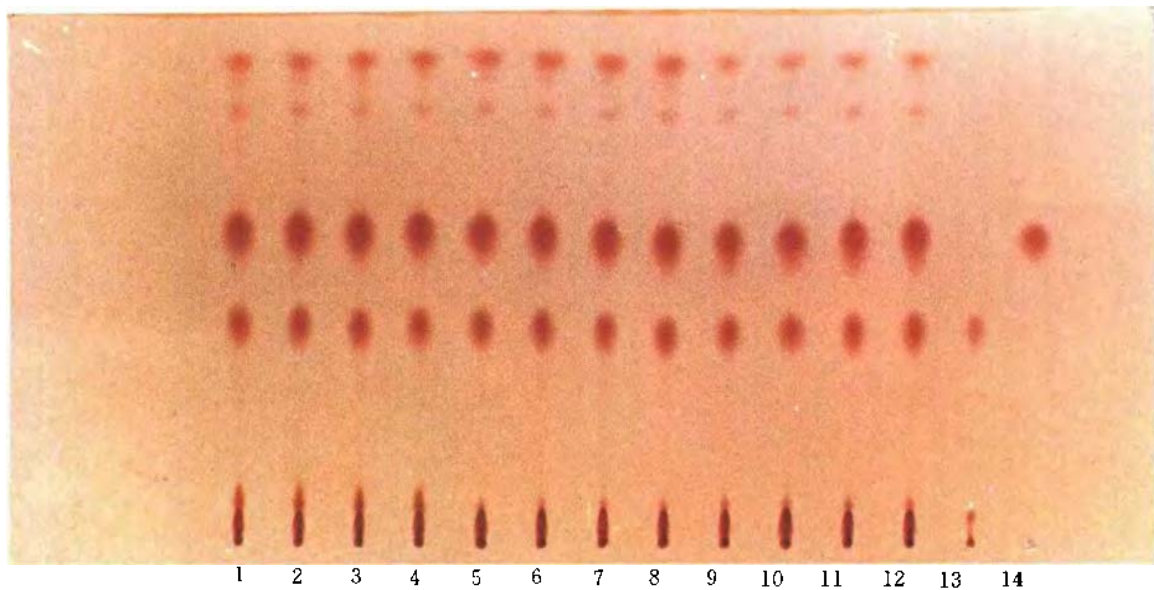


图1 16

样品:

1~12. 马钱子; 13. 马钱子碱; 14. 土的宁碱。

注意事项 在低湿度下展开层析效果较好。

备 注 1. 除了用碘化铋钾试液显色外, 还增加了喷亚硝酸钠试液显色, 目的是提高显色的灵敏度。

2. 此项鉴别是本版药典沿用的1985年版的试验条件。

供试液制备 取本品粉末1g, 加石油醚(30~60℃)10ml, 超声处理15分钟, 弃去石油醚液, 同上再处理一次, 药渣挥干溶剂, 加浓氨试液与乙醇的等量混合液2ml湿润, 加氯仿20ml, 超声处理15分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加无水乙醇溶解, 使成0.5ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取硫酸阿托品和氢溴酸东莨菪碱对照品, 加无水乙醇制成每1ml各含1mg的混合溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G自制板; 厚度: 250 μm

天 仙 子

Tianxianzi

SEMEN HYOSCYAMI

点	样	供试液与对照液分别点样 5 μ l
展	开	剂 醋酸乙酯-甲醇-浓氨试液(17 : 2 : 1)
展	开	方 式 上行展开; 展距: 8 cm
显	色	依次喷以碘化铋钾试液与亚硝酸钠乙醇试液, 日光下检视。
色	谱	识别 供试品色谱中, 在与硫酸阿托品(下), 氢溴酸东莨菪碱(上)对照品相应的位置上, 显相同的两个棕红色斑点。
注	意	事 项 展开时温度在20~25℃左右, 相对湿度控制在32%以下为好。

T : 21℃ RH : 32%

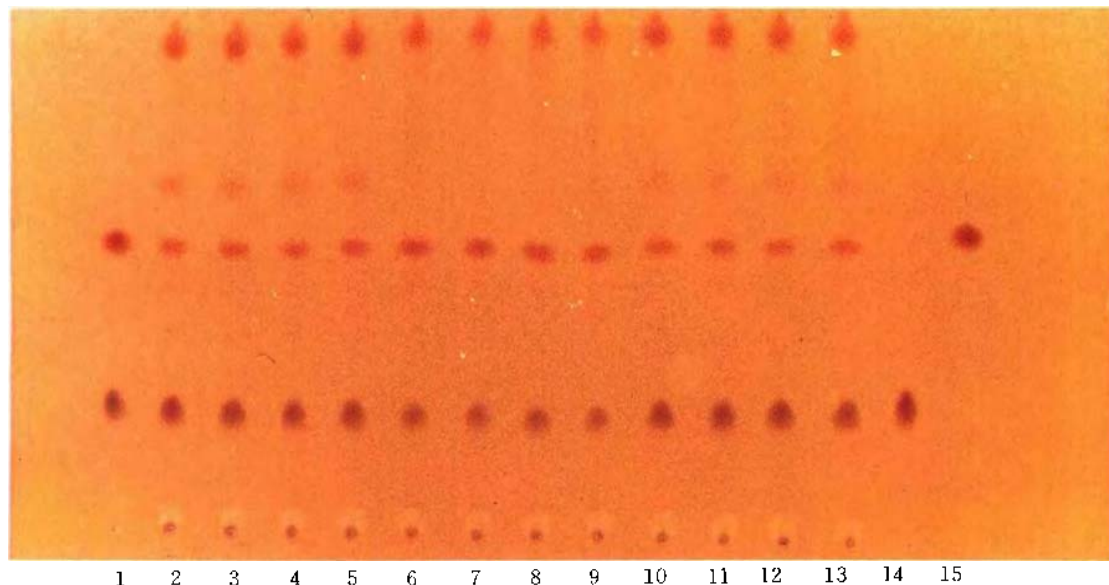


图 1—17

样品:

- | | |
|--------------|-----------|
| 1. 阿托品+东莨菪碱; | 14. 阿托品; |
| 2—13. 天仙子; | 15. 东莨菪碱。 |

五 味 子

Wuweizi

FRUCTUS SCHISANDRAE

供试液制备	取本品粉末1g, 加氯仿30 ml, 置水浴上加热回流1.5小时, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加氯仿 1ml使溶解, 作为供试品溶液。
对照液制备	取五味子醇乙, 五味子甲素和五味子乙素对照品, 加氯仿制成每 1ml各含1mg的溶液, 作为对照品溶液。
薄 层 板	硅胶GF254加0.3%羧甲基纤维素钠的自制板; 厚度: 250 μ m
点	样 供试液与对照液分别点样 2 μ l
展	开 剂 石油醚(30~60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15 : 5 : 1)的上层溶液
展	开 方 式 上行展开; 展距: 8 cm
显	色 置紫外光灯(254nm)下检视。
色	谱 识别 在北五味子色谱的中部, 自下而上在与五味子甲素和五味子乙素对照品色谱相应的位置上, 显相同的荧光淬灭斑点; 与五味子乙素相应的斑点较明显。
	南五味子色谱中, 在与五味子甲素对照品相应位置上, 显相同且明显的荧光淬灭斑点。

备 注

1. 宜在较低的相对湿度下展开。
2. 本图谱增加了五味子醇乙对照品。
3. 南五味子色谱中，在接近五味子乙素的位置(略高)，也显一荧光淬灭斑点，易误认为是五味子乙素。经原位紫外光谱扫描，此斑点的光谱图与五味子乙素对照品的光谱图不吻合。

T: 14℃ RH: 32%

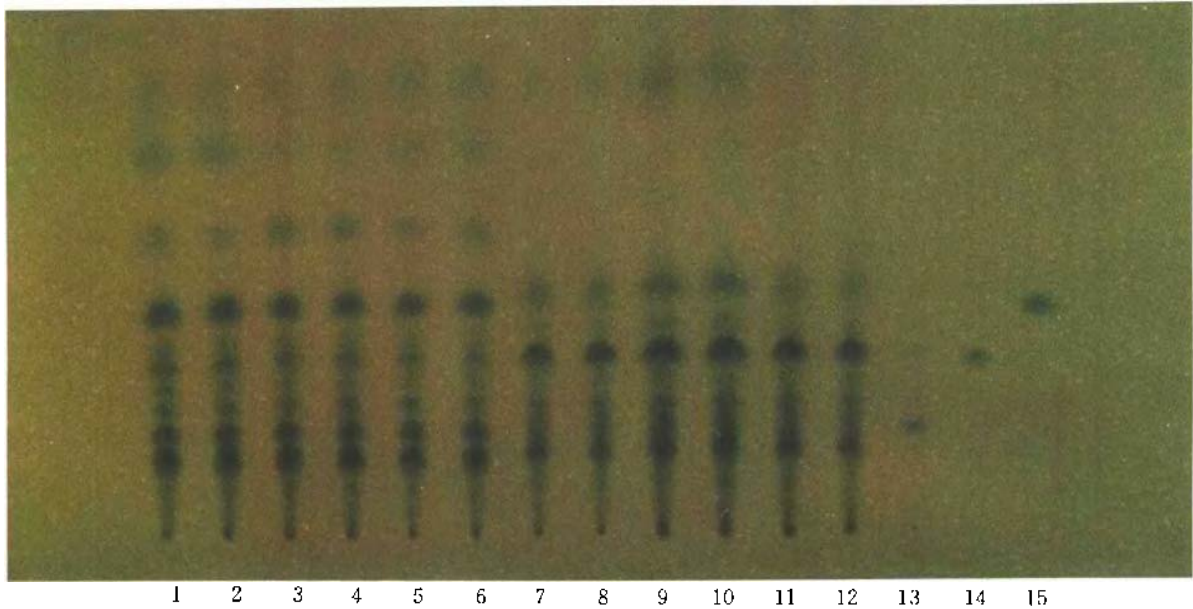


图 1 - 18

样品:

1 ~ 6. 北五味子;	13. 五味子醇乙;	15. 五味子乙素。
7 ~ 12. 南五味子;	14. 五味子甲素;	

方法一

供试液制备 取本品20mg, 加乙醇 1 ml, 超声处理15分钟, 静置, 上清液作为供试品溶液。

对照液制备 分别取胆酸、去氧胆酸对照品, 加乙醇制成每 1 ml 各含 2 mg 的混合溶液, 作为对照品溶液。

薄 层 板 硅胶G自制板; 厚度: 500 μ m

点 样 供试品溶液分别点样 4 μ l, 对照品溶液点样 2 μ l

展 开 剂 异辛烷-醋酸乙酯-冰醋酸(15 : 7 : 5)

展 开 方 式 上行展开; 展距: 约 8 cm

显 色 喷以硫酸乙醇溶液(3 $\rightarrow$ 10), 105℃ 加热数分钟, 置紫外光灯(365nm)下检视。

色 谱 识 别 供试品色谱中, 在与胆酸和去氧胆酸对照品相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

注 意 事 项 1. 本版药典正文中本品供试液是用氯仿提取, 浓缩后再用甲

牛 黄

Niuhuang

CALCULUS BOVIS

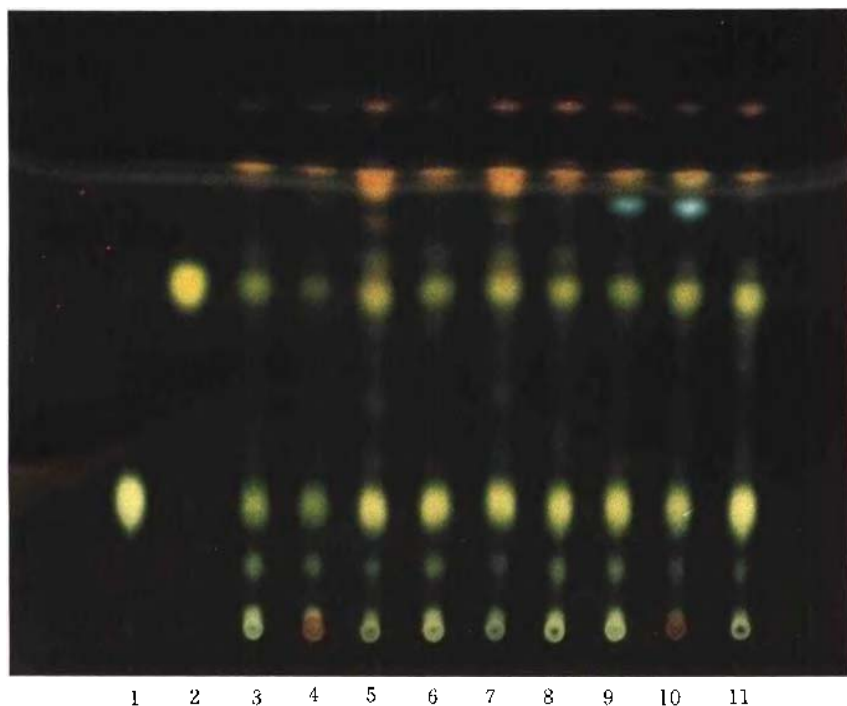
醇溶解。本图谱改用乙醇直接提取，简化了操作。

2. 薄层板点样后，应置真空干燥器中抽真空干燥过夜后，在低湿度下展开。

3. 薄层板展开后，尽量挥去溶剂后显色，否则背景泛黄。

备 注 本图谱用对照品是分别配制的。

T: 29℃ RH: 32%



样品:

1. 胆酸;
2. 去氧胆酸;
- 3~11. 牛黄。

图 1—19

方法二*

供试液制备 取牛黄粉末20mg, 加乙醇1 ml, 振摇, 浸渍数小时, 取上清液作为供试品溶液。

对照液制备 取牛黄对照药材* 20mg, 同法制成对照药材溶液; 另取牛磺胆酸钠*、牛磺去氧胆酸钠*、胆酸对照品分别加甲醇制成每1 ml 各含1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G自制板; 厚度: 300 μm

点 样 供试品溶液与对照品溶液分别点样1 μl

展 开 剂 甲苯-冰醋酸 水(10:10:0.8)

展 开 方 式 上行展开; 展距: 约8 cm

显 色 喷以硫酸乙醇溶液(3 $\rightarrow$ 10), 105℃加热数分钟, 至斑点显色清晰, 置紫外光灯(365nm)下检视。

色 谱 识 别 供试品色谱中, 在与对照品牛磺胆酸钠(下)、牛磺去氧胆酸钠(中)、胆酸(上)相应的位置上, 显相同的荧光斑点。

注 意 事 项 相对湿度对薄层色谱的影响较大, 因此应控制在较低的相对湿度(如47%以下)展开为好。

备 注 本图谱着重牛黄中结合型胆酸类成分的鉴别, 并增设了对照品与对照药材, 供参照定位。

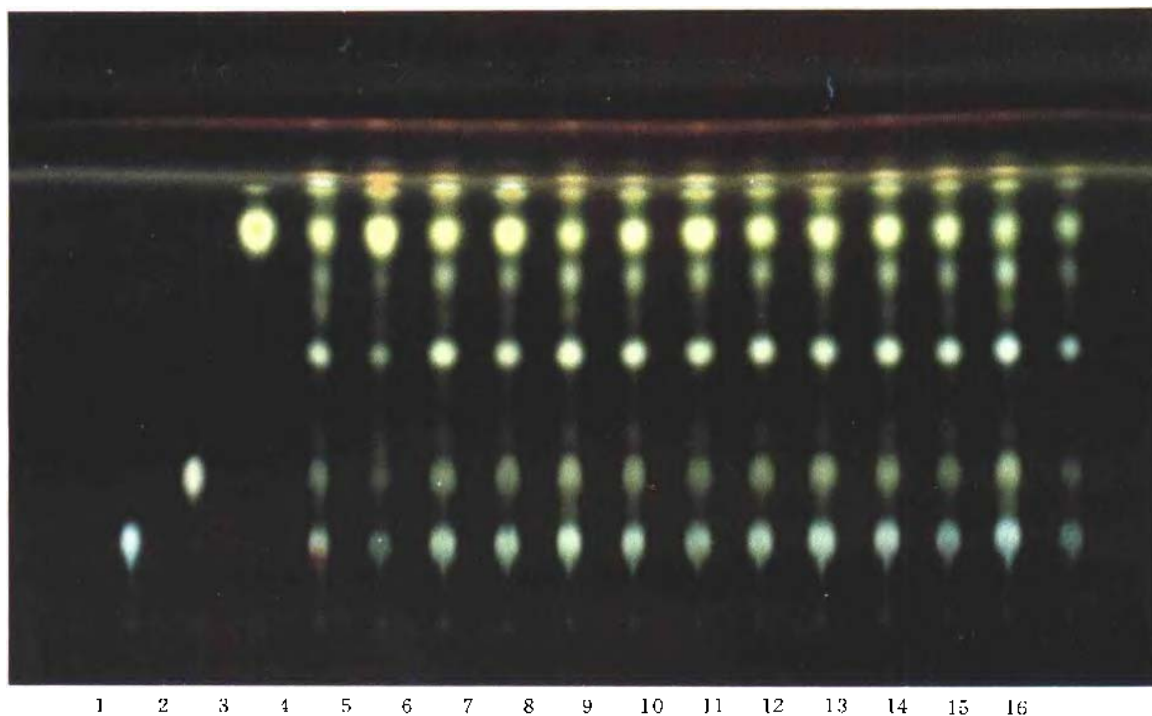


图1—20

样品:

- | | | |
|--------------------------|-----------|---------------------------|
| 1. 牛磺胆酸 [*] ; | 3. 胆酸; | 15. 牛黄对照药材 [*] ; |
| 2. 牛磺去氧胆酸 [*] ; | 4~14. 牛黄; | 16. 牛黄。 |

方法三^{*}

供试液制备 取牛黄粉末20mg,加甲醇1ml,浸渍数小时,取上清液作为供试品溶液。

对照液制备 取牛黄对照药材^{*}20mg,同法制成对照药材溶液;取去氧胆酸和胆固醇^{*}对照品,分别用甲醇制成每1ml各含1mg的溶液,作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G自制板;厚度:300 μ m

点样 供试品溶液点样2 μ l;对照品溶液分别点样1 μ l

展开剂 甲苯-醋酸乙酯-冰醋酸(10:3:0.5)

展开方式 上行展开;展距:约8cm

显色 喷以硫酸乙醇溶液(3 $\rightarrow$ 10);105℃加热数分钟,至斑点显色清晰,置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱中,在与对照品去氧胆酸、胆固醇相应的位置上,显两个黄色荧光斑点。胆固醇斑点的下方,有一个红色的特征斑点。

注意事项 应尽量在较低的相对湿度下展开。

备注 本图谱突出鉴别天然牛黄的具有特征性的红色斑点,可与牛胆汁及人工牛黄相区别。(见图1—22)

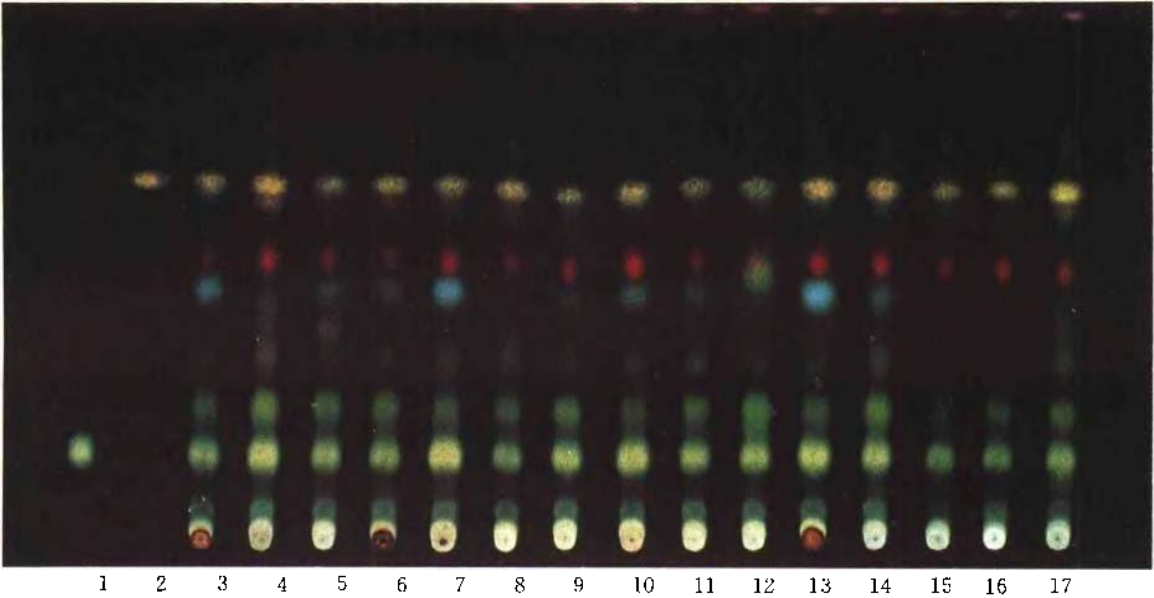


图 1—21

样品:

1. 去氧胆酸; 2. 胆固醇; 3~17. 牛黄。

T: 25℃ RH: 32%

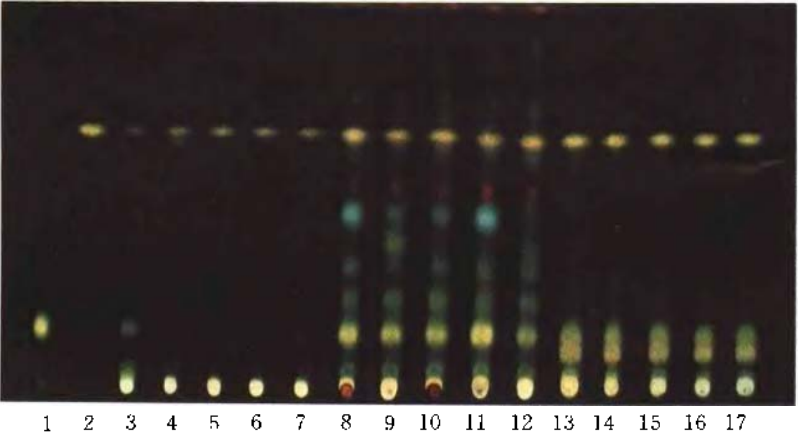


图 1—22

样品:

1. 去氧胆酸;
2. 胆固醇;
3~7. 牛胆汁;
8~12. 牛黄,
13~17. 人工牛黄。

平 贝 母

Pingbeimu

BULBUS FRITILLARIAE

USSURIENSIS

供试液制备	取本品粉末 5 g, 加浓氨试液 2 ml, 氯仿 20 ml, 搅拌, 放置过夜, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加氯仿溶解使成 0.2 ml, 作为供试品溶液。
对照液制备	取平贝母对照药材, 同法制成对照药材溶液。
薄 层 板	硅胶 G 加 2% 氢氧化钠溶液白制板; 厚度: 500 μ m
点 样	供试品溶液与对照品溶液分别点样 4~10 μ l
展 开 剂	氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水 (30:40:20:10) 10℃ 以下放置后的下层溶液
展 开 方 式	上行展开, 展距: 8 cm
显 色	依次喷稀碘化铋钾试液和亚硝酸钠乙醇试液, 置日光下检视。
色 谱 识 别	供试品色谱与平贝母对照药材色谱基本相符。
注 意 事 项	1. 展开剂应在 10℃ 以下分层, 展开时的温度控制在 25℃ 以下, 尽量在较低温度下展开。

备 注

2. 相对湿度控制在65%~72%范围内展开,效果较好。
1. 显色剂加喷亚硝酸钠试液是为了增加色谱的清晰度;如展开后马上观察色谱,只喷稀碘化铋钾试液亦可。
2. 本品生物碱含量较低,样品取样量较大,如制成0.2 ml有困难,则需再加大取样量。
3. 平贝母的薄层色谱具有5~8个生物碱斑点,主斑与次斑之分不太明显,斑点拖尾较明显,而且斑点轮廓稍模糊。图中不同样品之间(如样品1~4与样品5、7、8的色谱有差异,这与样品的新旧程度和产地不同有关。

T: 22℃ RH: 72%

样品:

- 1~5. 平贝母;
6. 平贝母对照药材;
- 7~8. 平贝母。

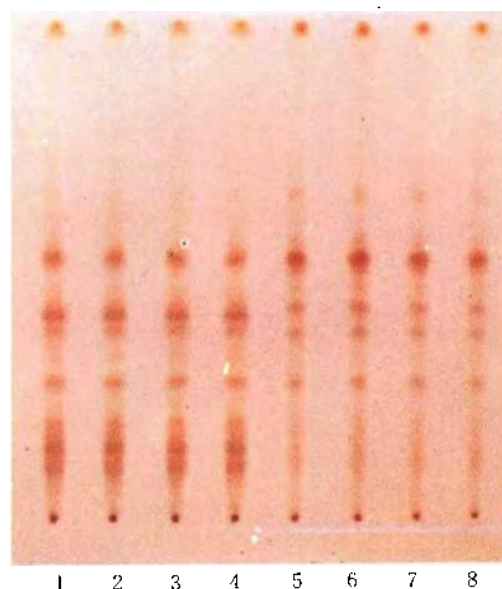


图1 -23

供试液制备

取本品粉末1g,加乙醚40ml,置水浴上加热回流1小时,滤过,药渣加甲醇30ml,置水浴上加热回流1小时,滤过,滤液蒸干,残渣加水40ml,使溶解,用水饱和的正丁醇提取3次,每次20ml,合并正丁醇提取液,用水洗涤3次后,置水浴上蒸干,残渣加甲醇2ml,使溶解,作为供试品溶液。

甘 草

Gancao

RADIX GLYCYRRHIZAE

T: 29℃ RH: 18%

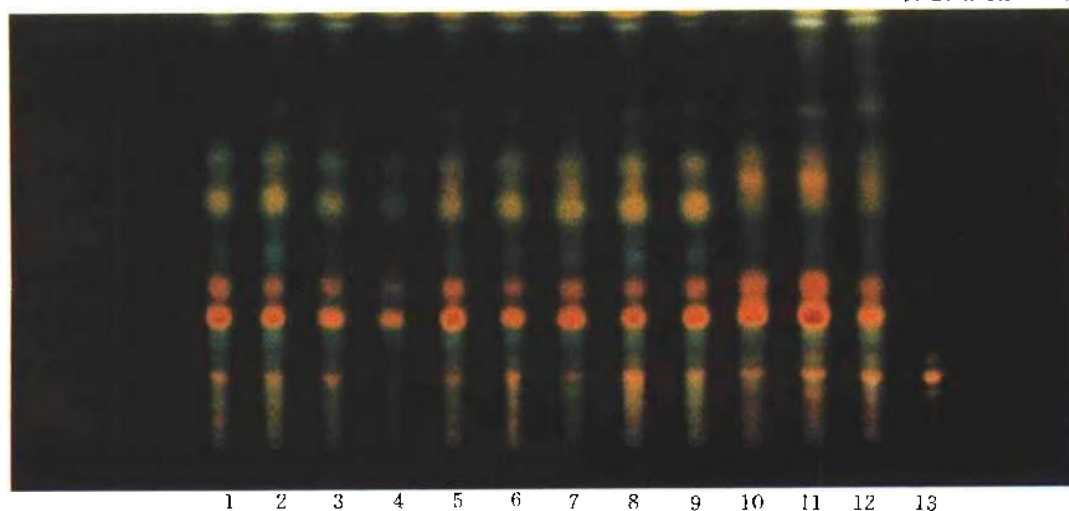
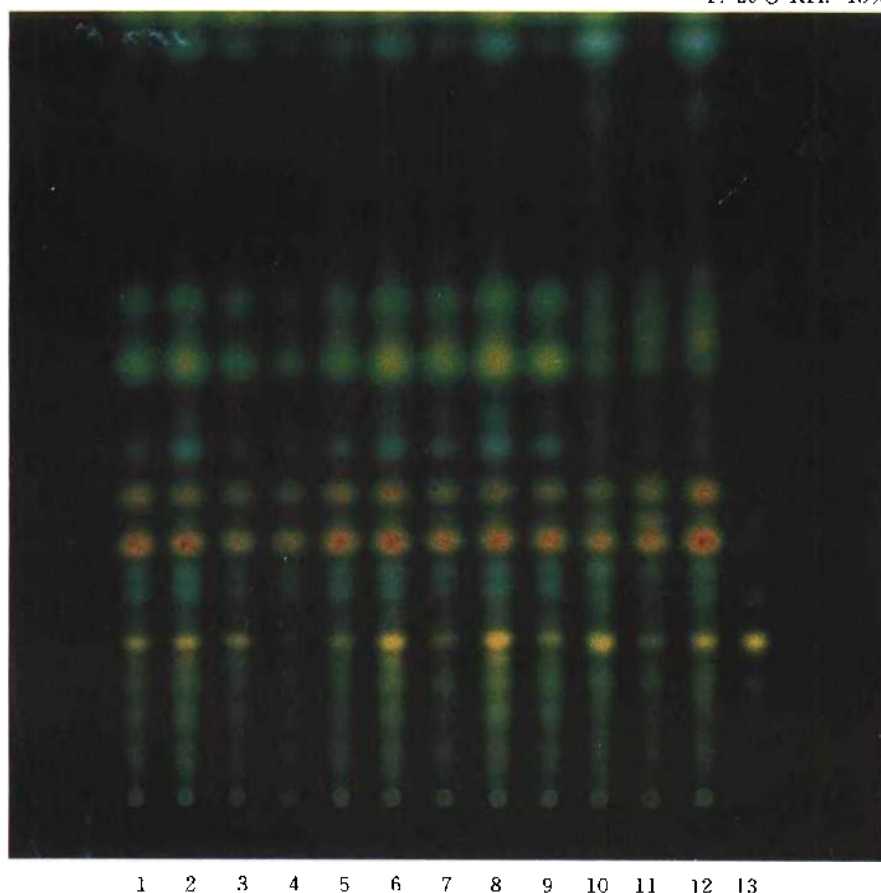


图1 24(白制板)

T: 29℃ RH: 18%



样品:

1. 甘草(一级西甘草);
2. 甘草(毛甘草);
3. 甘草(二级西甘草);
4. 甘草(宁夏甘草);
5. 甘草(新疆甘草);
6. 甘草对照药材;
7. 甘草;
8. 甘草(饮片);
9. 甘草;
10. 甘草(炙甘草);
11. 甘草(欧甘草);
12. 甘草(胀果甘草);
13. 甘草酸。

图1—25(高效预制板)

- 对照液制备** 取甘草对照药材,同法制成对照药材溶液;再取甘草酸铵对照品,加甲醇制成每1ml含2mg的溶液,作为对照品溶液。
- 薄层板** 1. 硅胶G加1%氢氧化钠溶液自制板;厚度:500 μ m
2. 高效硅胶60薄层板(Merck)加0.3%氢氧化钠溶液浸渍。
- 点样** 供试液与对照液分别点样1~2 μ l。高效预制板分别点样0.2 μ l。
- 展开剂** 醋酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(30:2:2:4)
- 展开方式** 展开箱用展开剂预平衡15分钟;上行展开;展距:8cm
- 显色** 喷以硫酸乙醇溶液(1 $\rightarrow$ 10),105℃加热数分钟,至斑点显色清晰,置紫外光灯(365nm)下检视。
- 色谱识别** 供试品色谱与对照药材色谱基本相符,甘草酸位于色谱的下部。
- 注意事项** 1. 展开时温度控制在28℃以上为好,否则色谱分离度差。
2. 甘草酸显色较其它斑点慢,加热显色需稍长时间。
- 备注** 1. 药典正文供试液制成5ml,现浓缩至2ml,点样体积不变。
2. 供试液制备也可省略正丁醇萃取步骤,但色谱质量稍差。
3. 对照品习惯使用甘草酸单铵盐,经酸性展开剂展开后,游离为甘草酸(本图谱所用对照品纯度较差)。
4. 从完整的色谱判断,欧甘草,胀果甘草色谱上部与甘草对照药材略有差别。

方法一

供试液制备 取本品粉末0.5g, 加正己烷2ml, 超声处理15分钟, 放置, 取上清液作为供试品溶液。

对照液制备 取白术对照药材0.5g, 同法制成对照药材溶液。

薄层板 硅胶G自制板; 厚度: 500 μ m

点样 新鲜制备的供试品溶液与对照药材溶液分别点样10~15 μ l

白 术

Baizhu

RHIZOMA ATRACTYLODIS

MACROCEPHALAE

T: 24℃ RH: 52%

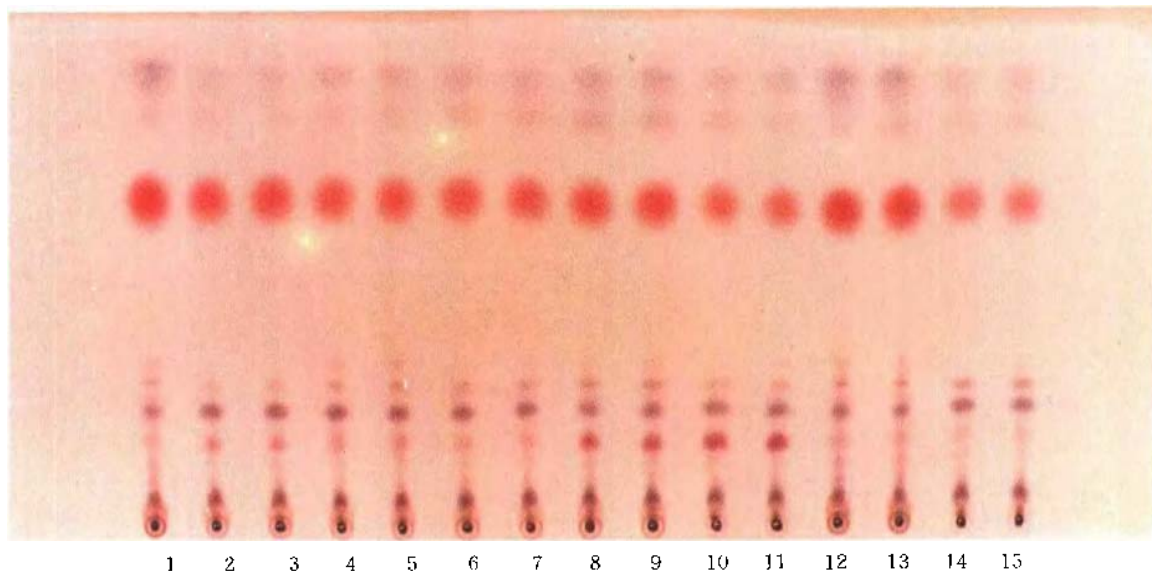


图 1—26

样品:

1. 白术对照药材; 6~11. 白术(焦);
2~5. 白术(炒); 12~15. 白术(生)。

展 开 剂 石油醚(60~90℃)-醋酸乙酯(50:1)

展 开 方 式 展开箱用展开剂预平衡15分钟; 上行展开, 展距: 约7cm

显 色 喷以5%香草醛硫酸溶液, 热风吹至斑点显色清晰, 日光下检视。

色 谱 识 别 供试品色谱与白术对照药材色谱基本相符, 色谱中上部有一鲜明的桃红色主斑点(苍术酮)。

注 意 事 项 白术的主要成分(苍术酮)在溶液中不稳定, 故采用超声萃取, 或浸渍提取, 提取液不加热浓缩而加大点样量, 以避免成分的破坏; 此外, 供试液应新鲜制备, 放置时间稍久, 苍术酮则不易检出。

备 注 1. 苍术酮极不稳定, 难以获得对照品, 但显色后呈一鲜明的桃红色斑点是其特征, 易于鉴别。

2. 本图谱在较高室温下展开获得, 故苍术酮斑点位置较高。

3. 如用石油醚或正己烷单一溶剂展开, 苍术酮位于色谱的中间位置, 较易观察(见图1—27); 但用正文的展开剂有利于完整色谱的鉴别。如改为两次展开, 色谱斑点更为丰富。(见图1—29)

4. 显色剂也可用5%对二甲氨基苯甲醛的10%硫酸乙醇溶液, 苍术酮显紫红色, 加热后放置一段时间, 变为紫蓝色, 并可观察荧光色谱。



图 1—27

样品:

1. 白术对照药材;
2. 白术

方法二*

供试液制备 取本品粉末0.5g, 加正己烷 2 ml, 超声处理15分钟, 放置, 取上清液作为供试品溶液。

对照液制备 取白术对照药材0.5g, 同法制成对照药材溶液。

薄层板 硅胶H加0.3%羧甲基纤维素钠水溶液的自制板; 厚度: 300 μm

点样 新鲜制备的供试品溶液与对照药材溶液分别点样10~15 μl 。

展开剂 S-1, 石油醚(60~90℃)-醋酸乙酯(10:1)

S-2, 环己烷

展开方式 上行两次展开; 展距: 第一次: 4 cm, 第二次: 7 cm

显色 喷以5%对二甲氨基苯甲醛的10%硫酸乙醇溶液, 80℃加热数分钟至斑点显色清晰, 分别置日光和紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 日光下检视, 供试品色谱中, 在与白术对照药材色谱相应的位置上, 显一鲜明的紫红色斑点(苍术酮), 加热并放置后, 变为紫蓝色; 紫外光灯(365nm)下观察, 供试品色谱与白术对照药材色谱基本相符。

注意事项 1. 白术的主要成分(苍术酮)在溶液中不稳定, 故采用超声萃取, 或浸渍提取, 提取液不加热浓缩而加大点样量以避免成分的破坏; 此外, 供试液应新鲜制备, 放置时间稍久, 苍术酮则不易检出。

2. 第一次展开后, 须赶尽薄层板上残存的溶剂后, 再作第二次展开。

备注 1. 苍术酮极不稳定, 难以获得对照品, 但显色后呈一鲜明的紫红色斑点是其特征, 易于鉴别(图1—28)。

2. 采取二次展开的目的是尽量将色谱中Rf值较低的部分展开, 并通过荧光色谱可以给出更多的鉴别特征(图1—29)。

3. 改用硅胶60F254预制板(Merck), 用点样器条带状点样, 可提高色谱的分离度和清晰度(图1—30)。

4. 如只鉴别苍术酮, 用石油醚或正己烷展开亦可, 但不利于其它成分的展开。

T: 30℃ RIE 第一次: 70% 第二次: 70%

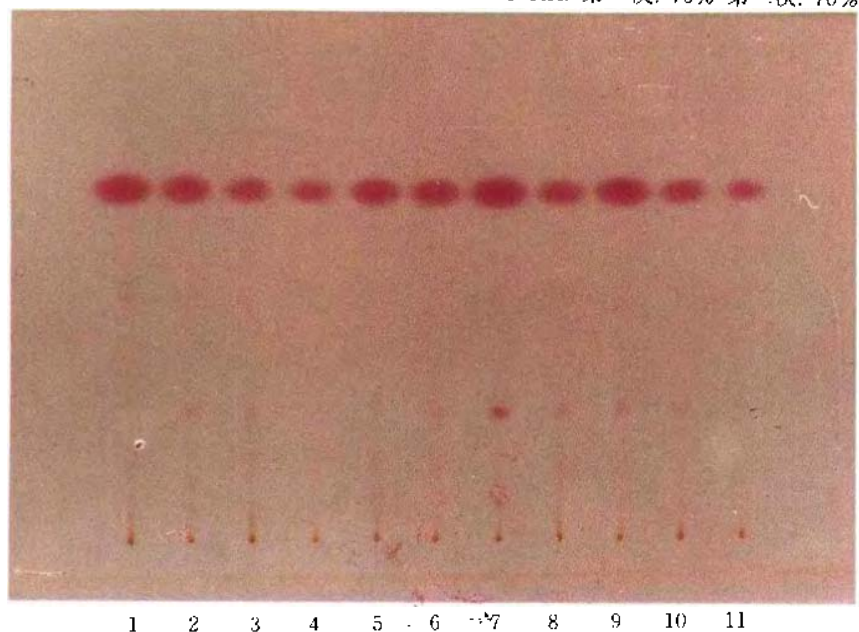
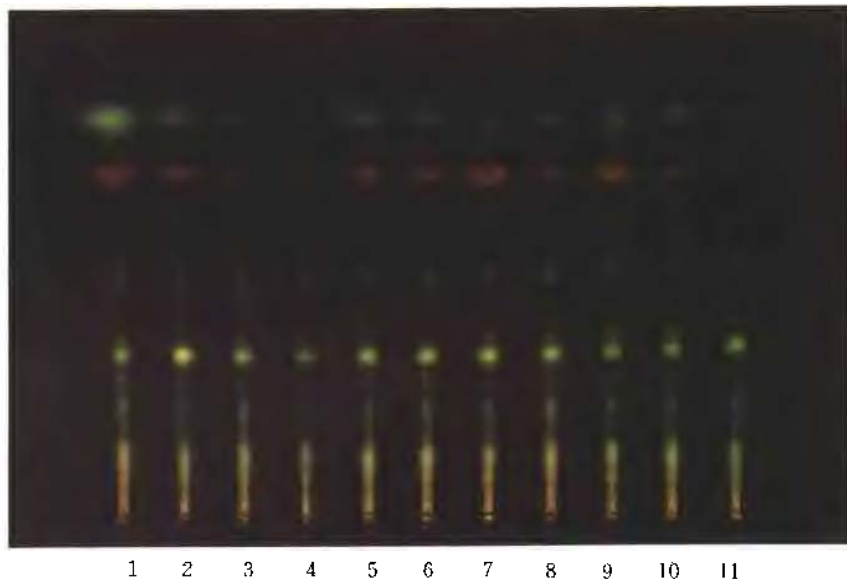


图1 28(喷显色剂后, 可见光色谱)

5. 用香草醛硫酸溶液显色, 苍术酮显桃红色斑点(图1—27), 但荧光光谱不清晰。

T: 30℃ RH: 第一次: 70% 第二次: 70%

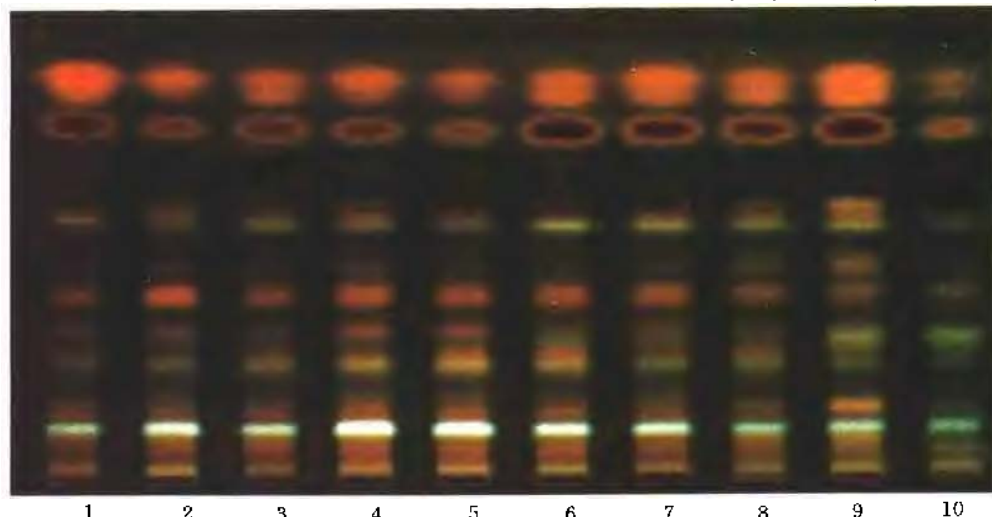


样品:
1. 白术对照药材;
2~3. 白术(生);
4~8. 白术(炒);
9~11. 白术(焦)。

1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11

图1—29(加热显色后, 荧光光谱)

T: 30℃ RH: 第一次: 70% 第二次: 70%



样品:
1. 白术对照药材;
2~3. 白术(生);
4~7. 白术(炒);
8~10. 白术(焦)。

1 2 3 4 5 6 7 8 9 10

图1—30(预制板, 显色后荧光光谱)

供试液制备 取本品粉末2g, 加乙醇15ml, 冷浸1小时, 时时振摇, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇溶解至0.5ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取芍药甙对照品, 加乙醇制成每1ml含2mg的溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G白制板; 厚度: 500 μm

点样 供试品溶液与对照品溶液分别点样2 μl

展开剂 氯仿-醋酸乙酯-甲醇-甲酸(40:5:10:0.2)

展开方式 上行展开; 展距: 7cm

显色 喷以5%香草醛硫酸溶液, 热风吹至斑点清晰, 日光下检视。

白芍

Baishao

RADIX PAEONIAE ALBA



T: 24℃ RH: 83%

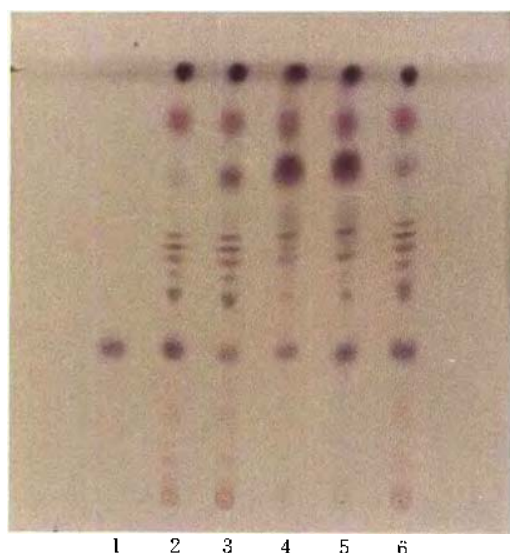


图 1—31

样品:

1. 芍药甙
- 2 ~ 6. 白芍。

色谱识别 供试品色谱中，在与芍药甙对照品相应的位置上，显相同的蓝紫色斑点。

备 注 本版药典正文中本品的供试液制备，取样量少，点样量大，点样较困难，样品色谱中芍药甙的检出不清晰；加大取样量，可减少由于点样量太大而带来的点样困难；而且，芍药甙斑点较清楚。

西洋参★

Xiyangshen

RADIX PANACIS

QUINQUEFOLII

供试液制备 取本品粉末1g，加氯仿30ml于超声浴中处理15分钟，过滤，弃去氯仿液，药渣挥干，加甲醇30ml，于超声浴中处理20分钟，滤取甲醇液，于水浴上蒸发至干，加水约2ml溶解，溶液通过C-18预处理柱，先用水20ml洗脱，继用70%甲醇20ml洗脱，收集此洗脱液于水浴上蒸干，残渣加甲醇溶解，使成每1ml约含8mg的溶液，作为供试品溶液。

对照液制备 取西洋参对照药材1g，同法制成对照药材溶液；另取人参皂甙Rb₁、Rb₂、Rc、Re、Rd、Rg₁、Rf对照品和伪人参皂甙F11对照品，加甲醇制成每1ml各含0.5mg的混合溶液，作为对照品溶液。

薄 层 板 高效硅胶60预制板(Merck)

点 样 供试液与对照液分别点样0.2μl

展 开 剂 氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)10℃以下放置后的下层溶液。

展 开 方 式 展开箱用展开剂预平衡15分钟；上行展开；展距：8cm

显 色 喷以硫酸乙醇溶液(1→10)，105℃加热数分钟至斑点显色清晰，置紫外光灯(365nm)下检视荧光色谱。

色 谱 识 别 供试品色谱与西洋参对照药材色谱基本相符；西洋参含的人参皂甙F11，人参不含，可作为西洋参的鉴别特征；用本文的展开剂，F11位于人参皂甙Rf之上方，人参在相应的位置没有斑点。

备 注 1. 本图谱设定的人参皂甙对照品较多，供实际鉴别时的参考。
2. 操作注意点见“人参”[鉴别]项下“注意事项”。

★非本版药典收载品种，供参考(下同)。

样品:

- 1~12. 西洋参;
 13. 西洋参对照药材;
 14. 人参皂甙对照品(Rb₁(S1),
 Rb₂(S2), Rc(S3), Re(S4),
 Rd(S5), Rg₁(S6), Rf(S7),
 F11(S8))

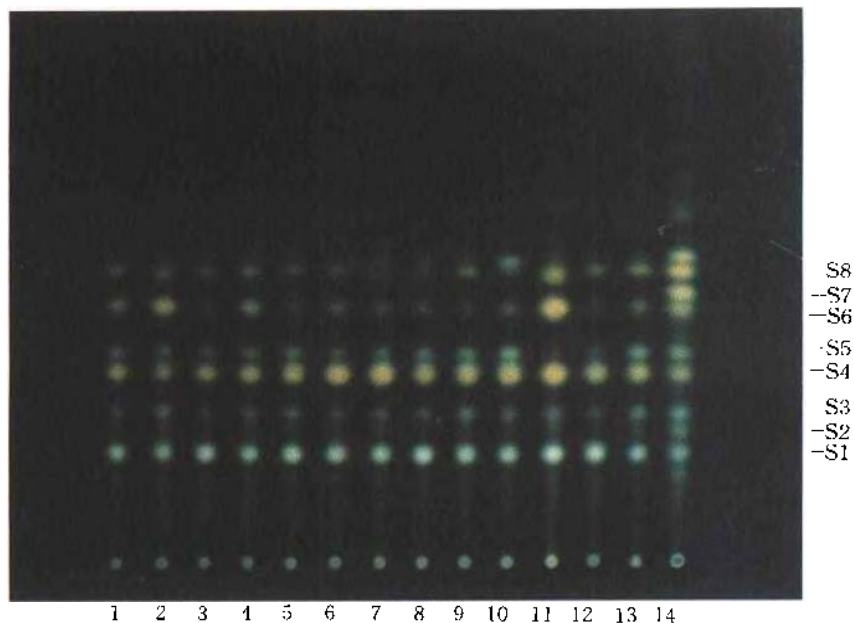


图 1--32

方法一

供试液制备 取本品粉末 5 g, 加浓氨试液 2 ml, 氯仿 20 ml, 搅拌, 放置过夜, 滤液蒸干, 残渣加氯仿溶解使成 1 ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取伊贝母对照药材, 同法制成对照药材溶液; 另取西贝母碱对照品, 加氯仿制成每 1 ml 各含 0.5 mg 的溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶 G 加 2% 氢氧化钠溶液自制板; 厚度: 500 μm

点样 供试品溶液与对照液分别点样 2~4 μl

展开剂 氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(40:40:15:10)10℃以下放置后的下层溶液

展开方式 上行展开, 展距: 8 cm

显色 依次喷以稀碘化铋钾试液和亚硝酸钠乙醇试液, 置日光下检视。

色谱识别 供试品色谱与对照药材色谱基本相符; 主要有三个主斑, 其中之一与西贝母碱对照品的斑点位置相对应。

注意事项 1. 展开剂应在 10℃ 以下分层; 展开时的温度控制在 25℃ 以下为宜(尽量在较低温度下展开), 并应注意控制展开时的相对湿度。在 47% 以下展开时, 可见新疆贝母的一个生物碱斑点与贝母素甲位置相同, 但在 65%~72% 左右展开时, 贝母素甲与其分开, 证明不含贝母素甲; 低湿度展开的色谱可见伊犁贝母也不含贝母素乙, 但高湿度展开时贝母素乙 Rf 值略低而与新疆贝母的一个生物碱斑点重叠, 易导致错误判断。故在必要时可在高湿度和低湿度分别展开, 以便比较。

2. 喷亚硝酸钠乙醇试液的目的是斑点更清晰; 只喷稀碘化铋钾试液显色亦可。

备注 1. 中国药典伊贝母项下载有新疆贝母和伊犁贝母两种, 二者的色谱类似, 有 5~8 个生物碱斑点, 主斑有三个, 其中之一为西贝母碱; 伊犁贝母以西贝母碱为主; 新疆贝母在紧邻西贝母碱下方的色斑也较明显。

2. 本图谱增加了贝母素甲与贝母素乙对照品, 色谱显示不含贝母素甲; 与贝母素乙相应位置上的斑点, 在改变色谱条件后证明不是贝母素乙。参见(图 1--34)

伊 贝 母

Yibeimu

BULBUS FRITILLARIAE

PALLIDIFLORAE

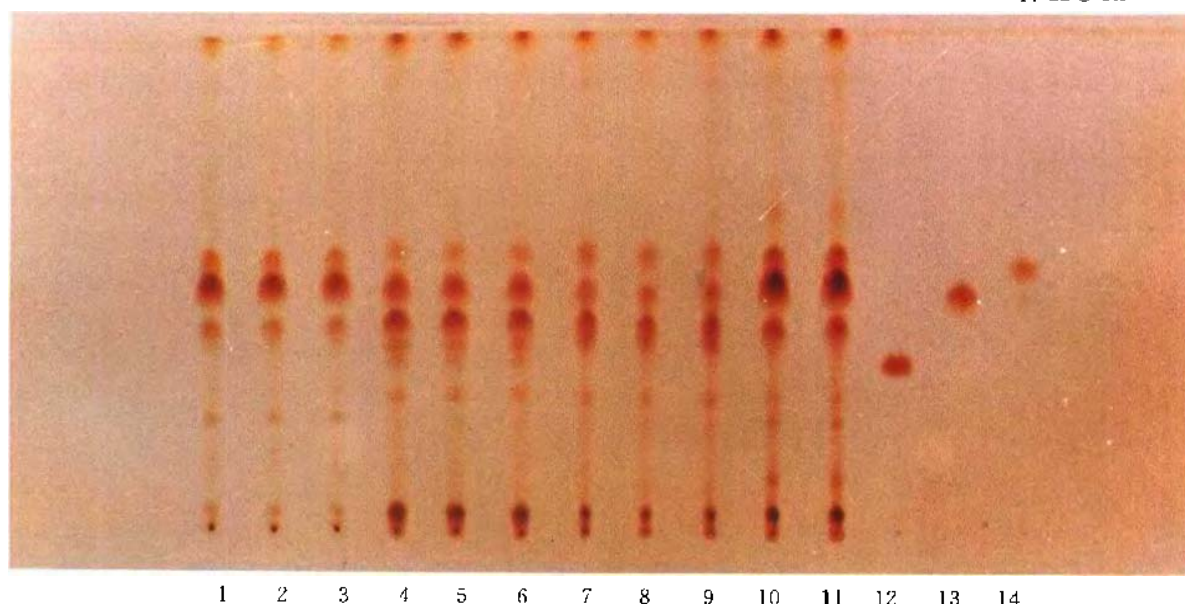


图 1—33

样品:

- 1—3. 伊贝母; 7—9. 伊贝母; 12. 贝母素甲; 14. 贝母素乙。
4—6. 伊贝母(新疆贝母)对照药材; 10—11. 伊贝母(伊犁贝母)对照药材; 13. 西贝母碱;

方法二*

供试液制备 取本品5g, 加浓氨溶液 2 ml 与氯仿 20 ml, 振摇, 放置过夜, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加氯仿溶解使成 0.5 ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取伊贝母对照药材 5g, 同法制成对照药材溶液; 另取西贝母碱对照品, 加氯仿制成每 1 ml 含 0.5 mg 的溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G加 2% NaOH 自制板; 厚度: 500 μ m

点样 供试品溶液与对照品溶液分别点样 2 ~ 4 μ l

展开剂 S—1: 苯-醋酸乙酯-二乙胺(7 : 1 : 0.6)

S—2: 苯-醋酸乙酯-二乙胺(8 : 1 : 0.5)

展开方式 上行两次展开; 展距: 均为 8 cm

显色 喷以碘化铋钾试液和亚硝酸钠乙醇试液, 置日光下检视

色谱识别 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; 在与对照品色谱相应的位置上, 显一个相同的棕色斑点。新疆贝母与伊犁贝母的色谱有所区别。

注意事项 1. 控制温度在 25℃ 以上。
2. 控制湿度在第一次: 72% 第二次: 58%
3. 第一次展开后, 应赶尽展开剂, 五氧化二磷真空干燥器内放置 3 小时以上, 方可进行第二次展开。

备注 药典正文规定的条件得到的色谱需在两种不同的相对湿度下得到的两个色谱。对照比较方可确定贝母素甲及贝母素乙与伊贝母中其他生物碱重叠的问题。本图谱用同一薄层板二次展开, 即可确证不含贝母素甲和贝母素乙, 而且色谱的分离度又有改善。

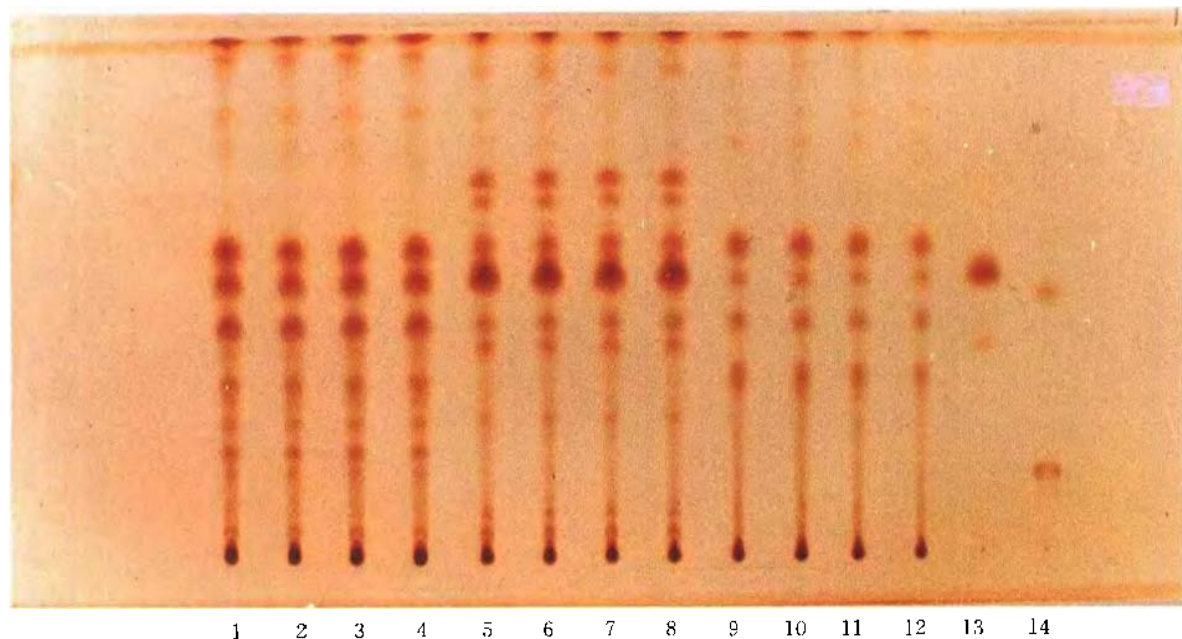


图 1 34

样品:

1~4. 新疆贝母; 9~12. 伊贝母; 14. 贝母素甲+贝母素乙。
5~8. 伊犁贝母; 13. 西贝母碱。

供试液制备 取本品粉末1g, 加浓氨试液-乙醇(1:1)2ml湿润, 再加氯仿20ml, 置水浴上加热回流1小时, 滤过, 滤液小心蒸干并加氯仿至1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取硫酸阿托品, 氢溴酸东莨菪碱, 氢溴酸山莨菪碱和东莨菪内酯对照品, 加乙醇制成每1ml各含1mg的混合溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G自制板; 厚度: 250 μm

点样 供试品溶液与对照品溶液分别点样5 μl

展开剂 醋酸乙酯-甲醇-浓氨试液(17:2:1)

展开方式 展开箱用展开剂预平衡30分钟; 上行展开; 展距: 8 cm

显色 置紫外光灯(365nm)下检视; 再依次喷以稀碘化铋钾试液和亚硝酸钠试液, 置日光下检视。

色谱识别 紫外光灯(365nm)下, 供试品色谱, 在与东莨菪内酯对照品相应的位置上, 显相同的蓝白色荧光斑点; 用稀碘化铋钾和亚硝酸钠显色后, 日光下, 供试品色谱中在与山莨菪碱(下), 阿托品(中), 东莨菪碱(上)对照品相应的位置上, 显相同的三个棕色斑点。

注意事项 在低于20℃温度, 相对湿度在50%以下展开, 色谱分离效果较好。

备 注 1. 在紫外光灯(365nm)下, 东莨菪内酯显蓝白色荧光, 是其鉴别特征, 可与其它生物碱区别; 此外, 东莨菪内酯遇碘化铋钾, 日光下也会显弱棕色斑点, 此斑点的位置随展开时温度不同而有变异, 温度高时Rf值也加大, 故有时会与山莨菪碱或阿托品斑点重叠。

2. 显色前在紫外光灯下观察, 除东莨菪内酯的荧光斑点外, 色谱中部以上尚有其他蓝白色或黄白色荧光斑点。

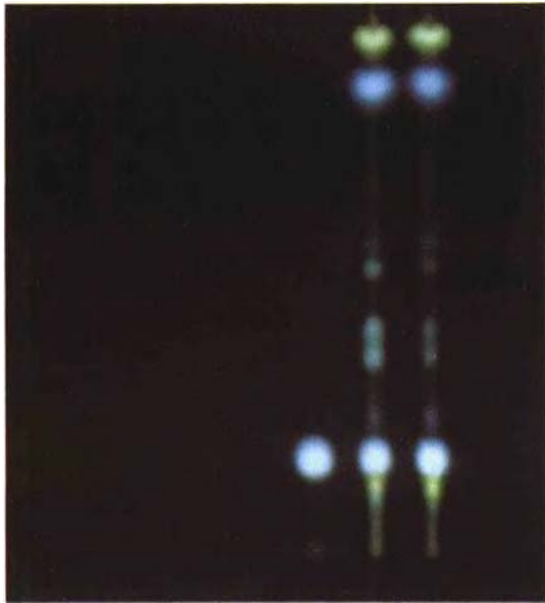
3. 本图谱的对照品是分别制备和点样的。

华 山 参

Huashanshen

RADIX PHYSOCHLAINAE

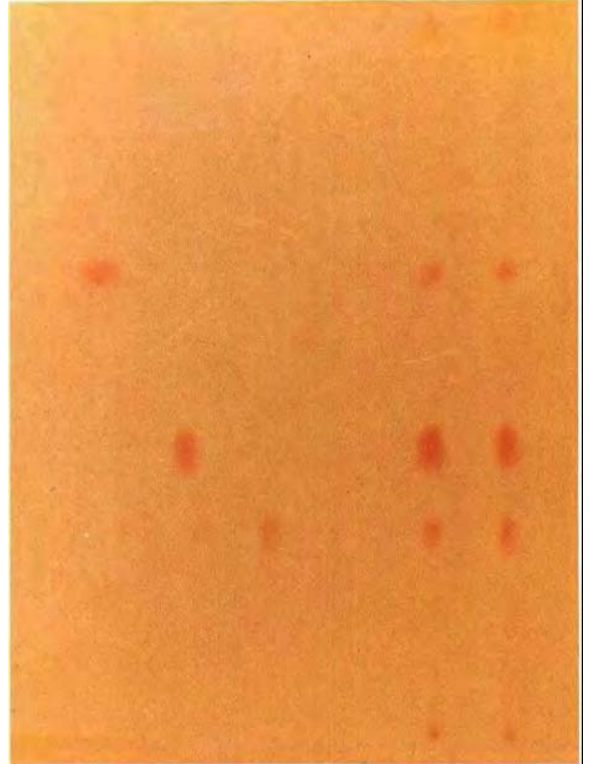
T: 10℃ RH: 32%



1 2 3 4 5 6

图 1—35(显色前, 荧光色谱)

T: 10℃ RH: 32%



1 2 3 4 5 6

图 1—36(显色后, 可见光色谱)

样品:

1. 东莨菪碱; 2. 阿托品; 3. 山莨菪碱; 4. 东莨菪内酯; 5—6. 华山参。

延 胡 索*

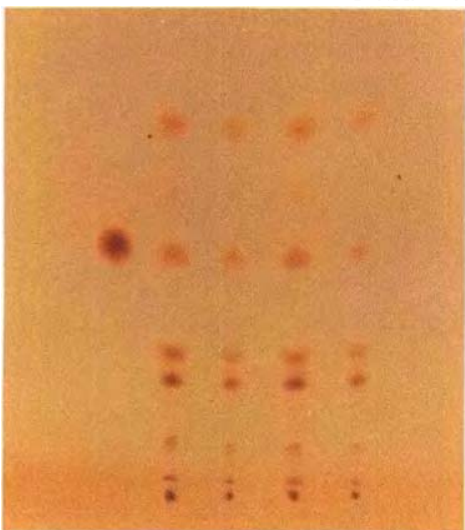
Yanhusuo

RHIZOMA CORYDALIS

供试液制备 取本品粉末1g, 加80%乙醇50ml回流1小时, 放冷, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水10ml使溶解, 加氨试液使成碱性, 加乙醚提取2次, 每次20ml, 合并乙醚提取液, 蒸干, 残渣加乙醇溶解使成1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取延胡索乙素对照品, 加乙醇制成每1ml含1mg的溶液, 作为对照品溶液。

T: 19℃ RH: 32%



1 2 3 4 5

图 1—37(碘蒸气显色)

样品:

1. 延胡索乙素;
2—5. 延胡索。

T: 14℃ RH: 45%

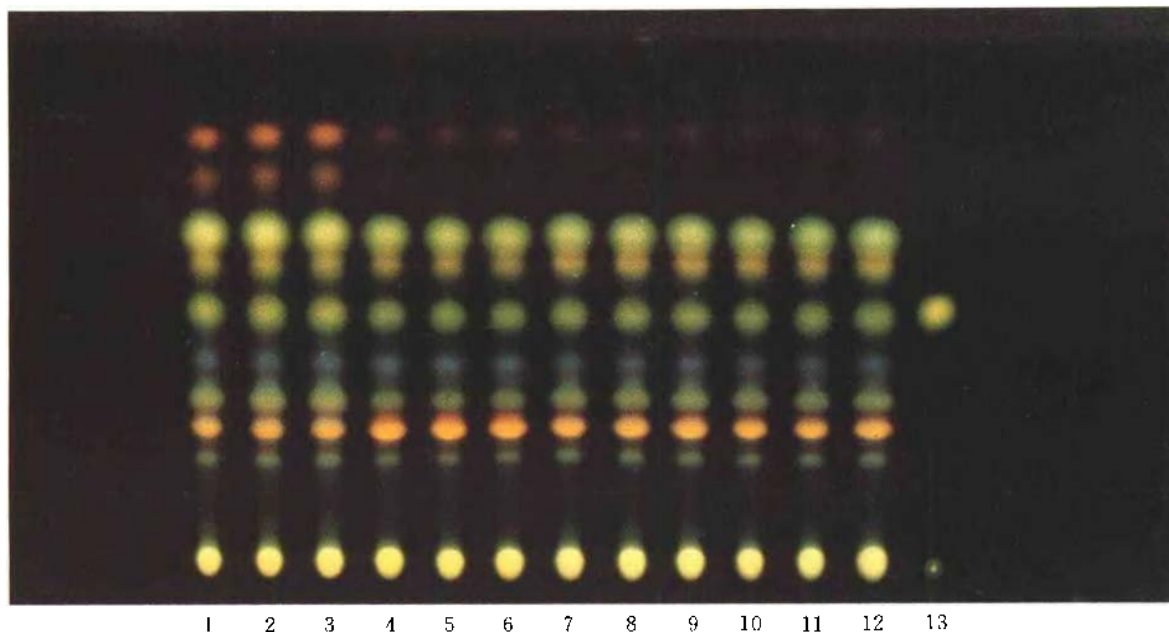


图 1—38(显色前, 荧光色谱)

T: 14℃ RH: 45%

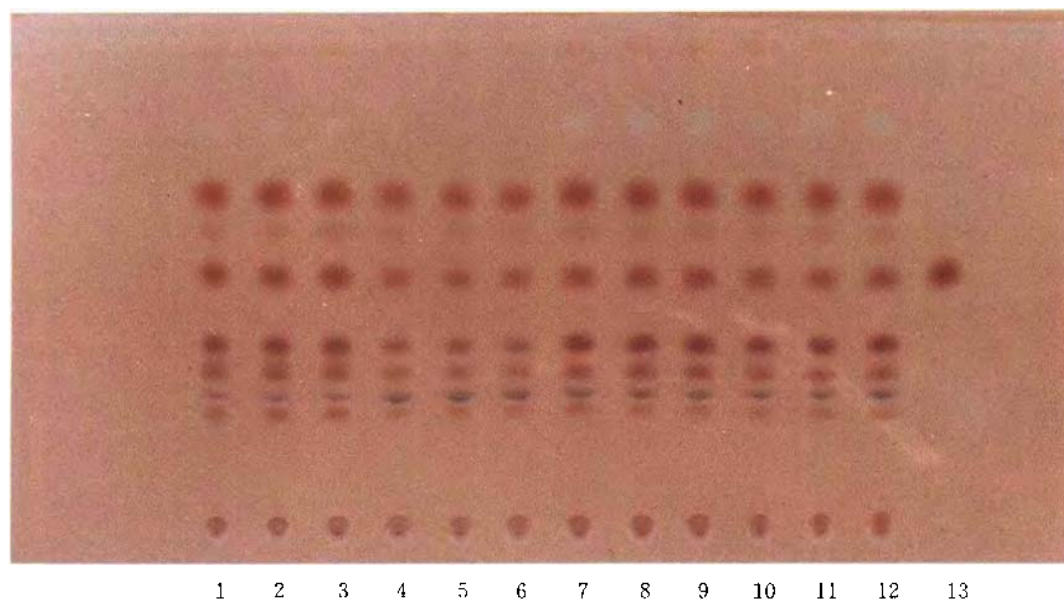


图 1-39(显色后, 可见光色谱)

样品:

- 1 ~ 12. 延胡索;
- 13. 延胡索乙素。

薄层板 硅胶G加1.2%氢氧化钠水溶液的自制板; 厚度: 500 μm

点样 供试品溶液点样 3 μl ; 对照液点样 1 μl 。

展开剂 正己烷-氯仿-甲醇(7.5 : 4 : 1) v/v/v

展开方式 展开箱用展开剂预平衡 1 小时, 上行展开; 展距: 8 cm

显色 置紫外光灯(365nm)下检视; 再依次喷以稀碘化铋钾试液和亚硝酸钠乙醇试液, 置日光下检视。

色谱识别 供试液色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的棕色斑点。

注意事项 展开后宜赶尽展开剂后再在紫外光下观察和喷显色剂。

- 备 注** 1. 本图谱将本版药典正文所用的展开剂中的二乙胺去掉;增加了紫外光灯下观察荧光色谱,并将碘显色改为碘化铋钾显色,继喷亚硝酸钠是为了斑点更为清晰。
2. 如按本版药典正文规定的条件(即沿用的1985年版的条件)所得的图谱见(图1—37)由于该展开剂中含二乙胺,容易产生边缘效应。

苍 术

Cangzhu

RHIZOMA ATRACTYLODIS

方法一

供试液制备 取本品粉末0.5g,加正己烷2ml,超声处理15分钟,放置,取上清液作为供试品溶液。

对照液制备 取苍术对照药材0.5g,同法制成对照药材溶液。

薄 层 板 硅胶G自制板;厚度:500 μ m

点 样 新鲜制备的供试品溶液与对照药材溶液分别点样2~6 μ l

展 开 剂 石油醚(60~90℃)-醋酸乙酯(20:1)

展 开 方 式 展开箱预平衡15分钟;上行展开,展距:约7cm

显 色 喷以5%对二甲氨基苯甲醛的10%硫酸乙醇溶液,80℃加热数分钟至斑点显色清晰,日光下检视。

色 谱 识 别 供试品色谱与对照药材色谱在上部有一污绿色主斑,即苍术素;茅苍术与北苍术的主要区别是色谱下部的紫红色斑点(β -桉油醇+苍术醇),茅苍术较北苍术明显。

注 意 事 项 展距不宜延长,否则斑点扩散,且苍术素(污绿色斑点)被推置前沿。

- 备 注** 1. 苍术素不稳定,难以获得对照品,但显色后呈一污绿色斑点是其特征,易于鉴别。
2. 显色后,如放置时间稍久,斑点颜色会有所改变。
3. 用石油醚或正己烷单一溶剂展开,苍术素位于色谱的中间位置,较易观察;但从完整色谱的判断,用正文的展开剂较宜。

T:27℃ RH:60%

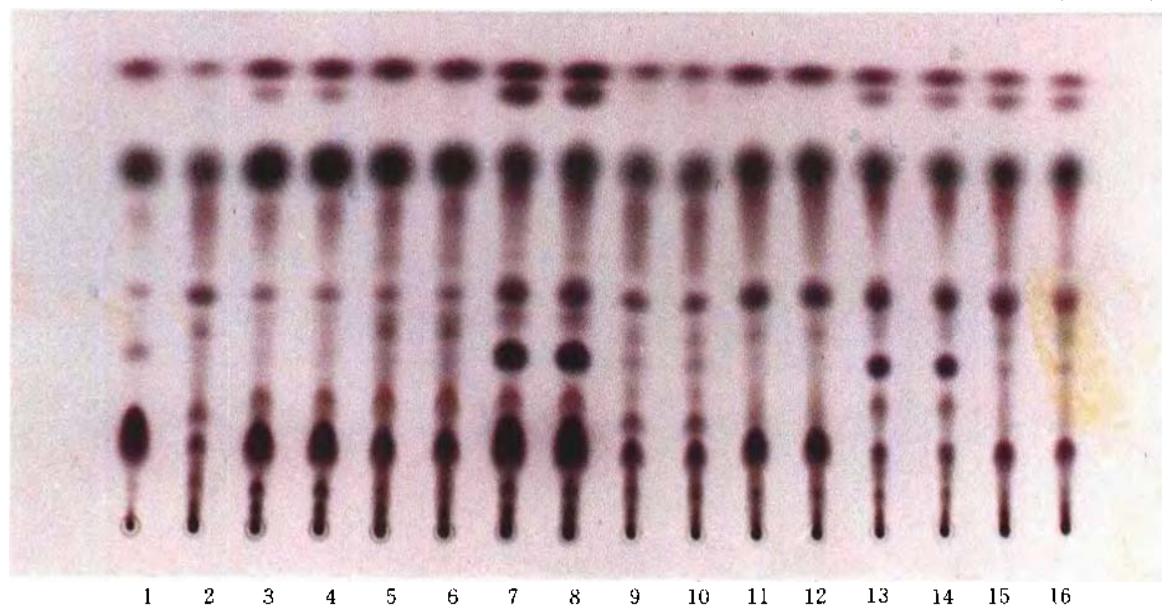


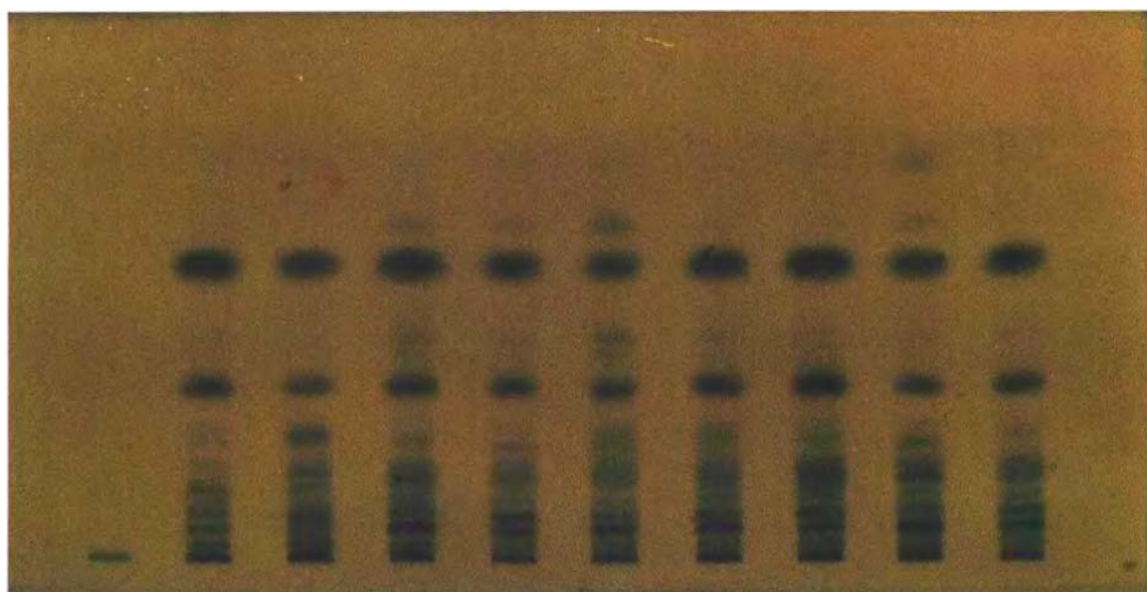
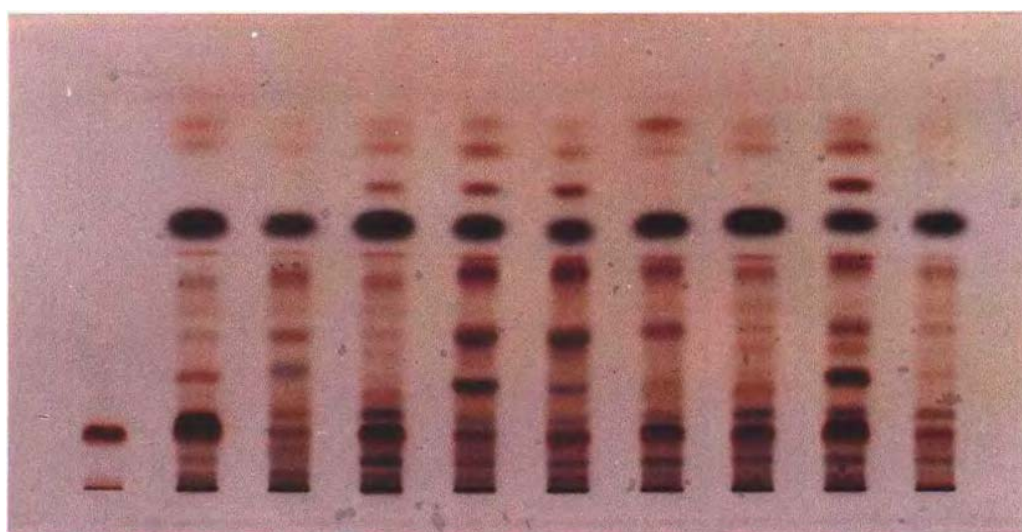
图1—40

样品:

1. 苍术对照药材(茅苍术); 3~12. 苍术;
2. 苍术对照药材(北苍术); 13~16. 苍术(制苍术)。

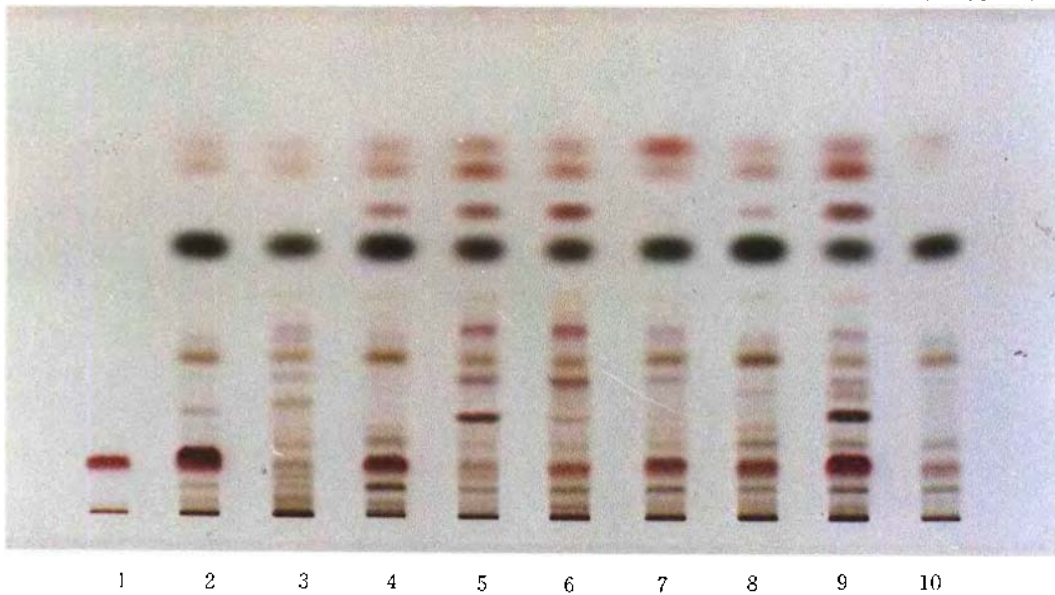
方法二*

\\sh 26 研沙路制各 而本只粉主0 5 2 加正已控2 331 超吉外瑞1 5 2



- 色谱识别** 供试品色谱与对照药材色谱在上部有一污绿色主斑,即苍术素;茅苍术与北苍术的主要区别是色谱下部的紫红色斑点(β -桉油醇+苍术醇),茅苍术较北苍术明显。
- 注意事项** 第一次展开后,薄层板冷风吹干残存的溶剂,再作第二次展开。
- 备注** 1. 采取二次展开的目的是改善色谱质量,可与图1—40参照比较。
2. 自制薄层板与Merck SG60F254预制板,分别用CAMAG LINOMAT III半自动点样器点样,所得的色谱基本一致,但预制板的分辨率比自制板高(见图1—43)。
3. 图1—42为Merck SG60F254预制板,喷显色剂前,置紫外光灯(254nm)下观察的色谱。
4. 如只鉴别苍术素,用石油醚或正己烷展开即可。
5. 加热显色放置一段时间后,斑点的颜色有变化。

T: 19℃ RH: 第一次: 60% 第二次: 60%



- 样品:**
1. β -桉油醇;
 2. 苍术对照药材(茅苍术)
 3. 苍术对照药材(北苍术)
 4. 苍术;
 - 5~6. 苍术(制苍术);
 - 7~10. 苍术。

图1—43(Merck预制板,显色后可见光色谱)

芦荟

Luhui
ALOE

- 供试液制备** 取本品粉末0.5g,加甲醇20ml,置水浴上加热至沸,振摇数分钟,滤过,滤液作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取芦荟甙对照品,加甲醇制成每1ml含2mg的溶液,作为对照品溶液。
- 薄层板** 硅胶G自制板;厚度: 500 μ m
- 点样** 供试品溶液与对照品溶液分别点样1~2 μ l
- 展开剂** 醋酸乙酯-甲醇-水(100:17:13)
- 展开方式** 上行展开;展距: 8 cm
- 显色** 喷以10%氢氧化钾甲醇溶液,置紫外光灯(365nm)下检视。
- 色谱识别** 供试品色谱中,在与芦荟甙对照品相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。
- 备注** 1. 供试品色谱上部近前沿处有一红色荧光斑点是芦荟大黄素。
2. 新芦荟与老芦荟的色谱有明显的区别,可供鉴别。
3. 喷显色剂后,80℃加热数分钟,日光下观察,芦荟甙为黄

色斑点见(图1—46)。

4. 本色谱条件与B.P.1980版收载的相同。

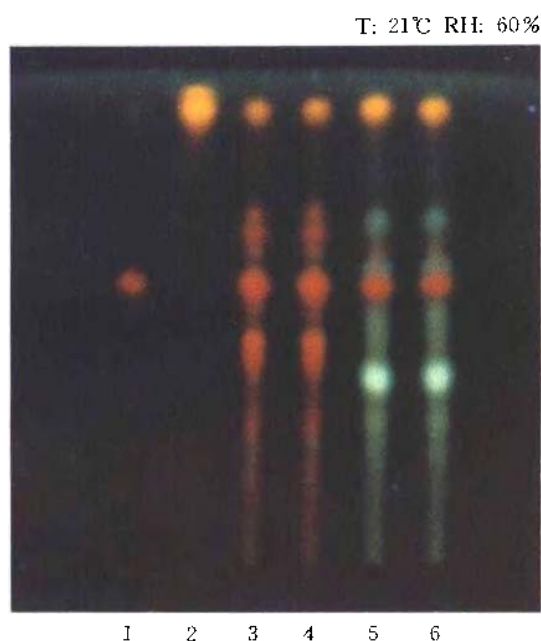


图1—44(显色前, 荧光色谱)

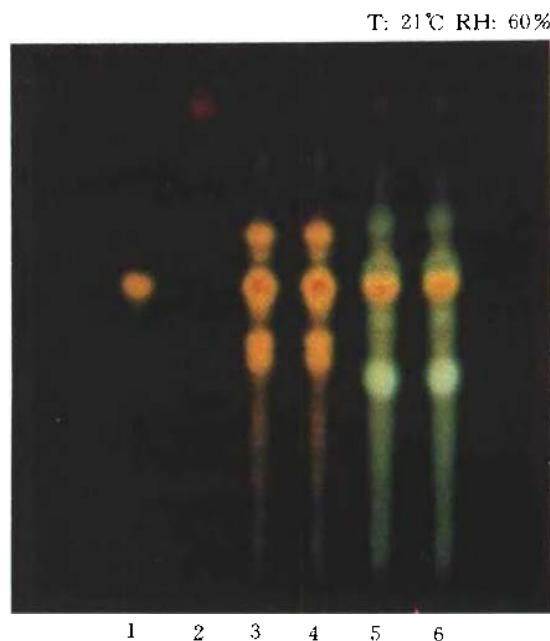


图1—45(显色后, 荧光色谱)

图1-44、45、46

样品:

1. 芍药甙;
2. 芦荟大黄素;
- 3~4. 芦荟(老芦荟);
- 5~6. 芦荟(新芦荟)。



图1—46(显色后, 可见光色谱)

供试液制备 取本品粉末0.5g, 加乙醇10ml, 振摇5分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇溶解至2ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取芍药甙对照品, 加乙醇制成每1ml含2mg的溶液, 作为对照品溶液。

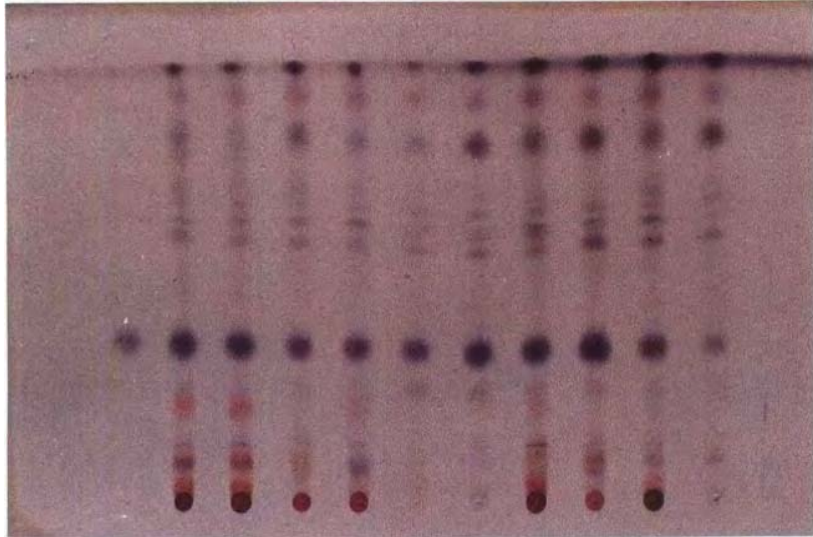
赤 芍

Chishao

RADIX PAEONIAE RUBRA

薄层板	硅胶G自制板; 厚度: 500 μm
点样	供试品溶液与对照品溶液分别点样 4 μl
展开剂	氯仿-醋酸乙酯-甲醇-甲酸(40:5:10:0.2)
展开方式	上行展开; 展距: 7 cm
显色	喷以 5% 香草醛硫酸溶液, 热风吹至斑点清晰, 日光下检视。
色谱识别	供试品色谱中, 在与芍药甙对照品相应的位置上, 显相同的蓝紫色斑点。

T: 26°C RH: 80%



1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11

图 1—47

样品:
1. 芍药甙;
2 ~ 11. 赤芍。

牡丹皮

Mudanpi

CORTEX MOUTAN

供试液制备	取本品粉末 1 g, 加乙醚 10 ml, 密塞, 振摇 10 分钟, 滤过, 滤液挥干, 残渣加丙酮溶解, 使成 2 ml, 作为供试品溶液。
对照液制备	取丹皮酚对照品, 加丙酮制成每 1 ml 含 2 mg 的溶液, 作为对照品溶液。
薄层板	硅胶G自制板; 厚度: 500 μm
点样	供试品溶液点样 10~15 μl ; 对照溶液点样 5 μl
展开剂	环己烷-醋酸乙酯(3:1)
展开方式	上行展开; 展距: 5~7 cm
显色	喷以盐酸酸性的 5% 三氯化铁乙醇溶液, 热风吹至斑点显色清晰, 日光下检视。
色谱识别	供试品色谱在与丹皮酚对照品相应的位置上, 显相同颜色的斑点。
备注	1. 展开时温度对丹皮酚的 Rf 值有影响, 但由于色谱较简单, 不影响结果判断。 2. 丹皮酚易升华挥发, 并且不同样品含量有差异, 以及显色剂的用量和加热显色程度等因素影响, 丹皮酚斑点大小及颜色不尽一致。 3. 盐酸酸性 5% 三氯化铁乙醇溶液的配法: 取三氯化铁 0.5 g, 加无水乙醇 10 ml 溶解, 滴加浓盐酸 4~6 滴。 4. 此项鉴别是本版药典沿用的 1985 年版的试验条件。

样品:

1、6. 丹皮酚;
2-5. 牡丹皮。

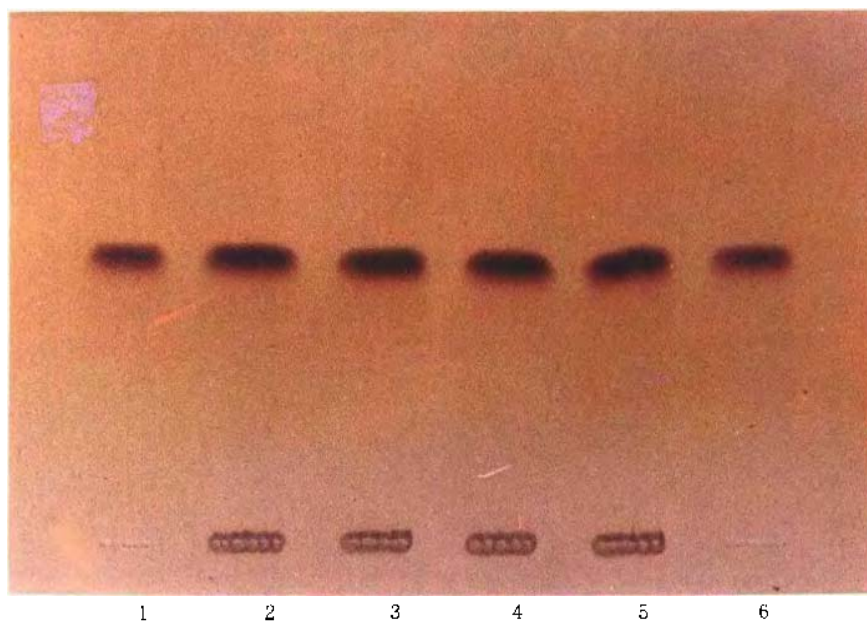


图 1-48

供试液制备 取何首乌粉末约0.25g,加乙醇50ml置水浴上回流1小时,滤过,滤液浓缩至3ml,作为供试品溶液。

对照液制备 取何首乌对照药材,同法制成对照药材溶液。

薄层板 硅胶H加0.5%羧甲基纤维素钠溶液的自制板;厚度:250 μ m

点样 供试品溶液与对照药材溶液分别取2 μ l条带状点样

展开剂 S-1:苯-乙醇(2:1);S-2:苯-乙醇(4:1)

展开方式 两次上行展开;展开箱均用展开剂预平衡15分钟;展距:第一次3.5cm;第二次7cm

显色 置紫外光灯(365nm)下检视,再喷磷钼酸试液,于日光下检视。

色谱识别 供试品色谱与何首乌对照药材的色谱基本相符。

备注 1. 第一次展开宜控制在较高湿度(约70%)下,第二次展开宜在相对湿度60%左右。

2. 本图谱的色谱上部为蒽醌式元,主要为大黄素及大黄素甲醚,不含芦荟大黄素及大黄酸可与大黄区别;色谱下部为甙类成分。本图谱中样品有不同产地的生何首乌、制何首乌及一个鲜何首乌(广东德庆),不同产地的生何首乌色谱基本一致,制何首乌成分有所减少或减弱,但因不同产地炮制加工情况的差异而成分减少或减弱的程度稍有不同,喷磷钼酸显色后,紫外光灯下色谱下部的蓝白色荧光条斑在日光下显蓝色,为本品的特征之一(按文献报道推测此成分可能是二苯乙烯甙类)。

3. 本图谱中增加的首乌藤样品,其色谱与制何首乌接近,蒽醌式元更弱,喷磷钼酸显蓝色的条斑不能察见或极难察见,在形态无法鉴别的情况下可供作区别的参考。

何首乌

Heshouwu

RADIX POLYGONI
MULTIFLORI

T: 26℃ RH: 第一次:72% 第二次:58%

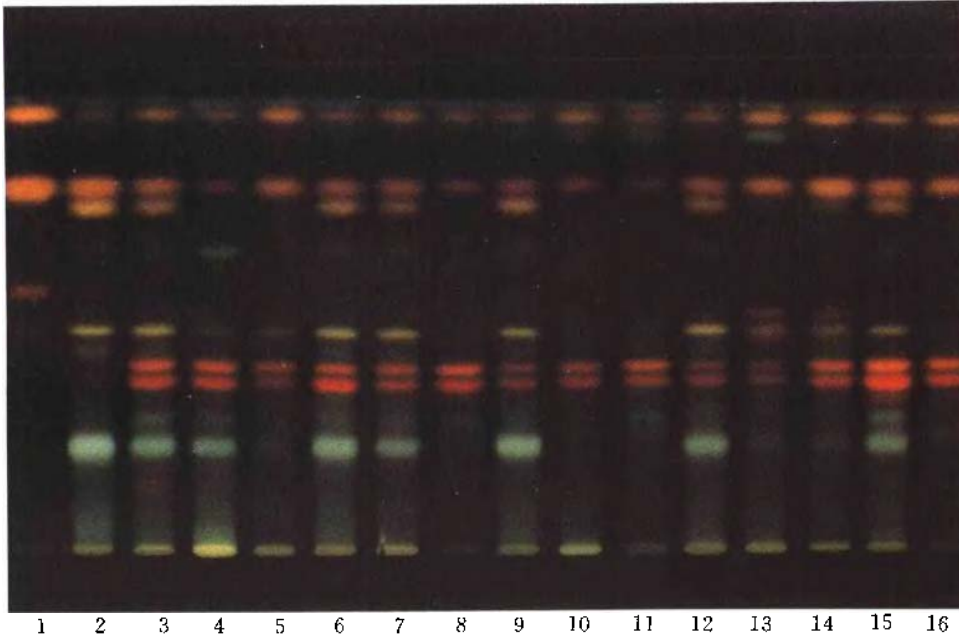


图1—49(荧光色谱)

样品:

- | | |
|-------------------------------|------------------------|
| 1. 大黄酸(S_1)+大黄素(S_2)+ | 3. 6. 9. 12. 15. 生何首乌 |
| 大黄素甲醚(S_3)+大黄酚(S_4); | 4. 7. 10. 13. 制何首乌; |
| 2. 鲜何首乌(广东 德庆); | 5. 8. 11. 14. 16. 首乌藤。 |

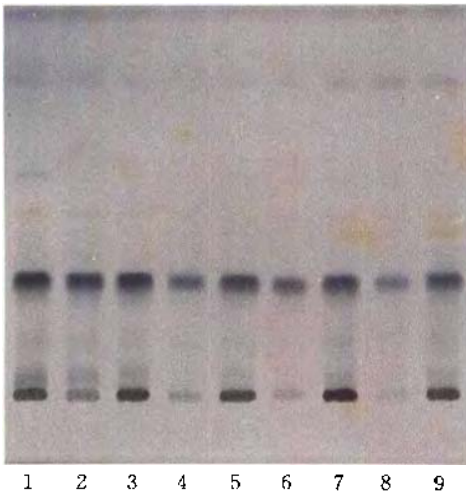


图1—50(磷钼酸显色, 可见光色谱)

样品:

- | |
|----------------------|
| 1. 3. 5. 7. 9. 生何首乌; |
| 2. 4. 6. 8. 制何首乌。 |

补 骨 脂

Buguzhi

FRUCTUS PSORALEAE

- | | |
|---------|---|
| 供试液制备 | 取本品粉末0.5g, 加醋酸乙酯20ml, 超声处理15分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加醋酸乙酯溶解, 使成1 ml, 作为供试品溶液。 |
| 对照液制备 | 取补骨脂素, 异补骨脂素对照品, 加醋酸乙酯制成每1 ml各含2 mg的混合溶液, 作为对照品溶液。 |
| 薄 层 板 | 硅胶G自制板; 厚度: 300 μ m |
| 点 样 | 供试液与对照液分别点样1 μ l |
| 展 开 剂 | 正己烷-醋酸乙酯(8 : 2) |
| 展 开 方 式 | 上行展开; 展距: 8 cm |
| 显 色 | 喷以10%氢氧化钠甲醇溶液, 置紫外光灯(365nm)下检视。 |
| 色 谱 识 别 | 供试品色谱中, 在与补骨脂素(下), 异补骨脂素(上)对照品相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。 |

T: 23℃ RH: 60%

样品:

1. 补骨脂素;
2. 异补骨脂素;
3. 补骨脂素 + 异补骨脂素;
- 4 ~ 8. 补骨脂。

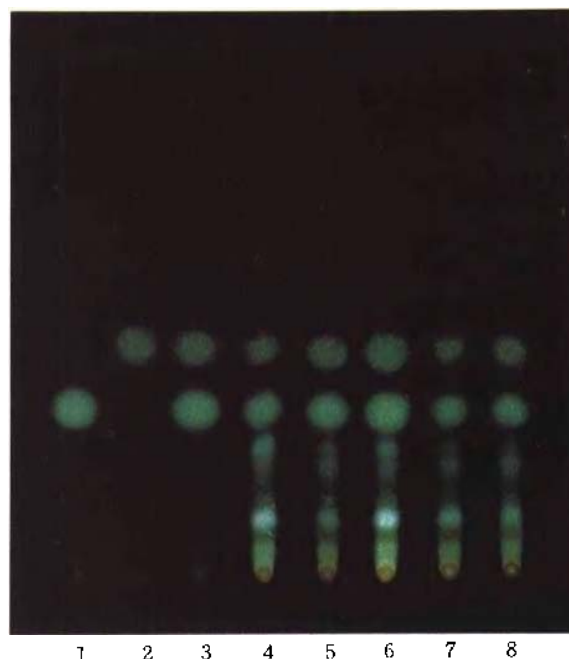


图 1—51

供试液制备 取陈皮粉末0.3g, 加甲醇10ml, 水浴上回流20分钟, 滤过, 取滤液 5 ml, 浓缩至 1 ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取橙皮甙对照品, 加甲醇制成饱和溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G加0.5%氢氧化钠溶液的自制板; 厚度: 300 μm

点样 供试液与对照液分别点样 2 μl

展开剂 S—1: 醋酸乙酯-甲醇-水(100:17:13)

陈 皮

Chenpi

PERICARPIUM CITRI

RETICULATAE

T: 31℃ RH: 第一次:76% 第二次:76%

样品:

1. 陈皮对照药材;
- 2 ~ 9. 陈皮;
10. 朱栾;
11. 椴柑;
12. 橙皮粉;
13. 实生甜橙;
14. 红橙;
15. 个青皮;
16. 橙皮甙。

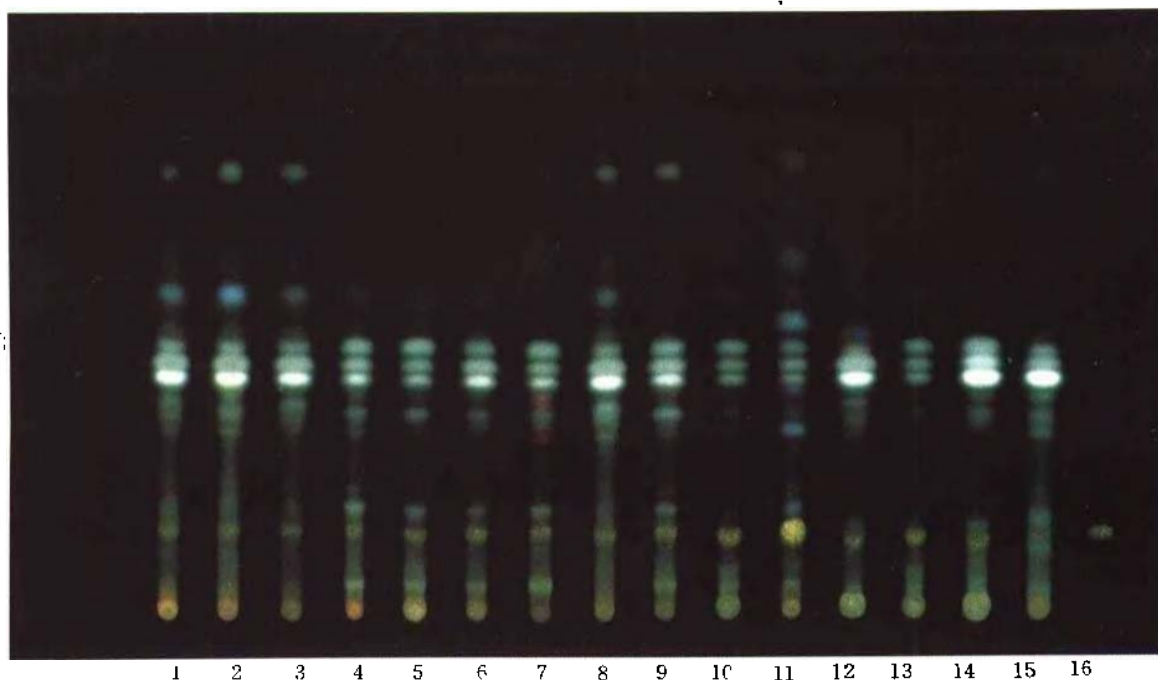


图 1—52(AI₃ 显色, 荧光色谱)

S—2: 甲苯-醋酸乙酯-甲酸-水(20:10:1:1)上层溶液

展开方式 上行展开两次展开;展距:第一次, 3 cm 第二次, 8 cm。

显色 喷以3%三氯化铝乙醇溶液后,略加热吹干,置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱除观察橙皮甙(Rf值约0.15)荧光斑点外,在色谱的中部有明显的三个蓝~蓝白色荧光主斑,为主要鉴别特征。

备注 1. 供试液制备亦可用超声浴处理15分钟。
2. 本图集收集了市场常见的多种来源的陈皮,结果证明薄层色谱中的三个蓝白色荧光斑点均可检出,而橙皮甙含量较低,斑点小,荧光弱,需喷三氯化铝显色后,方易察见。

青 风 藤

Qingfengteng

CAULIS SINOMENII

供试液制备 取本品粉末2g,加乙醇25ml,置水浴上加热回流1小时,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇溶解使成1ml,作为供试品溶液。

对照液制备 取青藤碱对照品,加乙醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G加2%氢氧化钠自制板;厚度:500 μ m

点样 供试品溶液与对照品溶液分别点样2~4 μ l

展开剂 甲苯-醋酸乙酯-甲醇-水(2:4:2:1)10℃以下放置分层的下层溶液

展开方式 上行展开;展距:8 cm

显色 依次喷以稀碘化铋钾试液和5%亚硝酸钠70%乙醇溶液,置日光下检视。

色谱识别 供试品色谱中部在与青藤碱对照品相应的位置上,显相同的斑点。

注意事项 如展开后即刻观察色谱,只喷稀碘化铋钾试液显色亦可;但除主斑外其他斑点显色较浅,不易观察。

备注 1. 本图谱增设了青风藤碱和青藤及毛青藤对照药材。
2. 中国药典青风藤项下收载有青藤和毛青藤两种,青藤的薄

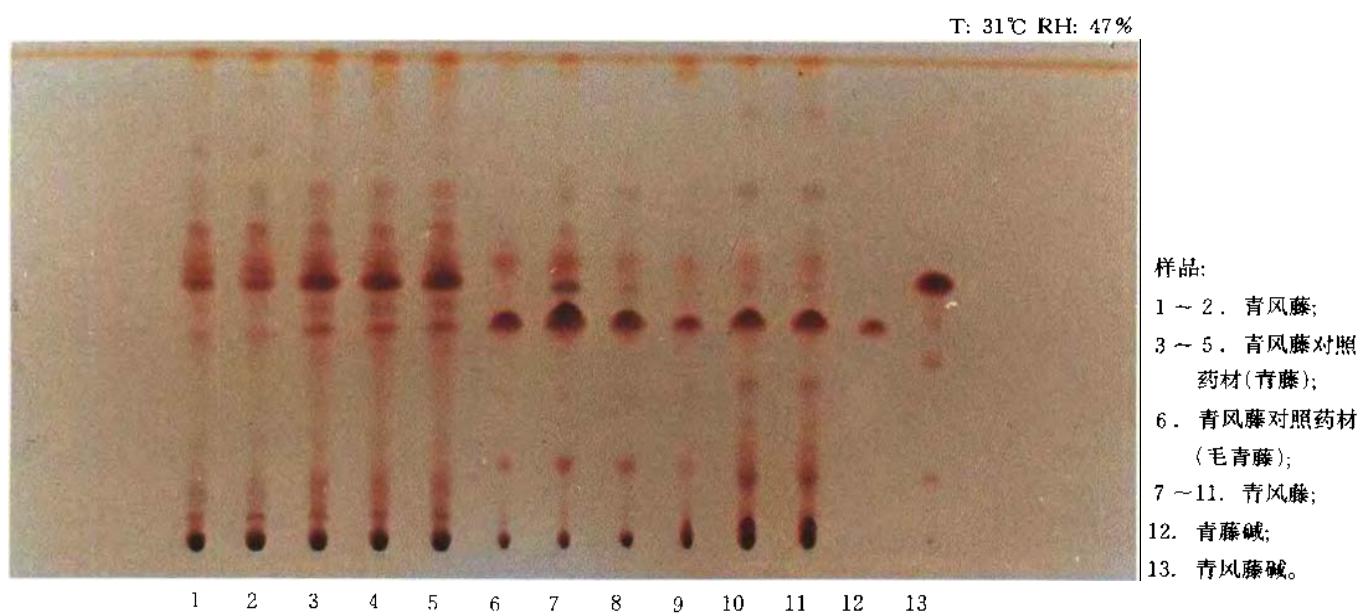


图1—53

层图谱以青藤碱为主；而毛青藤则以青风藤碱为主；两者可借此区分。

青 黛

Qingdai

INDIGO NATURALIS

- 供试液制备** 取本品50mg，加氯仿 5 ml充分搅拌，滤过，滤液作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取靛蓝和靛玉红对照品，加氯仿制成每 1 ml各含 1 mg的混合溶液，作为对照品溶液。
- 薄 层 板** 硅胶G自制板；厚度：500 μ m
- 点 样** 供试品溶液与对照品溶液分别点样 5 ~10 μ l
- 展 开 剂** 苯-氯仿-丙酮（5：4：1）
- 展 开 方 式** 上行展开；展开箱不需预平衡；展距：5 ~ 7 cm
- 显 色** 置日光下检视。
- 色 谱 识 别** 供试品色谱在靛蓝（上）、靛玉红（下）对照品相应的位置上，分别显相同的蓝色斑点和紫红色斑点。
- 注 意 事 项** 1. 靛蓝、靛玉红R_F值随展开时温度升高而增大，由于色谱简单，不影响辨认。
2. 延长展距，斑点较扩散。
- 备 注** 展开后，靛蓝斑点放置时间久易褪色。

T: 23℃ RH: 68%

样品：
1. 靛蓝+靛玉红；
2 ~10. 青黛。

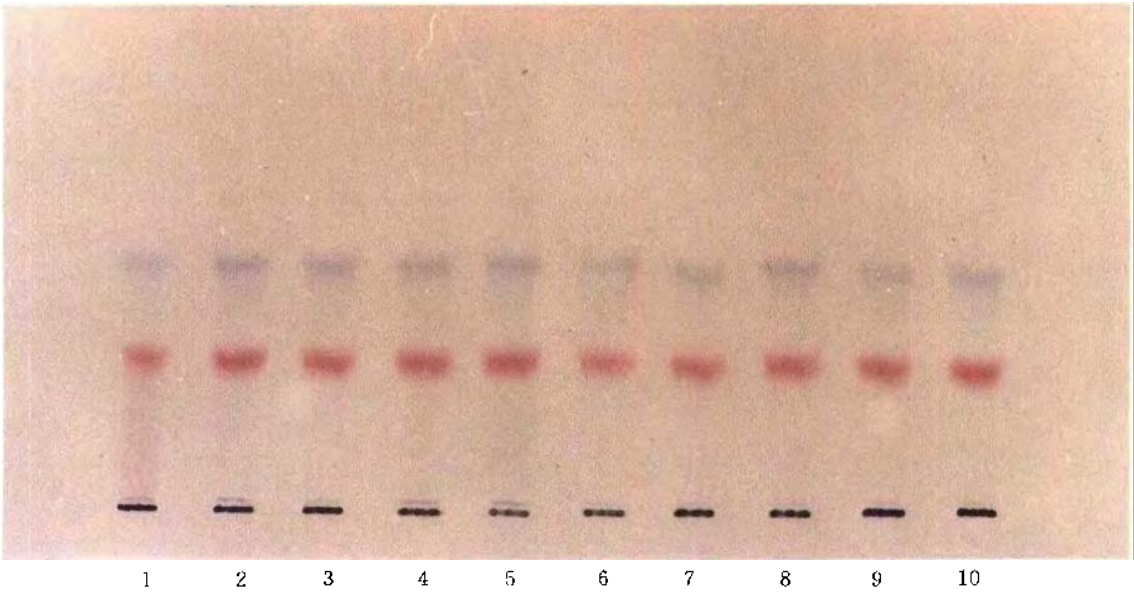


图1—5 4

方法一

- 供试液制备** 取本品粉末0.5g，加氯仿25ml，浓氨试液0.3ml，放置过夜，滤过，滤液蒸干，残渣加氯仿溶解，使成0.5ml，作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取氧化苦参碱和槐定碱对照品，加乙醇制成每 1 ml各含 0.2mg的溶液，作为对照品溶液。
- 薄 层 板** 硅胶G加 2 %氢氧化钠自制板；厚度：500 μ m
- 点 样** 供试品溶液与对照品溶液分别点样 4 μ l

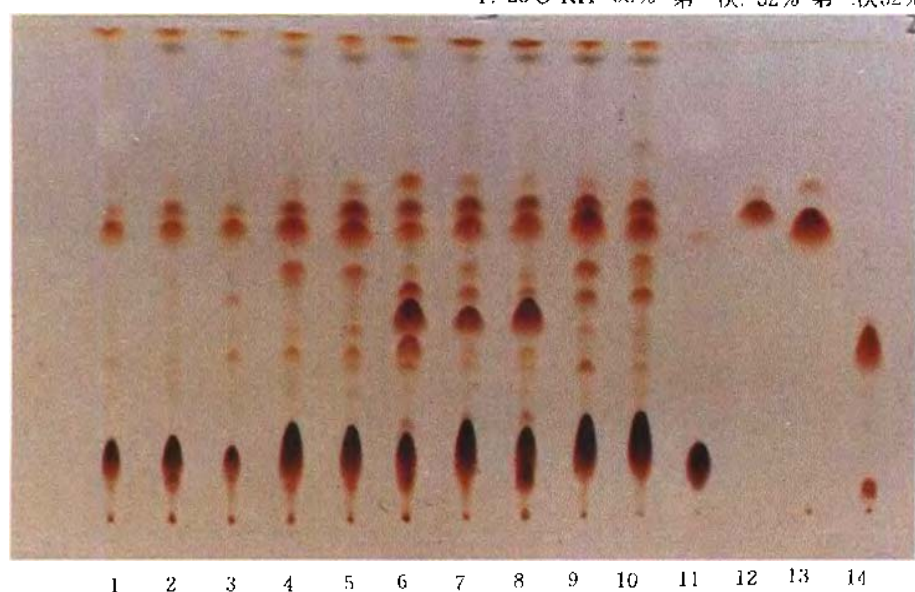
苦 参

Kushen

RADI SOPHORAE
FLAVESCENTIS

- 展 开 剂** S—1: 甲苯—醋酸乙酯—甲醇—水(2:4:2:1)10℃以下放置后的上层溶液
S—2: 甲苯—丙酮—乙醇—浓氨试液(20:20:3:1)
- 展 开 方 式** 上行两次展开; 展距: 均为8 cm
- 显 色** 依次喷以稀碘化铋钾试液和亚硝酸钠乙醇试液, 置日光下检视。
- 色 谱 识 别** 1. 供试品色谱显示不同地区的苦参色谱有差异, 但均含有苦参碱和氧化苦参碱。
2. 氧化苦参碱R_f值低, 且斑点拖长, 并非单一成分, 参见(图1-56)
- 注 意 事 项** 1. 第一次展开剂如控制在3~5℃左右分层更好, 第二次展开薄层板须充分赶尽溶剂并干燥。
2. 应赶尽展开剂后, 再喷显色剂, 以免背景污染。
- 备 注** 本图谱增加了苦参碱和槐果碱对照品, 可辅助鉴别。

T: 25℃ RH: 58% 第一次: 32% 第二次: 32%



样品:
1~10. 苦参;
11. 氧化苦参碱;
12. 槐果碱;
13. 苦参碱*;
14. 槐定碱*。

图1-55

方法二*

- 供试液制备** 取本品粉末0.5g, 加氯仿25ml, 浓氨溶液0.3ml, 振摇, 放置过夜, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加氯仿溶解, 使成0.5ml, 作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取氧化苦参碱, 槐定碱对照品, 加乙醇分别制成每1 ml含0.2mg的溶液, 作为对照品溶液。
- 薄 层 板** 硅胶G加2%氢氧化钠溶液的白制板; 厚度: 500 μm
- 点 样** 供试液与对照液分别点样2 μl
- 展 开 剂** 氯仿—甲醇—浓氨试液(5:0.6:0.3)10℃以下放置后的下层溶液。
- 展 开 方 式** 上行展开; 展距: 8 cm
- 显 色** 依次喷以稀碘化铋钾试液和亚硝酸钠试液, 置日光下检视。
- 色 谱 识 别** 用本展开系统展开得到的色谱, 主要突出以氧化苦参碱为主的色谱下部的生物碱部分。
- 备 注** 本图谱增加了苦参碱和槐果碱对照品, 供参照用。

样品:

- 1~10. 苦参;
 11. 氧化苦参碱;
 12. 槐定碱;
 13. 苦参碱*;
 14. 槐果碱*。

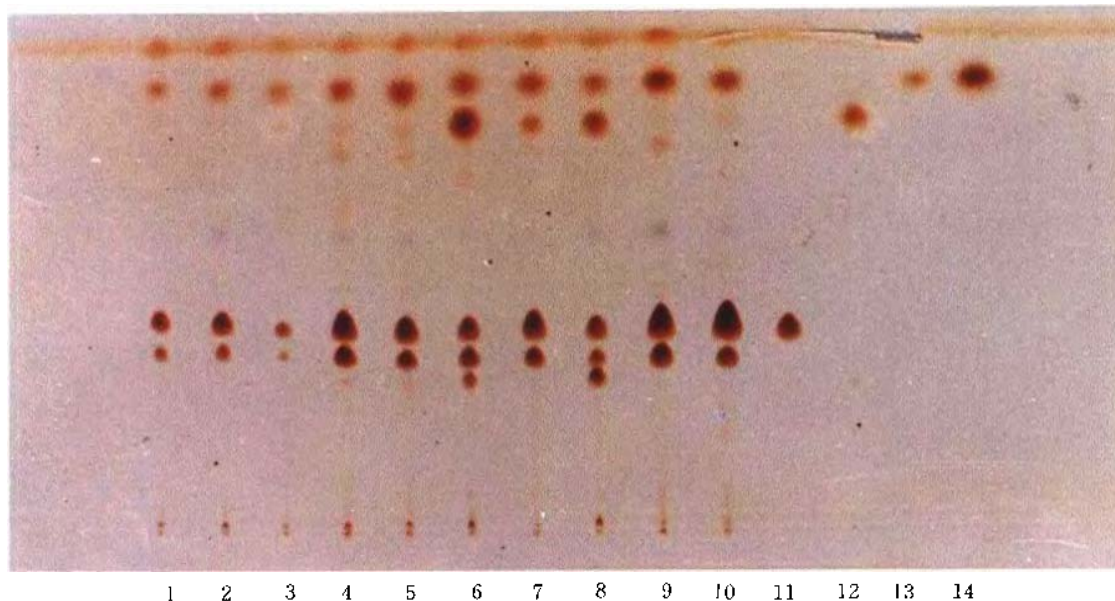


图 1—56

方法三*

供试液制备 取本品粉末0.5g, 加氯仿25ml, 浓氨溶液0.3ml, 振摇, 放置过夜, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加氯仿溶解, 使成0.5ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取氧化苦参碱, 槐定碱对照品, 加乙醇分别制成每1 ml含0.2mg的溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G加2%氢氧化钠溶液的自制板; 厚度: 500 μm

点样 供试液与对照液分别点样2 μl

展开剂 S—1, 苯-丙酮-甲醇(8:3:0.5)

S—2, 甲苯-醋酸乙酯-甲醇-水(2:4:2:1) 10℃以下放置后的上层溶液

展开方式 上行两次展开; 展距: 均为8 cm

T: 25℃ RH: 第一次: 47% 第二次: 47%

样品:

- 1~10. 苦参;
 11. 氧化苦参碱;
 12. 槐定碱;
 13. 苦参碱*;
 14. 槐果碱*。

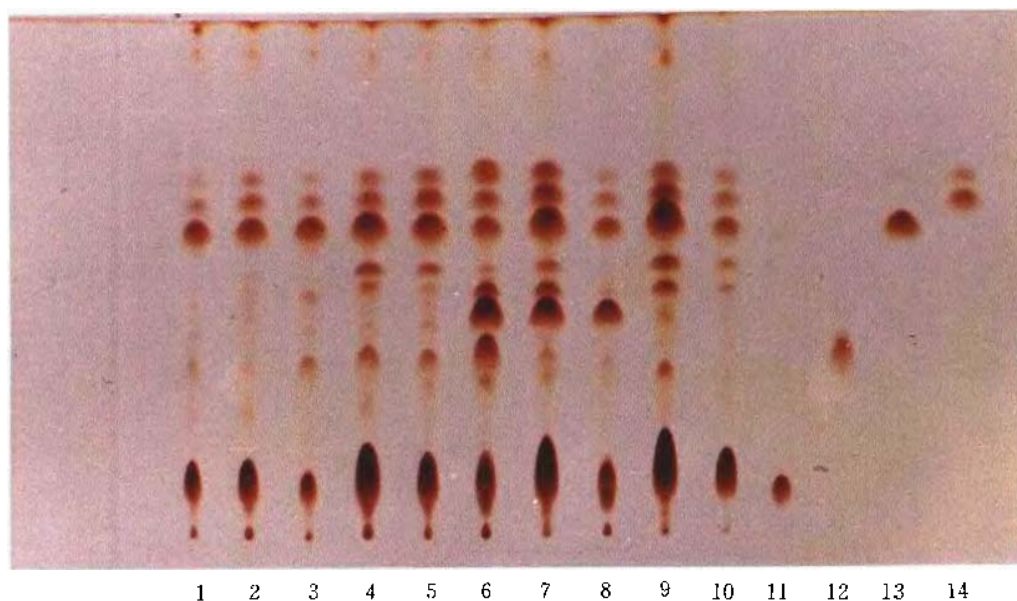


图 1—57

显 色	依次喷以稀碘化铋钾试液和亚硝酸钠试液，置日光下检视。
色 谱 识 别	用本系统作两次展开得到的色谱，主要突出以苦参碱为主的色谱中间部位的生物碱部分。
注 意 事 项	第一次展开后，应赶尽展开剂，置五氧化二磷真空干燥器中干燥3小时以上，方可进行第二次展开。
备 注	1. 本图谱增加了苦参碱和槐果碱对照品，供参照用。 2. 不同地区的苦参样品色谱中部的生物碱斑点互有差异，如图中样品1~3此部分的生物碱斑点不明显。

枳 实

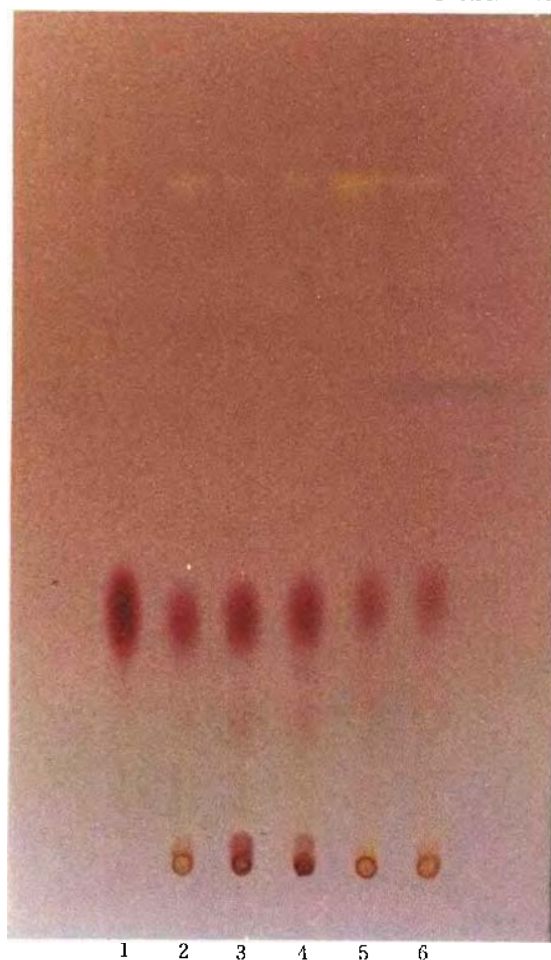
Zhishi

FRUCTUS AURANTII
IMMATURUS

方法一

供试液制备	取本品粉末0.5g，加甲醇5 ml，加热回流1小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇溶解，使成4 ml，滤过，滤液作为供试品溶液。
对照液制备	取辛弗林对照品，加甲醇制成每1 ml含3 mg的溶液，作为对照品溶液。
薄 层 板	硅胶H加0.3%羧甲基纤维素钠自制板；厚度：500 μm
点 样	供试品溶液点样10 μl ；对照品溶液点样2~4 μl
展 开 剂	氯仿-丙酮-甲醇-浓氨试液(13:4:3:0.5)
展 开 方 式	展开箱用展开剂预平衡15分钟；上行展开；展距：12cm

T: 32℃ RH: 62%



样品:

1. 辛弗林;
- 2~6. 枳实。

图1—58

显 色 0.5%茚三酮乙醇溶液, 80℃加热至斑点显色清晰, 日光下检视。

色谱识别 供试品色谱中, 在与辛弗林对照品相应的位置上, 显相同的桃红色斑点。

备 注 1. 本版药典规定的显色温度(105℃)太高, 易使板面变黑, 因此, 本图谱改为80℃加热显色。

2. 本版药典规定, 对照液点样10 μl, 量太大, 改为2~4 μl即可。

方法二*

供试液制备 取本品粉末0.3g, 加甲醇15ml, 超声处理15分钟, 滤过, 滤液浓缩至2 ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取枳实对照药材, 同法制成对照药材溶液。

薄 层 板 硅胶G加0.5%氢氧化钠溶液的自制板; 厚度: 300 μm

点 样 供试液与对照液分别点样5 μl

展 开 剂 S—1, 醋酸乙酯-甲醇-水(100:17:13)

S—2, 甲苯-丙酮-无水乙醇-浓氨试液(20:15:3:1)

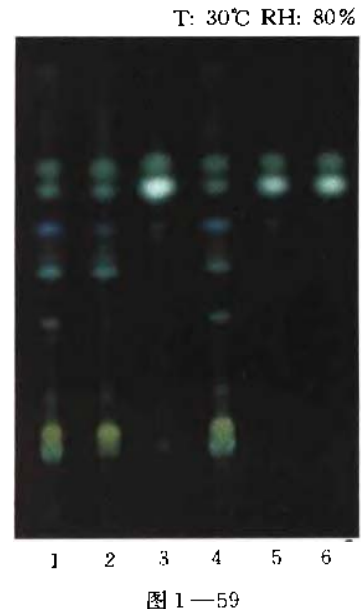
展 开 方 式 展开箱用展开剂预平衡15分钟; 上行两次展开;

展距: 第一次: 3 cm 第二次: 7 cm

显 色 置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 甜橙枳实(样品3)与酸橙枳实(样品4)的色谱有明显的不同, 在有对照药材的同时, 可以容易地区分样品来源; 色谱下部的褐黄色荧光斑点为橙皮甙。

备 注 本版药典收录的枳实来源有两种, 即酸橙*Citrus aurantium* L. 及其栽培变种或甜橙*Citrus sinensis* Osbeck的干燥幼果。



样品:

1~2. 枳实(酸橙);

3. 枳实对照药材(甜橙);

4. 枳实对照药材(酸橙);

5~6. 枳实(甜橙)。

方法一

供试液制备 取本品粉末1 g, 加甲醇5 ml, 密塞, 振摇30分钟, 滤过, 滤液浓缩, 并用甲醇调整体积为0.5ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取厚朴酚, 和厚朴酚对照品, 用甲醇制成每1 ml 各含1 mg的混合溶液, 作为对照品溶液。

薄 层 板 硅胶G自制板; 厚度: 300 μm

点 样 供试液点样2~4 μl; 对照液点样2 μl

展 开 剂 苯-甲醇(27:1)

展 开 方 式 展开箱预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8 cm

显 色 喷以1%香草醛硫酸溶液, 100℃加热至斑点显色清晰, 日光下检视。

色谱识别 供试品色谱中, 在与厚朴酚(上)与和厚朴酚(下)相应的位置上, 显相同的棕红色或棕褐色斑点。

注 意 事 项 相对湿度在70%以上, 延长展距可以提高厚朴酚与和厚朴酚的分离度。

备 注 此项鉴别是本版药典沿用的1985年版的实验条件。

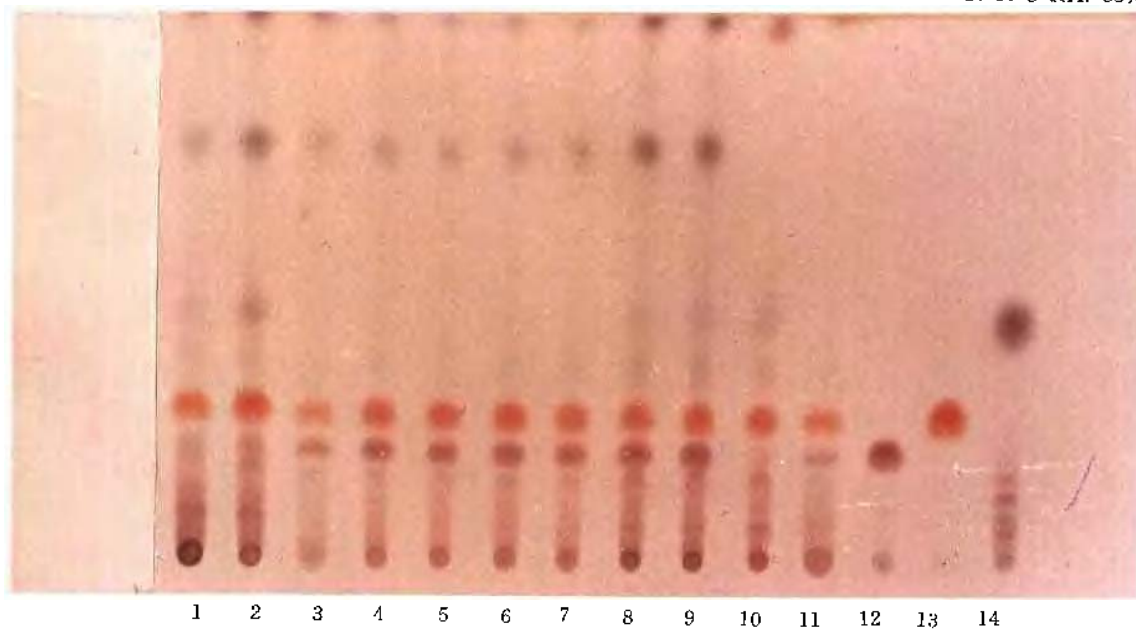
厚 朴

Houpo

CORTEX MAGNOLIAE

OFFICINALIS

T: 19℃ RH: 88%



样品:
1 ~ 11. 厚朴;
12. 和厚朴酚;
13. 厚朴酚;
14. β -桉油醇*。

图 1 - 60

方法二*

供试液制备 取本品粉末 1 g, 加 醋 酸 乙 酯 30ml, 水浴上加热回流 1 小时, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇溶解使成 0.5ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取厚朴酚与和厚朴酚对照品, 加甲醇制成每 1 ml 各含 2 mg 的混合溶液, 作为对照品溶液。

薄 层 板 硅胶 G 加 1 % 氢氧化钠溶液自制板; 厚度: 500 μ m

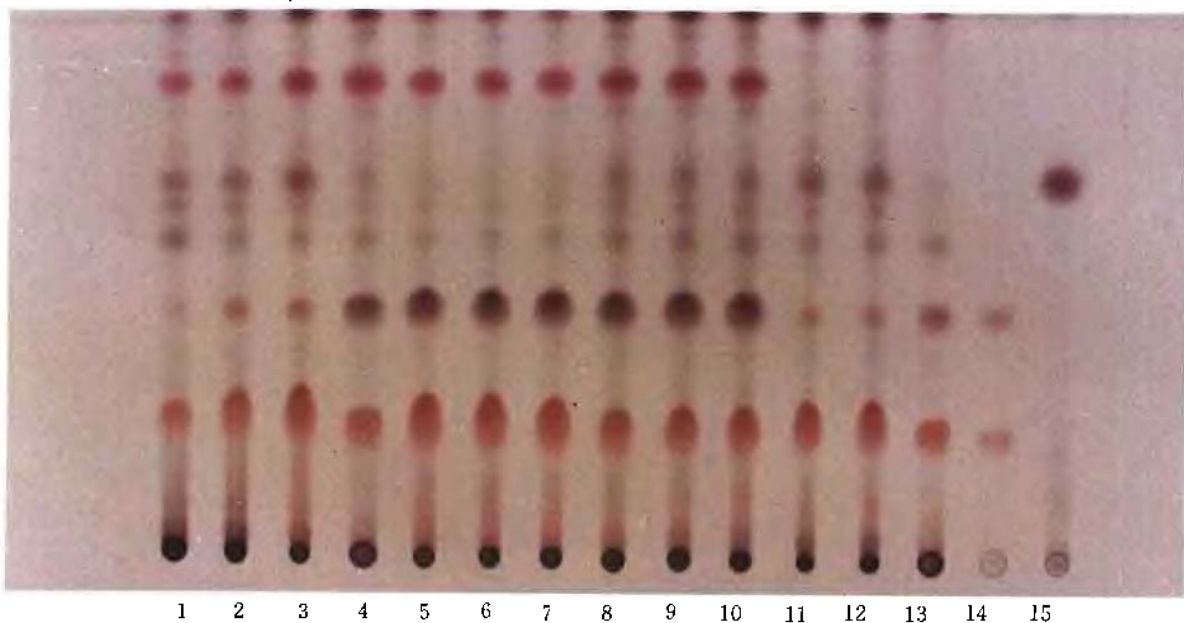
点 样 供试液与对照液分别点样 2 ~ 4 μ l

展 开 剂 苯-醋酸乙酯 (9 : 1.5)

展 开 方 式 上行展开; 展距: 8 cm

显 色 喷以 5 % 香草醛浓硫酸溶液, 80℃ 加热数分钟, 至斑点显色清晰,

T: 29℃ RH: 88%



样品:
1 ~ 13. 厚朴;
14. 厚朴酚+和厚朴酚;
15. β -桉油醇*。

图 1 — 61

置日光下检视。

色谱识别 供试品色谱中,在与厚朴酚(下)与和厚朴酚(上)对照品相应的位置上,显相同颜色的斑点。

注意事项 1. 相对湿度控制在70%~90%范围内均可,但薄层板展开前在88%的湿度环境中,放置15分钟后再展开,层析效果为好,相对湿度对展开效果影响明显,如在低湿度(50%以下)展开,厚朴酚R_f值很低,从整个色谱看,分离效果不佳。
2. 展开温度如在25℃以上,分离效果较好;温度太低,分离度不佳。

备注 本版药典收载的薄层条件,展距要延长至14cm以上才能使厚朴酚与和厚朴酚分离好,易引起斑点扩散和边缘效应;本图谱可将展距缩短至8cm就可以使这两者得到很好的分离,而且所得色谱也比较丰富。

T: 26℃ RH: 80%

供试液制备 取本品粉末2g,加乙醚10ml,浸渍过夜,滤过,滤液蒸干,残渣加氯仿溶解使成2ml,作为供试品溶液。

对照液制备 取独活对照药材粉末2g,同法制成对照药材溶液。

薄层板 硅胶G自制板;厚度:500μm

点样 供试品溶液与对照药材溶液分别点样2μl

展开剂 正己烷-苯-醋酸乙酯(2:1:1)

展开方式 上行展开;展距:约7cm

显色 置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱与独活对照药材色谱基本相符。

注意事项 1. 展开时温度不要大于30℃,否则,色谱上部斑点接近前沿。
2. 延长展距,易造成斑点扩散。

独 活

Duhuo

RADIX ANGELICAE

PUBESCENTIS

T: 27℃ RH: 42%

样品:

1~15. 独活;

16. 独活对照药材*

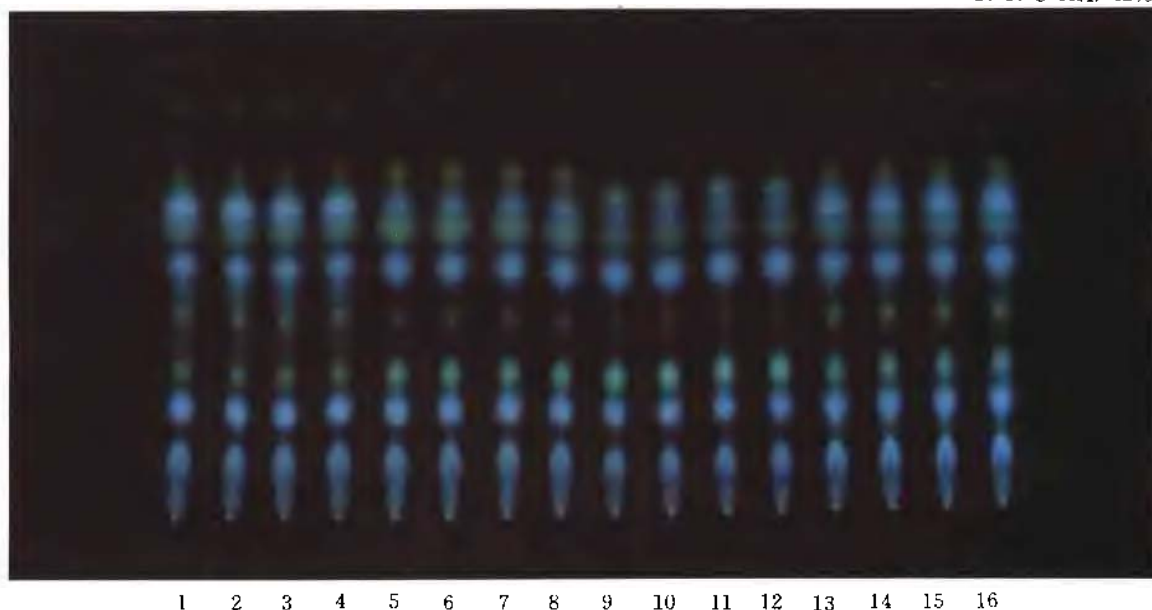


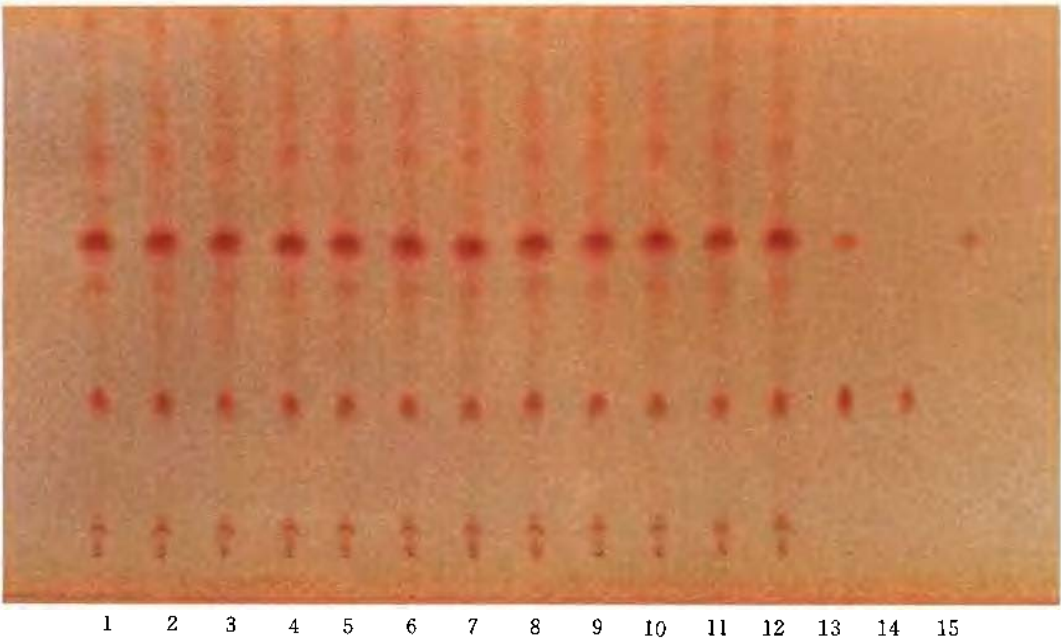
图1—62

洋金花

Yangjinhua
FLOS DATURAE

供试液制备	取本品粉末 2 g，加浓氨试液 1 ml，混匀，再加氯仿 25 ml，摇匀，放置过夜，滤过，滤液蒸干，残渣加氯仿溶解使成 0.5 ml，作为供试品溶液。
对照液制备	取硫酸阿托品，氢溴酸东莨菪碱对照品，加甲醇制成每 1 ml 各含 4 mg 的混合溶液，作为对照品溶液。
薄层板	硅胶 G 自制板，厚度：500 μ m
点样	供试品溶液与对照品溶液分别点样 2 μ l
展开剂	醋酸乙酯-甲醇-浓氨试液(17：2：1)
展开方式	展开箱用展开剂预平衡 30 分钟；上行展开；展距：8 cm
显色	喷以稀碘化铋钾试液，日光下检视。
色谱识别	供试品色谱中，在与对照品相应的位置上，显相同的两个棕色斑点。
备注	为使图谱清晰，本图谱显色时喷稀碘化铋钾试液后继喷亚硝酸钠乙醇试液。

T: 18℃ RH: 18%



样品：
1～12. 洋金花；
13. 阿托品+东莨菪碱；
14. 阿托品；
15. 东莨菪碱。

图 1—63

珠子参

Zhuzishen
RHIZOMA PANACIS
MAJORIS

供试液制备	取本品粉末 1g，加水 5～10 滴，搅匀，再加水饱和的正丁醇溶液 10 ml，密塞，振摇约 10 分钟，放置过夜，滤过，滤液蒸干，残渣加硫酸与 30% 乙醇的混合溶液(1→20) 10 ml，回流 2 小时，用氯仿 20 ml 提取，分取氯仿层，用水 10 ml 洗涤(必要时离心，使分层)，弃去洗液，蒸干，残渣加甲醇溶解，使成 1 ml，作为供试品溶液。
对照液制备	取齐墩果酸与人参二醇对照品，加甲醇制成每 1 ml 含齐墩果酸 1.5 mg 和人参二醇 0.5 mg 的混合溶液，作为对照品溶液。
薄层板	硅胶 G 自制板；厚度：500 μ m
点样	供试液与对照液分别点样 10 μ l
展开剂	苯-醋酸乙酯(1：1)

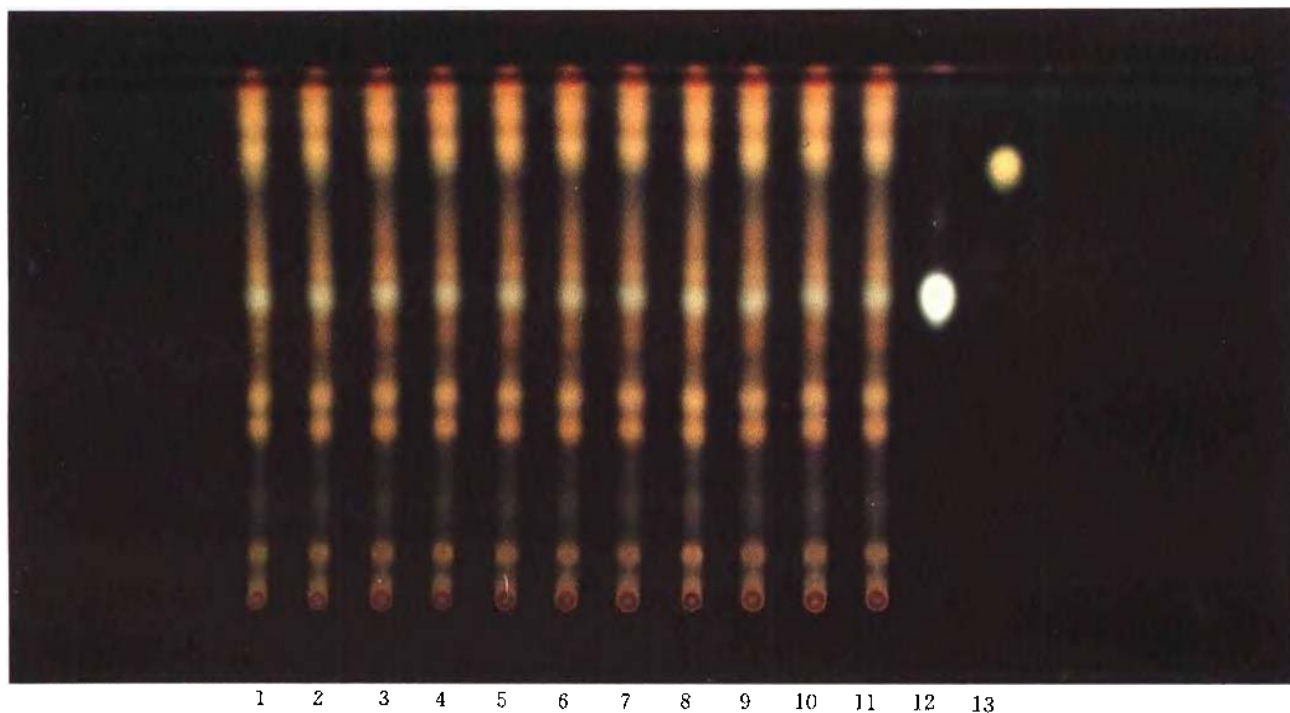


图 1—64

样品: 12. 人参二醇;
1~11. 珠子参; 13. 齐墩果酸。

显 色 喷以硫酸乙醇溶液(1→10), 105℃加热至斑点显色清晰, 置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱中, 在与人参二醇(下), 齐墩果酸(上)对照品相应的位置上, 显相同的荧光斑点。

备 注 1. 为了缩短点样时间, 避免斑点直径太大, 本图谱将供试液浓缩至0.2ml, 点样2 μl。对照液按原浓度不变, 点样量则减少至2 μl。

2. 本图谱对照品溶液是分别制备的, 目的是便于定位。

3. 此项鉴别是本版药典沿用的1985年版的试验条件。

供试液制备 取本品粉末1g, 加乙醇10ml, 回流10分钟, 放冷, 滤过, 滤液作为供试品溶液。

对照液制备 取秦皮甲素与秦皮乙素对照品, 加乙醇制成每1ml各含5mg的混合溶液, 作为对照品溶液。

薄 层 板 硅胶G自制板; 厚度: 250 μm

点 样 供试液点样1 μl; 对照液点样0.5 μl

展 开 剂 甲苯-醋酸乙酯-甲酸-乙醇(3:4:1:2)

展 开 方 式 上行展开; 展距: 8 cm

显 色 置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱中, 在与秦皮甲素(下)、秦皮乙素(上)对照品相应的位置上, 显相同的蓝白色荧光斑点。

备 注 1. 本图谱将对照品溶液浓度改为每1ml含秦皮甲素, 秦皮乙素对照品各2mg的混合溶液。

2. 此项鉴别是本版药典沿用的1985年版的试验条件。

秦 皮

Qinpi

CORTEX FRAXINI

T: 31°C RH: 58%

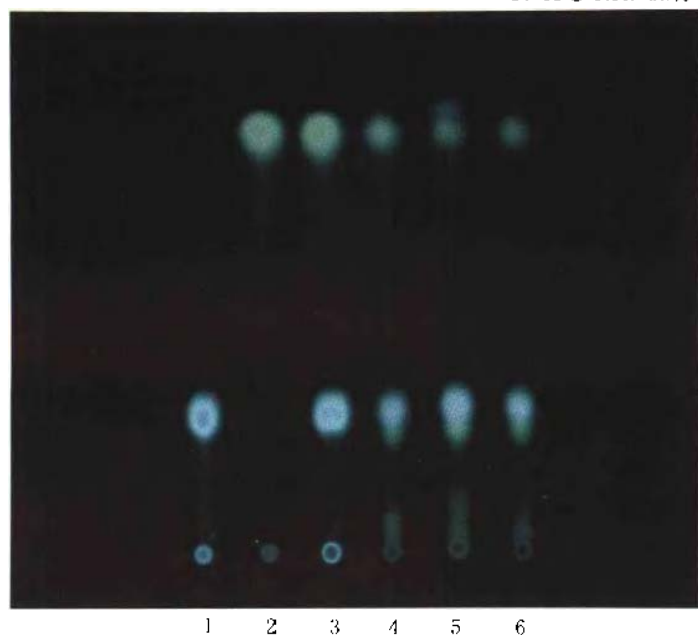


图 1-65

样品:

1. 秦皮甲素;
2. 秦皮乙素;
3. 秦皮甲素+秦皮乙素;
- 4~6. 秦皮。

桂 枝

Guizhi

RAMULUS CINNAMOMI

供试液制备 取本品粉末0.5g, 加乙醇10ml, 密塞, 冷浸20分钟, 时时振摇, 滤过, 滤液作为供试品溶液。

对照液制备 取桂皮醛对照品, 加乙醇制成每1 ml含1 μ l的溶液, 作为对照品溶液。

薄 层 板 硅胶G白制板; 厚度: 500 μ m

点 样 供试液点样10~15 μ l; 对照液点样2 μ l

展 开 剂 石油醚(60~90°C)-醋酸乙酯(17:3)

展 开 方 式 上行展开; 展距: 5~7 cm

显 色 喷以2,4-二硝基苯肼甲醇溶液, 日光下检视。

色 谱 识 别 供试品色谱中, 在与桂皮醛对照品相应的位置上, 显相同的橙色斑点。

备 注

1. 由于桂皮醛易挥发, 所以本图谱改用冷浸的方法制备供试液。
2. 显色剂配制方法: 取2,4-二硝基苯肼试药1g, 加硫酸2ml溶解, 再用甲醇稀释至100ml即得。
3. 此项鉴别是本版药典沿用的1985年版的试验条件。

T: 33°C RH: 60%

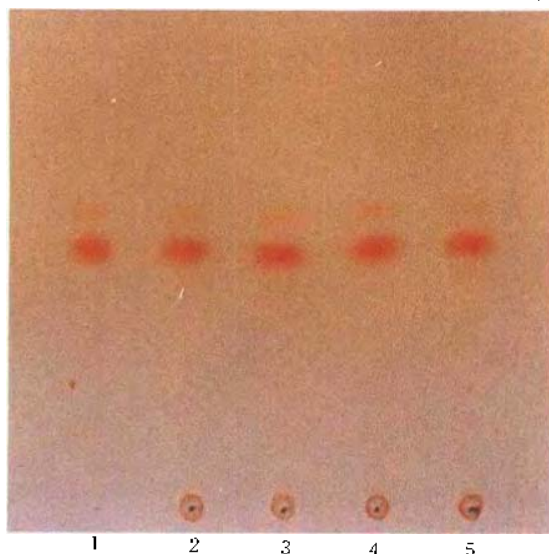


图 1-66

样品:

1. 桂皮醛;
- 2~5. 桂枝。

浙 贝 母

Zhebeimu
BULBUS FRITILLARIAE
THUNBERGII

方法一

- 供试液制备** 取本品粉末 5 g, 加浓氨试液 2 ml, 氯仿 20 ml, 搅拌, 放置过夜, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加氯仿溶解, 使成 0.2 ml, 作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取浙贝母对照药材, 同法制成对照药材溶液; 另取贝母素甲, 贝母素乙对照品, 加氯仿制成每 1 ml 各含 0.5 mg 的混合溶液, 作为对照品溶液。
- 薄层板** 硅胶 G 加 2 % 氢氧化钠水溶液自制板; 厚度: 500 μ m
- 点样** 供试品溶液与对照液分别点样 2 μ l
- 展开剂** S-1: 苯-醋酸乙酯-二乙胺 (7 : 1 : 0.8)
S-2: 苯-醋酸乙酯-二乙胺 (8 : 1 : 0.5)
- 展开方式** 上行两次展开; 展距均为 8 cm
- 显色** 喷以稀碘化铋钾试液和亚硝酸钠乙醇试液, 日光下检视。
- 色谱识别** 供试品色谱与对照药材色谱基本相符; 在与贝母素甲(下)和贝母素乙(上)对照品相应的位置上显相同的棕色斑点。
- 注意事项** 1. 展开温度在 25℃ 以上, 分离效果较好。
2. 控制湿度在 60 % ~ 70 % 左右。
3. 第一次展开后, 应趁尽展开剂, 置五氧化二磷真空干燥器中干燥 3 小时以上, 方可进行第二次展开。
- 备注** 如展开后即刻观察色谱, 只喷稀碘化铋钾试液显色亦可。

T: 27℃ RH: 第一次: 65%; 第二次: 58%

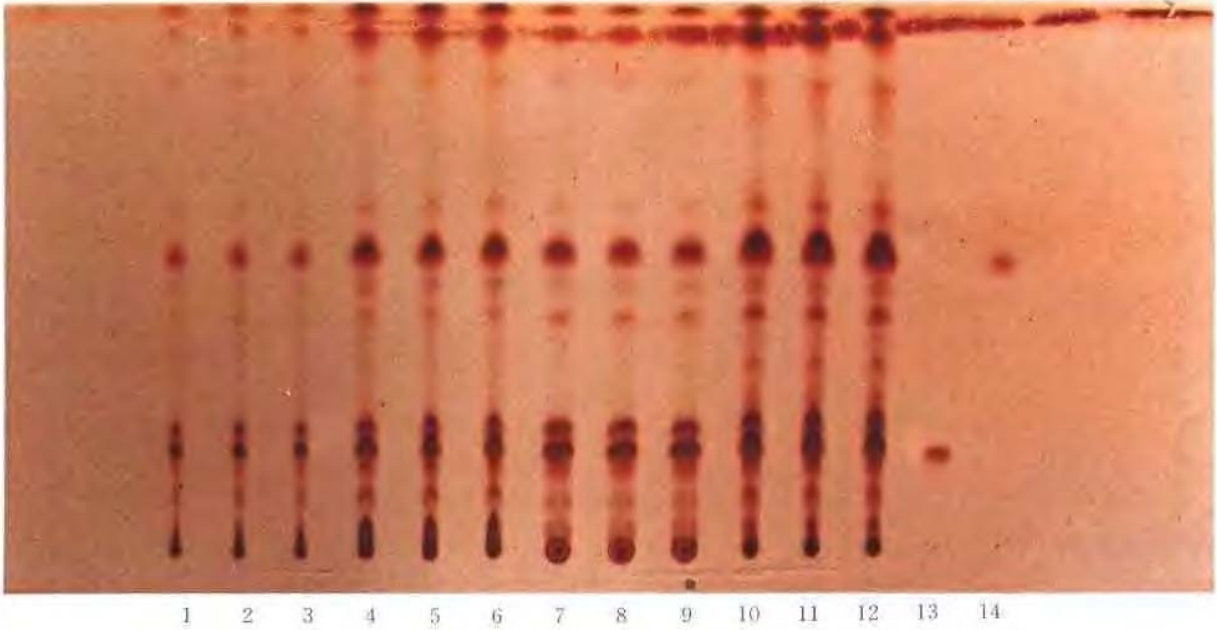


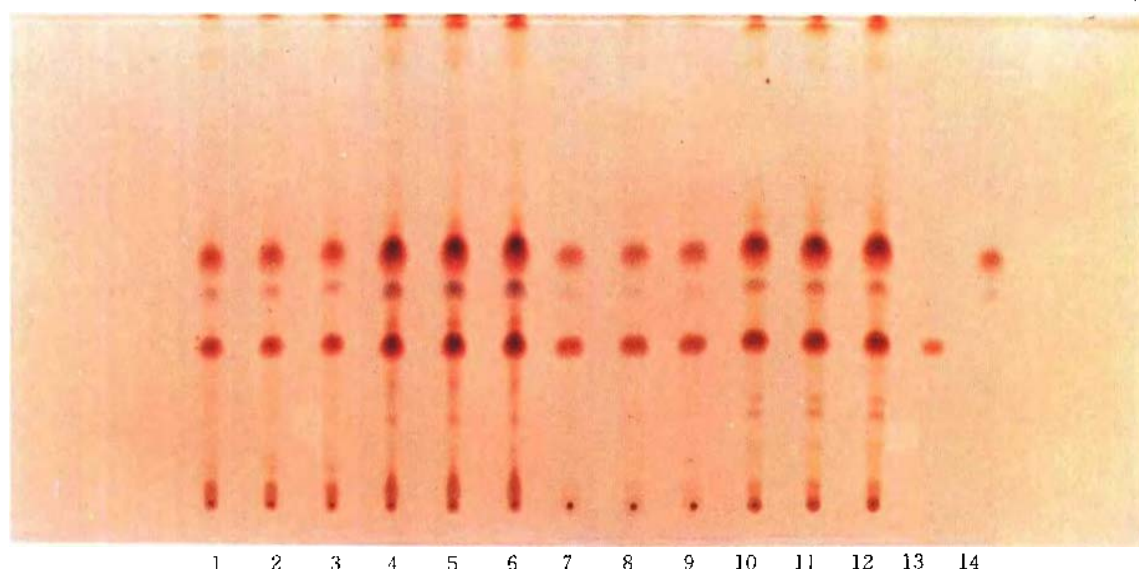
图 1—67

样品: 7 ~ 9. 浙贝母(商品 2);
1. 浙贝母对照药材; 10 ~ 12. 浙贝母(商品 3);
2 ~ 3. 浙贝母; 13. 贝母素甲;
4 ~ 6. 浙贝母(商品 1); 14. 贝母素乙。

方法二*

- 供试液制备** 取本品粉末 5 g, 加浓氨试液 2 ml, 氯仿 20 ml, 搅拌, 放置过夜, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加氯仿溶解, 使成 0.2 ml, 作为供试品溶液。

T: 22℃ RH: 65%



样品:
1. 浙贝母对照药材;
2~12. 浙贝母;
13. 贝母素甲;
14. 贝母素乙。

图1—68

T: 22℃ RH: 47%



图1--69

样品:

1. 浙贝母对照药材; 5. 贝母素甲;
2~4. 浙贝母; 6. 贝母素乙。

对照液制备 取浙贝母对照药材, 同法制成对照药材溶液; 另取贝母素甲, 贝母素乙对照品, 加氯仿制成每1 ml 各含0.5mg的混合溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G加2%氢氧化钠水溶液自制板; 厚度: 500 μm

点样 供试液溶液与对照液分别点样 2 μl

展开剂 氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(30:40:15:10)10℃以下放置的下层溶液

展开方式 上行展开; 展距: 8 cm

显色 喷以稀碘化铋钾试液和亚硝酸钠乙醇试液, 日光下检视。

色谱识别 供试液色谱与对照药材色谱基本相符; 在与贝母素甲(下)和贝母素乙(上)对照品相应的位置上显相同的棕色斑点。

注意事项 1. 展开时温度在25℃以下(尽量在低温下展开), 分离效果较好。
2. 展开时控制湿度在60%~70%左右。

备注 1. 如展开后即刻观察色谱, 只喷稀碘化铋钾试液显色亦可。
2. 如按本版药典正文规定的条件(即沿用的1985年版的条件)所得的图谱见(图1—69)

黄 芪*

Huangqi
RADIX ASTRAGALI

供试液制备 取本品粉末3 g, 加甲醇20ml, 置水浴上回流1小时, 滤过, 滤液加于已处理好的中性氧化铝柱(100~120目, 5g, 内径10~15mm)上, 用40%甲醇100ml洗脱, 收集洗脱液, 置水浴上蒸干, 残渣加水30ml使溶解, 用水饱和的正丁醇提取2次, 每次20ml, 合并正丁醇液, 用水洗涤2次, 每次20ml, 弃去水液, 正丁醇液蒸干, 残渣加甲醇溶解使成0.5ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取黄芪对照药材3 g, 同法制成对照药材溶液; 另取黄芪甲甙对照品, 加甲醇制成每1 ml含1 mg的溶液, 作为对照品溶液。

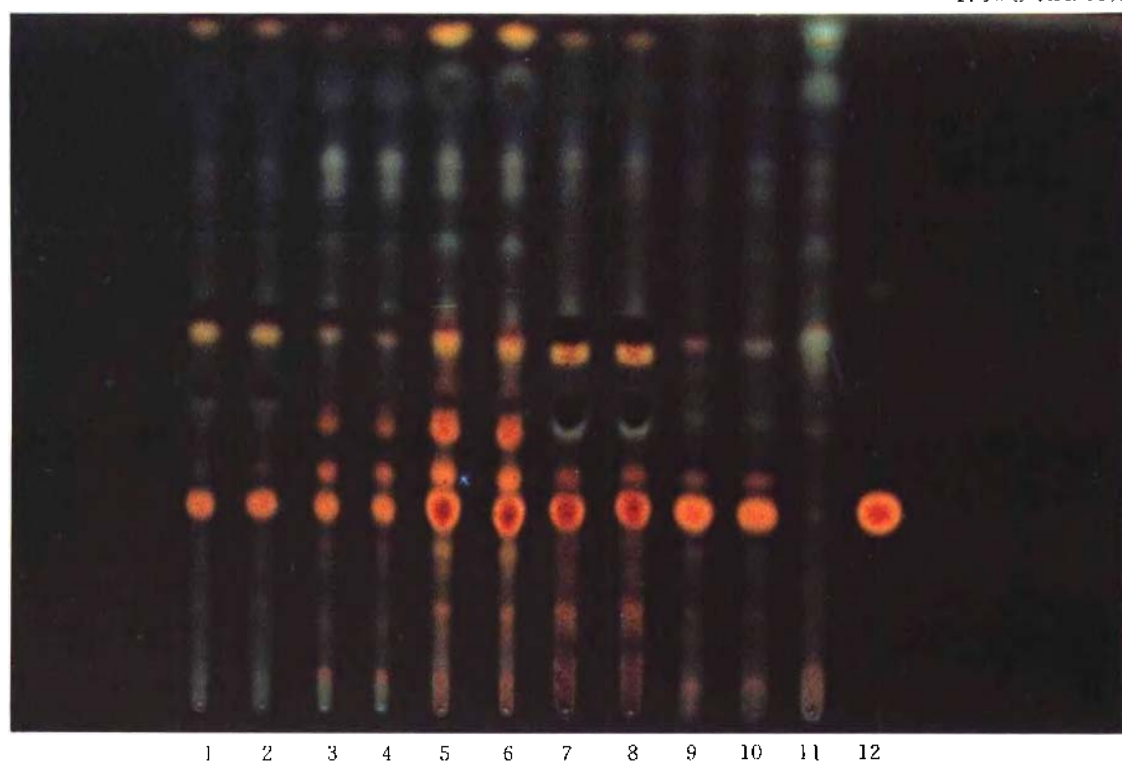


图 1-70(自制板, 荧光色谱)

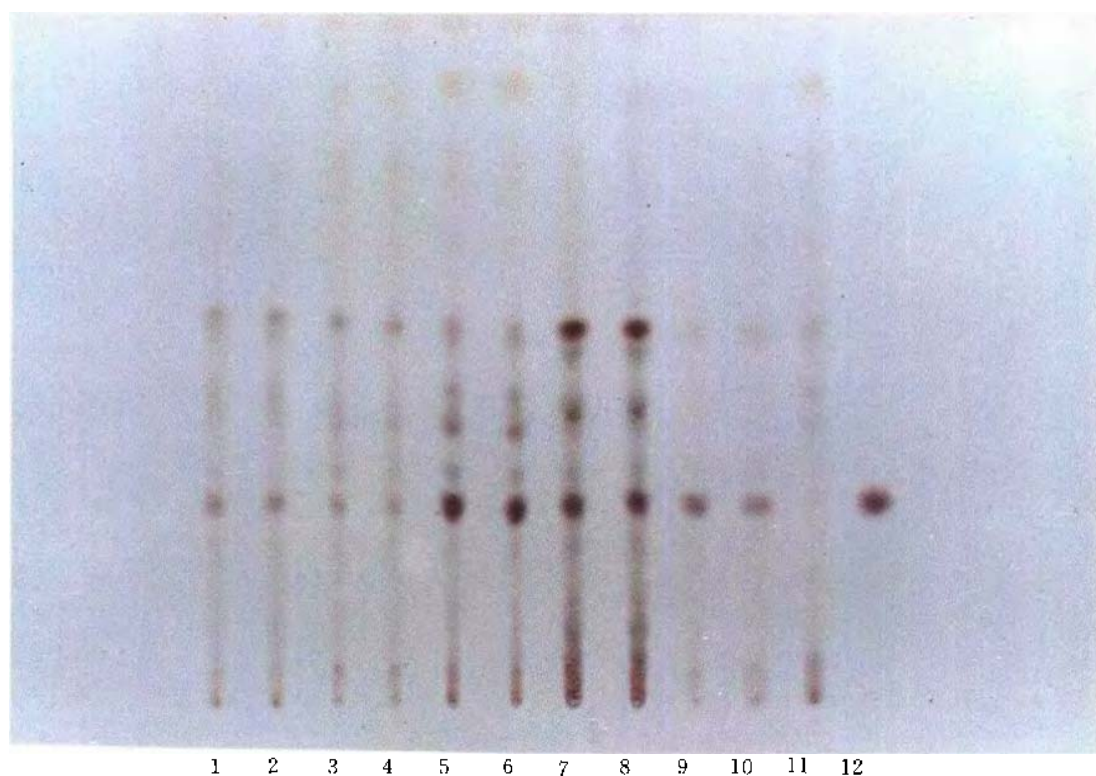


图 1-71(自制板, 可见光色谱)

样品:	5 ~ 6. 黄芪(家种内蒙黄芪);	10. 黄芪对照药材(膜荚黄芪);
1 ~ 2. 黄芪(原生芪);	7 ~ 8. 黄芪;	11. 红芪;
3 ~ 4. 黄芪(生芪);	9. 黄芪对照药材(蒙古黄芪);	12. 黄芪甲武。

T: 20℃ RH: 47%

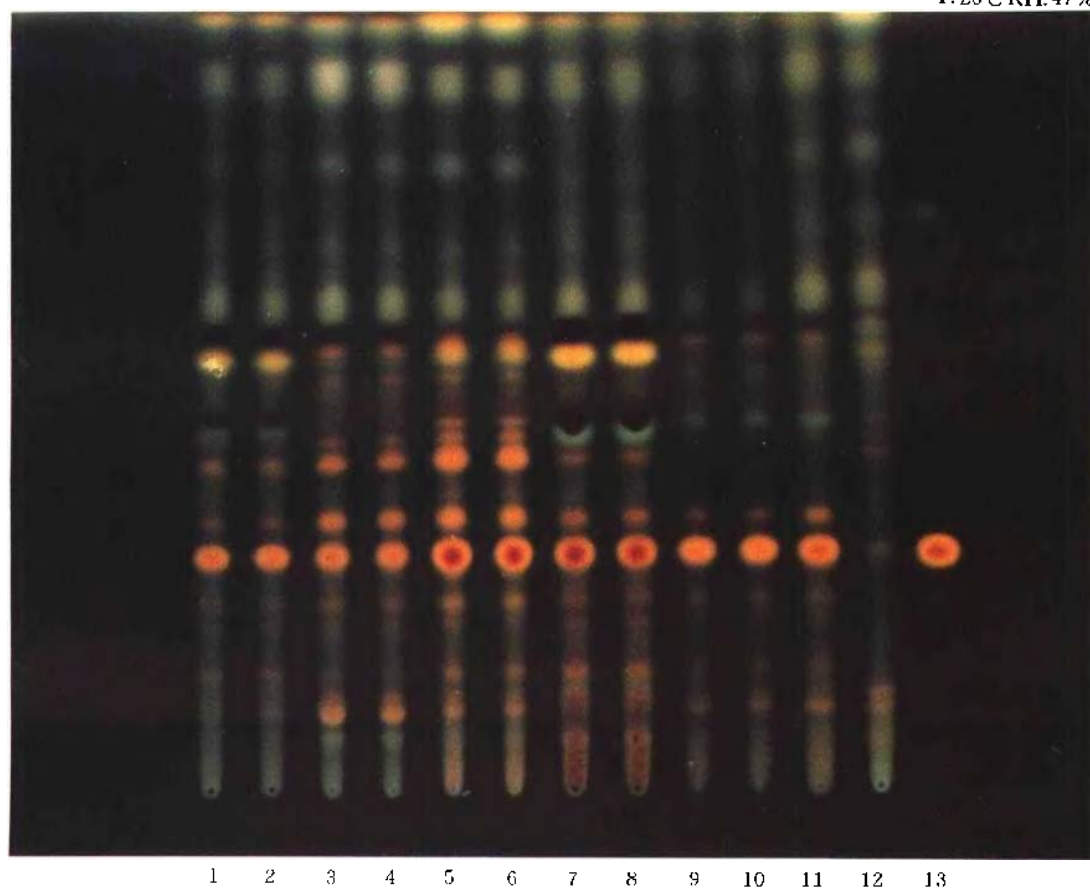
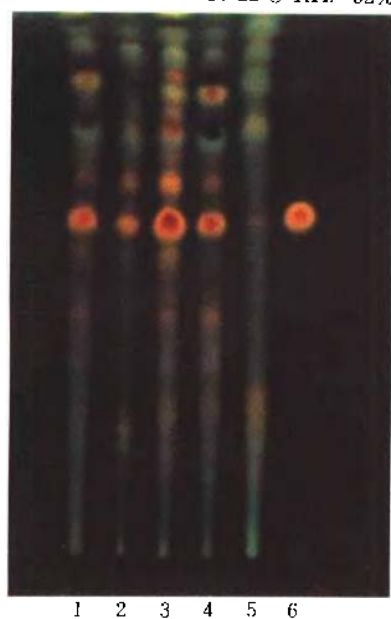


图 1—72(预制板, 荧光色谱)

样品:

- | | |
|--------------------|-----------------------|
| 1 ~ 2. 黄芪(原生芪); | 9 ~ 10. 黄芪对照药材(蒙古黄芪); |
| 3 ~ 4. 黄芪(生芪); | 11. 黄芪对照药材(膜荚黄芪); |
| 5 ~ 6. 黄芪(家种内蒙黄芪); | 12. 红芪; |
| 7 ~ 8. 黄芪; | 13. 黄芪甲甙。 |

T: 22℃ RH: 32%



样品:

1. 黄芪(原生芪);
2. 黄芪(生芪);
3. 黄芪(家种内蒙黄芪);
4. 黄芪(膜荚黄芪);
5. 红芪;
6. 黄芪甲甙。

图 1—73(荧光色谱)

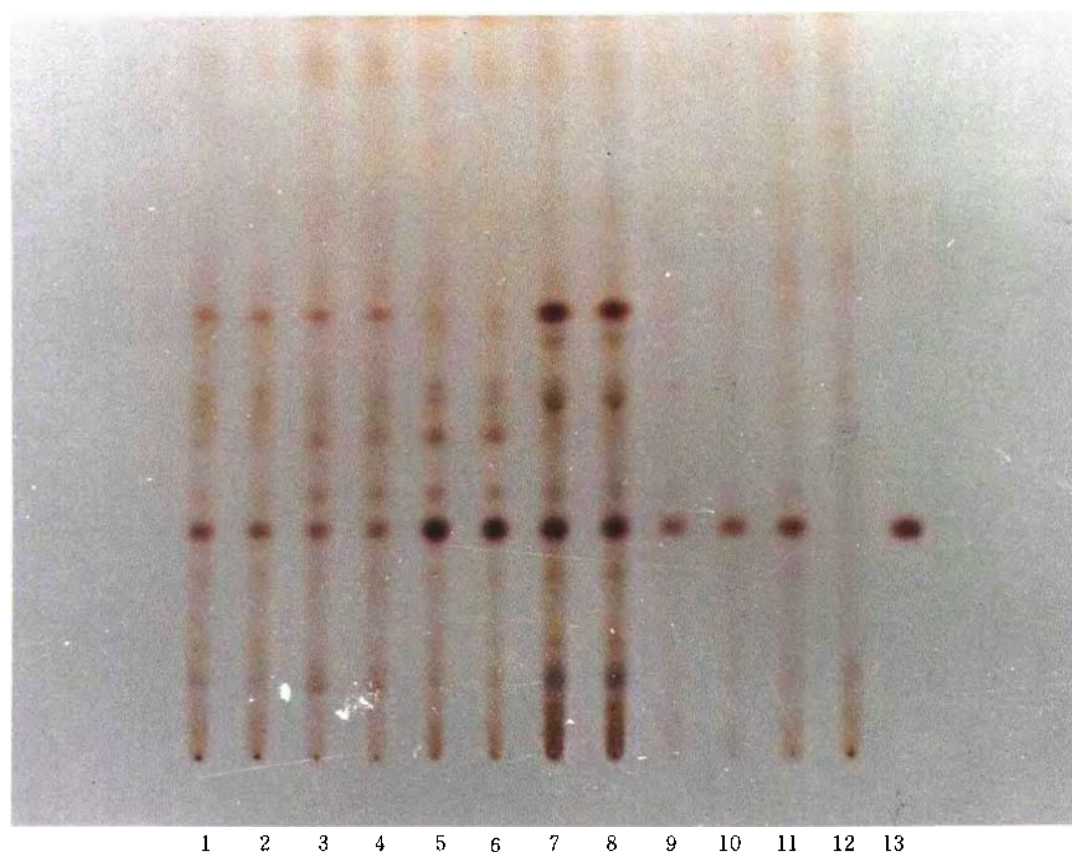


图 1—74(预制板, 可见光色谱)

样品:

- | | |
|------------------|---------------------|
| 1~2. 黄芪(原生芪); | 9~10. 黄芪对照药材(蒙古黄芪); |
| 3~4. 黄芪(生芪); | 11. 黄芪对照药材(膜荚黄芪); |
| 5~6. 黄芪(家种内蒙黄芪); | 12. 红芪; |
| 7~8. 黄芪; | 13. 黄芪甲苷。 |

- 薄层板** 硅胶G自制板; 厚度: 500 μm ; 硅胶60F254预制板(Merck)
- 点样** 供试品溶液与对照品溶液分别点样 2 μl
- 展开剂** 氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(20:40:22:10), 10℃以下放置后的下层溶液
- 展开方式** 展开箱用展开剂预平衡15分钟, 上行展开; 展距: 14cm
- 显色** 喷以硫酸乙醇溶液(1→10), 105℃加热数分钟, 至斑点显色清晰, 置日光和紫外光灯(365nm)下检视。
- 色谱识别** 供试品色谱中, 在与黄芪甲苷对照品相应的位置上, 日光下显棕褐色斑点; 紫外光灯(365nm)下, 显橙黄色荧光斑点。
- 注意事项** 1. 展开剂应尽量在低温放置分层。
2. 展开时控制温度在30℃以下, 控制湿度在58%~65%范围内为好。
- 备注** 1. 预制板(Merck)的分离度较手工自制板为好(图1—72)。
2. 从完整的色谱比较, 蒙古黄芪与膜荚黄芪有差异; 本图谱中增加了红芪样品(图1—70中样品11), 其色谱与黄芪不同, 易于

区别。

3. 药典正文所载试验条件, 主要以检出黄芪甲甙为主(见图1—72)。

黄 连

Huanglian

RHIZOMA COPTIDIS

- 供试液制备** 取本品粉末50mg, 加甲醇5ml, 置水浴上回流15分钟, 滤过, 滤液浓缩至1ml, 作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取黄连对照药材粉末50mg, 同法制成对照药材溶液; 再取盐酸小檗碱对照品, 加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液, 作为对照品溶液。
- 薄 层 板** 硅胶G自制板; 厚度: 500 μm
- 点 样** 供试液与对照药材溶液及对照品溶液分别点样 1 ~ 2 μl
- 展 开 剂** 苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇 浓氨试液(6:3:1.5:1.5:0.5)
- 展 开 方 式** 展开箱一侧槽中加入展开剂, 另侧槽加入与展开剂等体积的浓氨试液共同预平衡15分钟; 展距: 8 cm
- 显 色** 置紫外光灯(365nm)下检视。
- 色 谱 识 别** 中国药典黄连项下收载有味连、雅连、云连三种, 总体分析, 黄连色谱可见 4 ~ 5 个主要的黄色荧光斑点, 自下而上分别为 1, 非洲防己碱+药根碱(含量 较低); 2, 巴马汀; 3, 小檗碱; 4, 表小檗碱(云连含量很低); 5, 黄连碱; 在色谱的下部, 即非洲防己碱+药根碱斑点的上方尚有微量的其它生物碱。
- 注 意 事 项** 1. 展开时的温度控制在20~30℃范围内, 温度太高或太低, 均

T: 25℃ RH: 32%

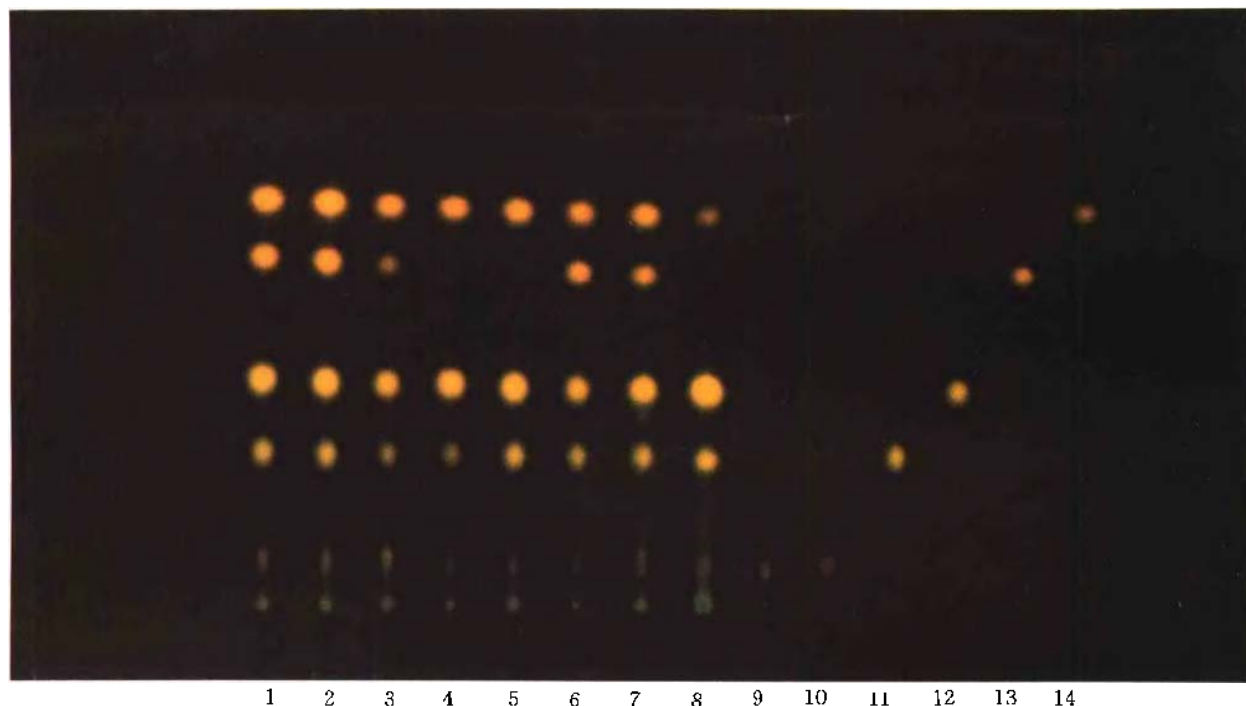


图1—75

样品:

1. 黄连对照药材(味连);
2. 黄连(恩施黄连);
3. 黄连对照药材(雅连);
4. 黄连对照药材(云连);

5. 野连;

- 6 ~ 7. 黄连(国产黄连);
8. 黄连(日本黄连);
9. 非洲防己碱;
10. 药根碱*;

11. 巴马汀;

12. 小檗碱;
13. 表小檗碱*;
14. 黄连碱*。

使整个色谱的Rf值偏高。

2. 相对湿度控制在47%以下为好。

3. 浓氨试液应保证质量，否则因氨蒸气不够而降低分离度。

- 备 注
1. 供试液、药材对照液浓度由原来的0.01g/ml浓缩至0.05g/ml，点样量不变。
 2. 本图谱样品2为“恩施黄连”色谱与味连相似；样品5为“野连”其色谱与云连类似；样品8为增加的“日本黄连”样品，其色谱中小檗碱含量高，黄连碱含量低，表小檗碱含量甚微，可与国产黄连区别。

- 供试液制备 取本品粉末0.1g，加甲醇5ml，置水浴上回流15分钟，滤过，滤液浓缩至1ml，作为供试品溶液。
- 对照液制备 取黄柏对照药材粉末0.1g同法制成对照药材溶液；再取盐酸小檗碱对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。
- 薄 层 板 硅胶G自制板；厚度：500μm
- 点 样 供试品溶液与对照液分别点样1~2μl
- 展 开 剂 苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液（6:3:1.5:0.5）
- 展 开 方 式 展开箱一侧槽中加入展开剂，另一槽加入与展开剂等体积的浓氨试液，共同预平衡15分钟；上行展开；展距：8cm
- 显 色 置紫外光灯（365nm）下检视。
- 色 谱 识 别 关黄柏供试品色谱主要斑点为小檗碱及巴马汀；川黄柏主斑为小檗碱，巴马汀含量明显少；二者均不含或含极微量的黄连碱及表

黄 柏

Huangbai

CORTEX PHELLODENDRI

T: 15℃ RH: 32%

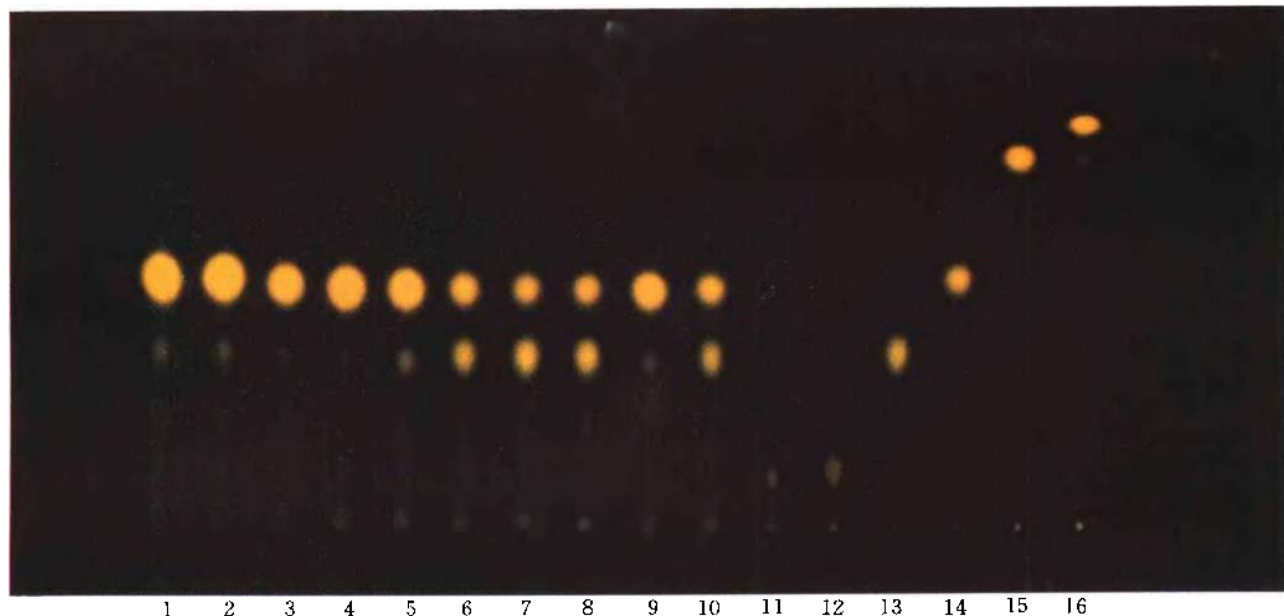


图1-76

- 样品:
- | | | |
|-------------------|-------------|------------|
| 1~8. 黄柏; | 11. 非洲防己碱*; | 15. 表小檗碱*; |
| 9. 黄柏对照药材(川黄柏); | 12. 药根碱*; | 16. 黄连碱*。 |
| 10. 黄柏对照药材(关黄柏)*; | 13. 巴马汀; | |
| | 14. 小檗碱; | |

小檗碱, 可与黄连区别。

注意事 项 参见“黄连”项下。

备 注 1. 供试液、药材对照液浓度由原来的0.1g/5ml, 浓缩至0.1g/1ml, 点样量不变。
2. 本图谱除小檗碱(盐酸盐)对照品外, 增加了非洲防己碱, 药根碱, 巴马汀, 表小檗碱(硫酸盐)及黄连碱(硫酸盐), 供参考。

淫 羊 藿*

Yinyanghuo

HERBA EPIMEDII

供试液制备 取本品粉末0.5g, 加50%乙醇30ml置水浴上回流30分钟, 取出, 放冷, 滤过, 滤液蒸干乙醇后, 加水少量溶解, 加至聚酰胺小柱(5g, 内径10~15mm)上, 先后用水, 乙醇各100ml洗脱, 水液弃去, 收集乙醇洗脱液, 蒸干, 残渣用乙醇溶解, 使成1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取淫羊藿甙对照品, 用乙醇制成每1ml含0.5mg的溶液, 作为对照品溶液。

薄 层 板 硅胶G加0.1M磷酸氢二钠的0.3%羧甲基纤维素钠溶液自制板; 厚度: 250 μ m

点 样 供试品溶液10 μ l, 对照品溶液2 μ l; 条带状点样(1 $\times$ 10mm)。

展 开 剂 醋酸丁酯-甲酸-水(1.3:1:1)10℃以下放置后的上层溶液

展 开 方 式 展开箱用展开剂预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8cm

显 色 喷以5%三氯化铝乙醇溶液, 105℃加热约数分钟后, 置紫外光灯(365nm)下检视。

色 谱 识 别 供试品色谱中, 在与淫羊藿甙对照品色谱相应的位置上, 显相同的黄色荧光斑点。

注 意 事 项 温度在25℃以上; 控制湿度在18~47%范围内色谱效果较好。

备 注 1. 不同品种的淫羊藿色谱基本一致, 朝鲜淫羊藿色谱中各条斑荧光较弱。
2. 药典正文规定的条件, 沿用了1985年版的条件。

T: 25℃ RH: 47%

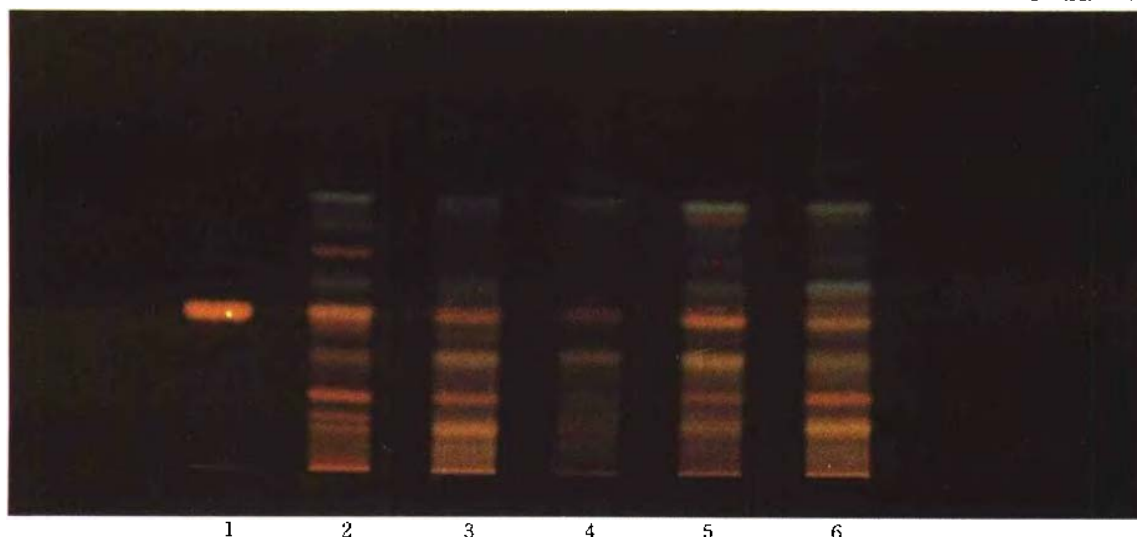


图 1-77

样品:

1. 淫羊藿甙; 2. 淫羊藿; 3. 箭叶淫羊藿; 4. 朝鲜淫羊藿; 5. 柔毛淫羊藿; 6. 巫山淫羊藿。

断 血 流

Duanxueliu

HERBA CLINOPODII

供试液制备 取本品粉末1g,加甲醇10ml,置水浴上回流30分钟,滤过,滤液加于已处理好的中性氧化铝柱(100~120目,10g,内径:10~15mm)上,用40%甲醇100ml洗脱,收集洗脱液,置水浴上蒸至近干,残渣加水30ml使溶解,用水饱和的正丁醇提取2次,每次20ml,合并正丁醇液,用水洗涤2次,每次20ml,弃去水液,正丁醇液置水浴上蒸干,残渣加甲醇溶解使成1ml,作为供试品溶液。

对照液制备 取断血流皂甙对照品,加乙醇制成每1ml含2mg的溶液,作为对照品溶液。

薄 层 板 硅胶G加1%氢氧化钠溶液的自制板;厚度:500 μ m

点 样 供试品溶液与对照品溶液分别点样2 μ l

展 开 剂 氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)10℃以下放置后的下层溶液

展 开 方 式 上行展开;展开箱用展开剂预平衡15分钟;展距:8cm

显 色 喷以硫酸乙醇溶液(1 $\rightarrow$ 10)110℃加热数分钟至显色清晰后,置日光下及紫外光灯(365nm)下检视。

色 谱 识 别 供试品色谱中,在与断血流皂甙对照品相应的位置上,日光下显相同的紫蓝色斑点,紫外光灯下为棕红色荧光斑点,Rf值约0.4。

注 意 事 项 展开前须用展开剂预平衡,展开剂尽量在低温放置分层,展开时宜在较低湿度下进行。

备 注 断血流在药典中收录了两个品种,即荫风轮和风轮菜。二者完整的色谱基本一致。本图谱将风轮菜的叶与茎分别点样,可见其色谱也基本相同,但各成分以叶的含量较高。

样品:

1~3. 风轮菜(茎);

4~6. 风轮菜(叶);

7~9. 风轮菜(全草);

10~13. 荫风轮(全草);

14. 断血流皂甙。

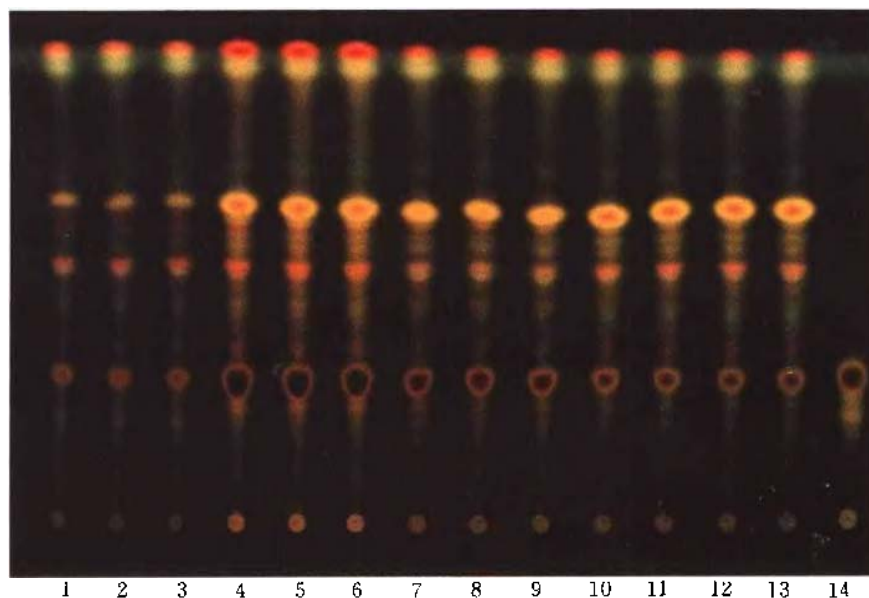


图1-78

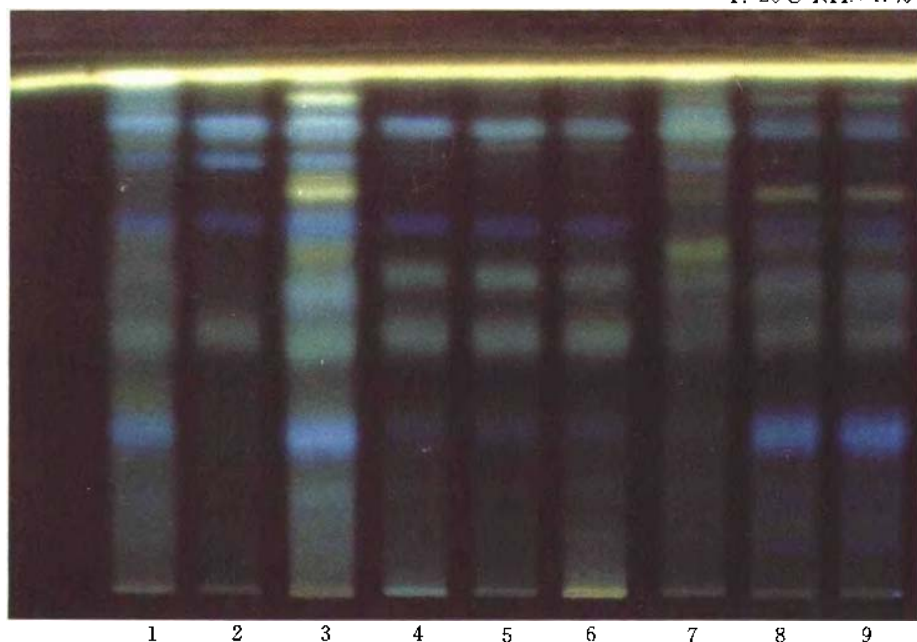
葛 根

Gegen

RADIX PUERARIAE

- 供试液制备** 取本品粉末4g,加甲醇10ml,放置2小时,滤过,滤液蒸干,加甲醇溶解,使成0.5ml,作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取葛根素对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。
- 薄 层 板** 硅胶H加0.3%的羧甲基纤维素钠水溶液自制板;厚度:250 μ m
- 点 样** 供试品溶液与对照品溶液分别点样2 μ l,呈条带状。
- 展 开 剂** 氯仿-甲醇-水(7:2.5:0.25)
- 展 开 方 式** 上行展开;展距:8cm
- 显 色** 喷以5%三氯化铝乙醇溶液,热风吹干后,置紫外光灯(365nm)下检视。
- 色 谱 识 别** 供试品色谱中,在与葛根素对照品相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。
- 备 注** 1.本图谱的供试液浓度与本版药典略有不同,目的是减少点样体积,缩短点样时间。
2.此项鉴别是本版药典沿用的1985年版的试验条件,但增加了三氯化铝显色。

T: 20℃ RH: 47%



样品: 1~9. 葛根

图 1-79

湖北贝母*

Hubei Beimu

- 供试液制备** 取本品5g,加浓氨试液2ml与氯仿20ml,振摇,放置过夜,滤过,滤液蒸干,残渣加氯仿溶解,使成0.5ml,作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取湖北贝母对照药材5g,同法制成对照药材溶液。
- 薄 层 板** 硅胶G加2%氢氧化钠溶液的自制板;厚度:500 μ m
- 点 样** 供试品溶液与对照品溶液分别点样2 μ l
- 展 开 剂** S-1, 苯-醋酸乙酯-二乙胺(7:1:0.8)
S-2, 苯-醋酸乙酯-二乙胺(8:1:0.5)
- 展 开 方 式** 上行两次展开;展距均为8cm
- 显 色** 依次喷以稀碘化铋钾试液和亚硝酸钠试液,日光下检视。

色谱识别 供试品色谱与湖北贝母对照药材色谱基本相符。

注意事项 1. 尽量在较高温度下展开。
2. 控制湿度在60~70%左右。
3. 第一次展开后, 应赶尽展开剂, 在五氧化二磷真空干燥器中干燥3小时以上, 方可进行第二次展开。

备注 本版药典未收载本品, 本图谱供参考。

T: 27℃ RH: 第一次:72% 第二次: 58%

样品:
1. 湖北贝母对照药材; *
2~11, 湖北贝母。

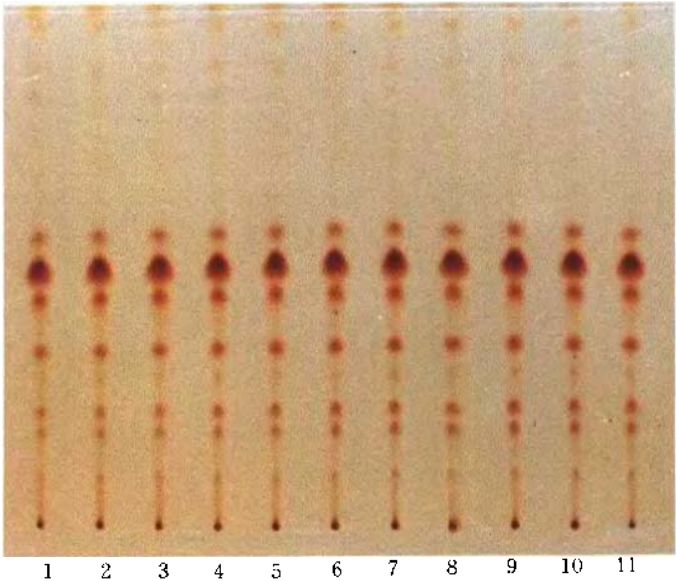


图 1—80

供试液制备 取本品粉末25mg, 加2%水合氯醛的氯仿溶液约10ml, 超声处理1小时, 取出, 放至室温, 滤过, 滤液浓缩至约2ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取靛蓝对照品, 加氯仿制成每1ml含1mg的溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G自制板; 厚度: 500 μm

点样 供试液与对照液分别点样 5 μl

展开剂 苯-氯仿-丙酮(5:4:1)

展开方式 上行展开; 展距: 5~7 cm

显色 置日光下检视。

色谱识别 供试品色谱在与靛蓝对照品相应的位置上, 显相同的蓝色斑点。

备注 供试液也可用药典正文蓼大青叶[含量测定]项下的供试品溶液, 吸取滤液10ml, 浓缩至约1ml, 作为供试品溶液。

蓼大青叶

Liaodaqingye

FOLIUM POLYGONI TINCTORII

T: 21℃ RH: 65%

样品:
1. 靛蓝;
2~4. 蓼大青叶。

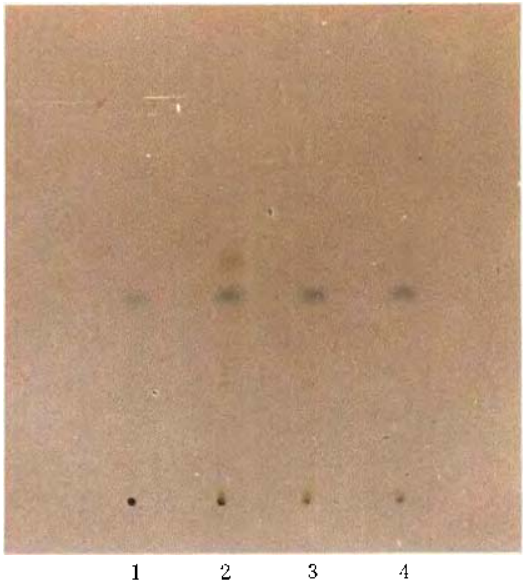


图 1—81

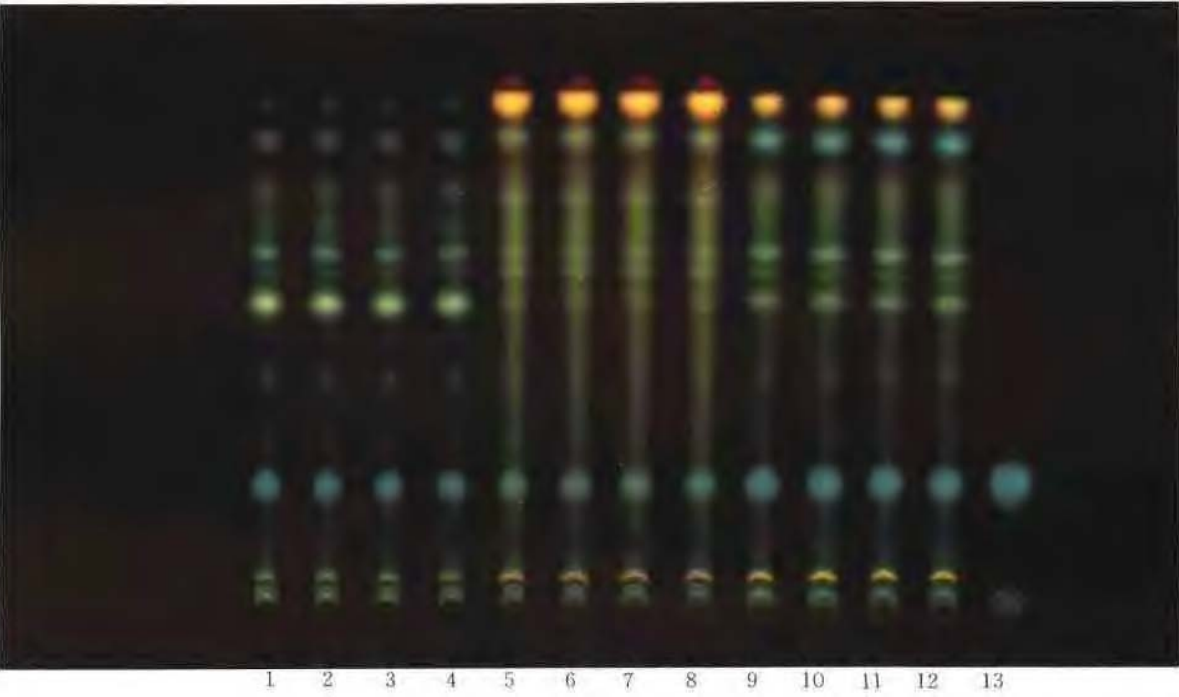
罂粟壳

Yingsuqiao

PERICARPIUM PAPAVERIS

- 供试液制备
- 取本品粉末 2 g，加甲醇20ml，加热回流30分钟，趁热滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇溶解使成 1 ml，作为供试品溶液。
- 对照液制备
- 取盐酸吗啡，磷酸可待因和盐酸罂粟碱对照品，加甲醇分别制成每 1 ml各含 1 mg的溶液，为对照品溶液。
- 薄层板
- 硅胶G加 2 %氢氧化钠溶液自制板；厚度：500 μ m
- 点样
- 供试液与对照液分别点样 4 μ l
- 展开剂
- 甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液(20：20：3：1)
- 展开方式
- 展开箱用展开剂预平衡15分钟；展距：8cm

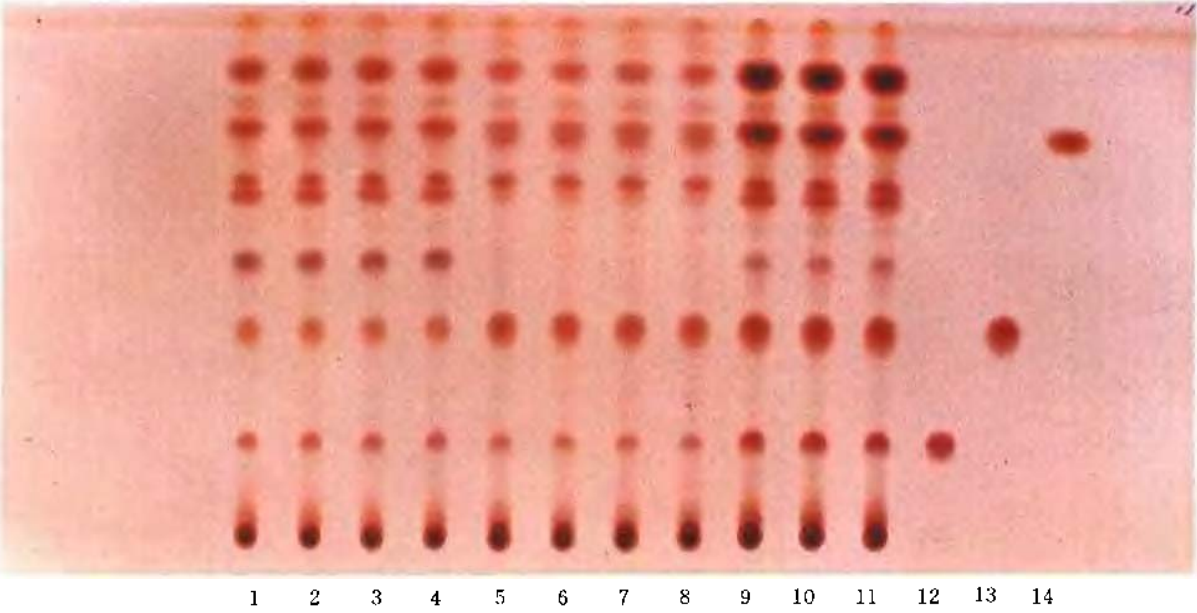
T: 30℃ RH:32%



样品：
1 ~12. 罂粟壳；
13. 吗啡。

图1 82 (显色前，紫外光色谱)

T: 30℃ RH:32%



样品：
1 ~11. 罂粟壳；
12. 吗啡；
13. 可待因；
14. 罂粟碱。

图1 - 83(显色后，可见光色谱)

显 色	置紫外光灯(365nm)下检视;再依次喷以碘化铋钾试液和亚硝酸钠试液,日光下检视。
色谱识别	未喷显色剂前,供试品荧光色谱中,与吗啡对照品相同位置,显同样的蓝白色荧光斑点;喷显色剂后,各样品色谱均显7~8个生物碱斑点,其中有吗啡,可待因及罂粟碱。
注意事项	展开时相对湿度控制在50%以下为好,薄层板展开后应赶尽展开剂后方可显色。
备 注	1.不同来源样品的荧光色谱因背景有被黄色荧光拖尾干扰而互有差异。 2.本版药典对照品溶液为盐酸吗啡,磷酸可待因和盐酸罂粟碱的混合溶液。

供试液制备	取本品粉末0.1g,加氯仿20ml,超声处理20分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇溶解使成2ml,作为供试品溶液。
对照液制备	取蟾酥对照药材0.1g,同法制成对照药材溶液;再取脂蟾毒配基及华蟾酥毒基对照品,加甲醇制成每1ml各含1mg的溶液,作为对照品溶液。
薄 层 板	1.硅胶G自制板;厚度:500 μ m 2.高效硅胶60F254预制板;厚度:200 μ m
点 样	供试液与对照液分别点样:自制板:1~2 μ l 高效板:0.2 μ l
展 开 剂	环己烷-氯仿-丙酮(4:3:3)
展 开 方 式	展开箱用展开剂预平衡15分钟,上行展开;展距:8cm
显 色	喷以硫酸乙醇溶液(1 $\rightarrow$ 10),105℃加热至斑点显色清晰后,置紫外光灯(365nm)下检视。
色谱识别	供试品色谱与蟾酥对照药材色谱基本相符,均以华蟾酥毒基为主,脂蟾毒配基含量差异较大。
注意事项	控制温度在30℃以下,控制相对湿度在47%以下为好(尽量在低温,低湿度下展开)。
备 注	1.显色后日光下也可观察色谱,但点样量宜适当加大。

蟾 酥*

Chansu

VENENUM BUFONIS

T: 27℃ RH: 32%

样品:
1~11. 蟾酥;
12. Gamabufotaliu*
13. 华蟾毒配基*;
14. 蟾蜍灵*;
15. 华蟾酥毒基*;
16. 脂蟾毒配基。

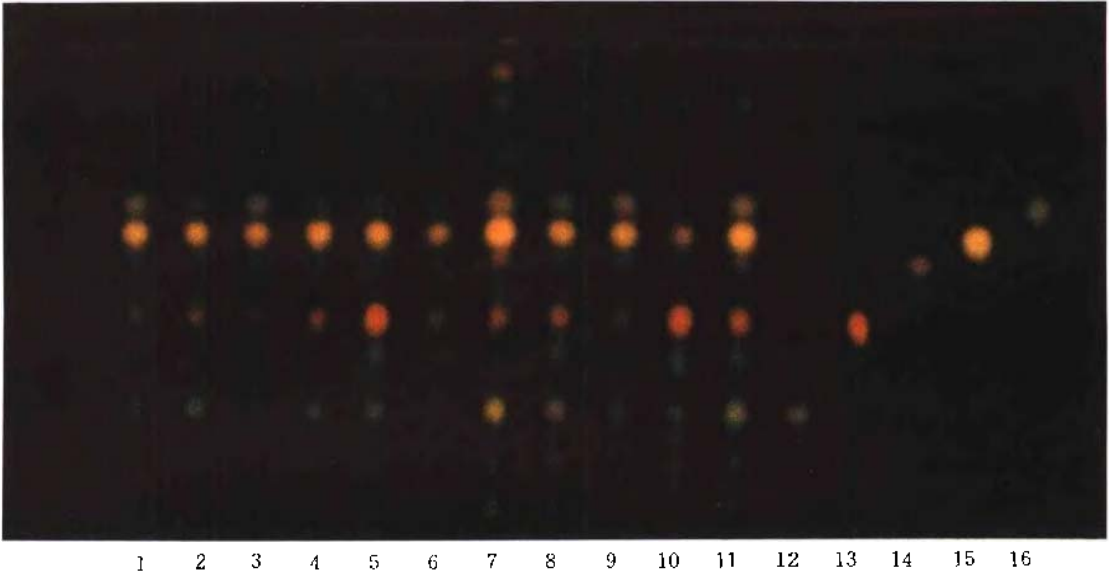


图 1—84(自制板)

2. 除脂蟾毒配基外，本图谱还增加了几种对照品(详见图解)，供参照用。

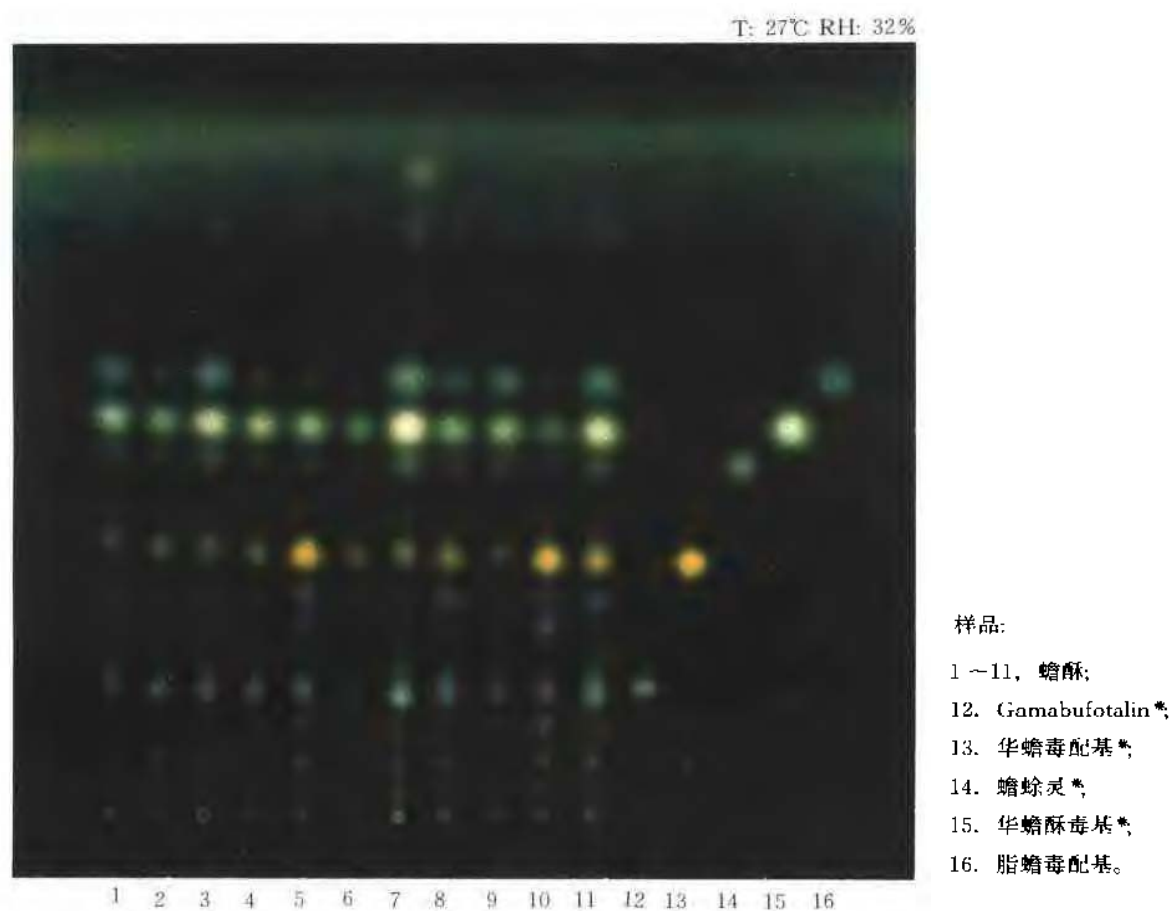


图1—85(高效预制板)

第二章 成方及单味制剂

一 捻 金

Yinianjin

大黄的薄层鉴别 *

供试液制备 取本品3g，加甲醇20ml，浸渍1小时，滤过，取滤液5ml，蒸干，残渣加水10ml使溶解，再加盐酸1ml，置水浴上加热30分钟，立即冷却，用乙醚分两次萃取，每次20ml，合并乙醚液，蒸干，残渣加氯仿溶解，使成1ml，作为供试品溶液。

对照液制备 取大黄对照药材0.6g，同法制成对照药材溶液。

薄 层 板 硅胶H加0.3%羧甲基纤维素钠水溶液的自制板；厚度：300 μm

点 样 供试品溶液与对照药材溶液分别点样4 μl

展 开 剂 石油醚(30~60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液

展 开 方 式 上行展开；展距：7 cm

显 色 置紫外光灯(365nm)下检视；再置氨蒸气中熏数分钟后，日光下检视。

T: 24℃ RH:63%

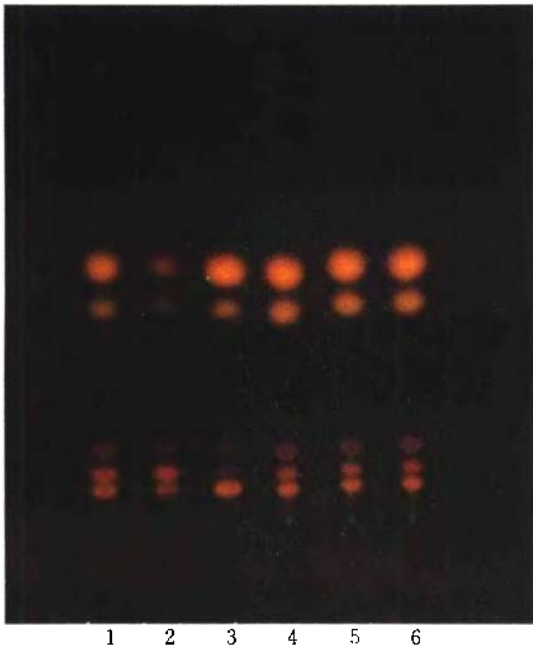


图 2—1

样品:

1. 大黄对照药材(掌叶大黄);
2. 大黄对照药材(唐古特大黄);
3. 大黄对照药材(药用大黄);
- 4~6. 一捻金。

T: 18℃ RH: 74%

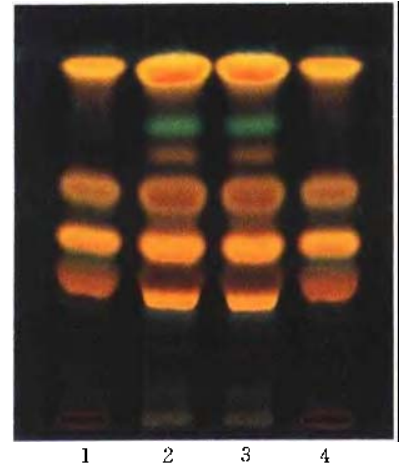


图 2—2

样品:

1. 4. 大黄对照药材;
2. 3. 一捻金。

色谱识别 紫外光灯(365nm)下, 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同的五个橙黄色荧光主斑点; 经氨蒸气熏后, 置日光下检视, 斑点变为红色。

注意事项 展开剂要新鲜配制, 不要反复使用。

- 备 注**
1. 供试品色谱中, 五个橙黄色斑点自下而上依次为: 芦荟大黄素, 大黄酸, 大黄素, 大黄素甲醚, 大黄酚。
 2. 本展开剂在配制时, 分层现象不易察见, 应注意吸取上部溶液。
 3. 如按本版药典正文规定的条件(即沿用的1985年版的条件)所得的图谱见(图 2—2)。

人参的薄层鉴别

供试液制备 取本品6g, 加7%硫酸的45%乙醇溶液30ml, 加热回流1小时, 放冷, 滤过, 滤液用石油醚(60~90℃)提取两次, 每次20ml, 合并提取液, 用水10ml洗涤1次, 石油醚液经无水硫酸钠脱水, 滤过, 滤液加于已处理好的中性氧化铝柱(100~120目, 1.5g, 内径15mm)上, 用甲醇20ml洗脱, 收集洗脱液, 置水浴上蒸干, 残渣加甲醇溶解, 使成0.5ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取人参二醇、人参三醇对照品, 加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液, 作为对照品溶液。

薄 层 板 硅胶G自制板; 厚度: 500 μm

点 样 供试液与对照液分别点样5 μl

展 开 剂 氯仿-乙醚(1:1)

展 开 方 式 上行展开; 展距: 8cm

显 色 喷以硫酸乙醇溶液(3→10), 在105℃加热数分钟, 至斑点显色清晰后, 置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱中, 可检出人参二醇(上), 人参三醇(下)的荧光斑点。

注意事项 相对湿度在18~47%范围内分离效果近似, 但相对湿度在47%

以上, Rf值偏高。

备 注 本版药典正文的供试液制备所获得的色谱, 杂质多, 干扰大, 因此, 参考“龟龄集”人参二醇, 人参三醇的提取方法, 改为上述的供试液制备方法。

T: 30℃ RH:47%

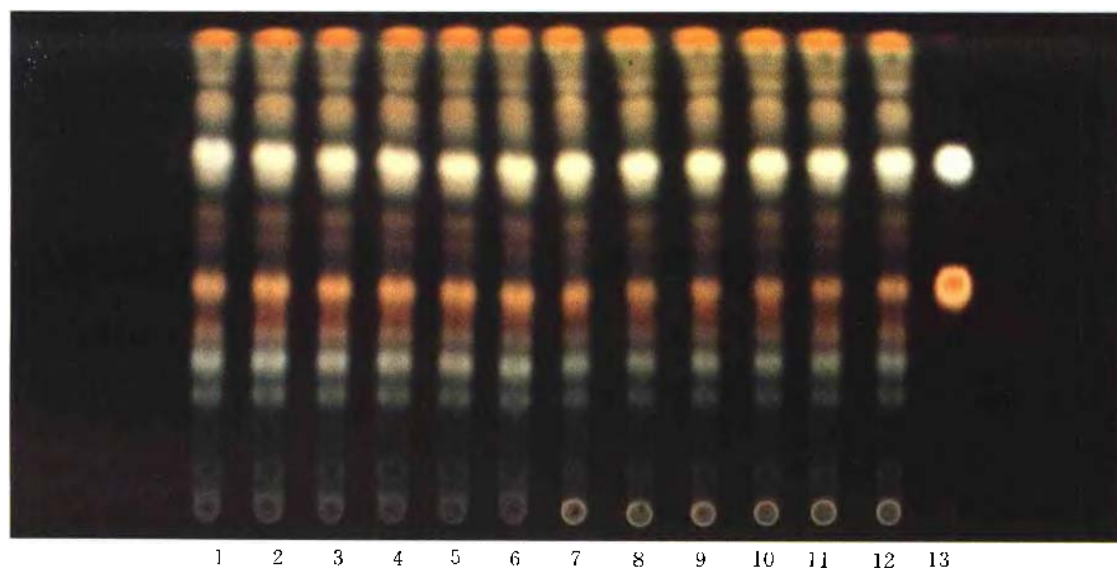


图 2 - 3

样品:

1 ~12. 一捻金;

13. 人参二醇+人参三醇。

二 妙 丸

Ermiao Wan

黄柏的薄层鉴别

供试液制备 取本品粉末0.2g, 加甲醇5 ml, 置水浴上回流15分钟, 滤过, 滤液浓缩至1 ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取黄柏对照药材0.1g, 同法制成对照药材溶液; 再取盐酸小檗碱对照品, 加甲醇制成每1 ml含0.5mg的溶液, 作为对照品溶液。

薄 层 板 硅胶G自制板; 厚度: 500 μ m

点 样 供试液与对照药材溶液及对照品溶液分别点样1 ~ 2 μ l

展 开 剂 苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(6 : 3 : 1.5 : 1.5 : 0.5)

展 开 方 式 展开箱 侧槽中加入展开剂, 另槽加入与展开剂等体积的浓氨试液, 共同预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8 cm。

显 色 置紫外光灯(365nm)下检视。

色 谱 识 别 供试品色谱中, 在与对照药材相应的位置上, 显相同的两个黄色荧光斑点, 即小檗碱(上), 巴马汀(下)。

注 意 事 项 参见“黄连”项下。

备 注 1. 由于本品中所含糖等其他成分的干扰, 有时小檗碱斑点位置与对照品斑点不齐, 如用C-18预处理柱净化, 除去干扰, 可提高图谱质量(如图)。

2. 因为川黄柏与关黄柏薄层色谱有差异(参见“黄柏”), 故必要时可分别加关黄柏及川黄柏对照药材, 以进一步确认。如本图谱显示二妙丸样品均系关黄柏投料。

样品:
1~3. 二妙丸,
4. 黄柏对照药材,
5. 小檗碱。

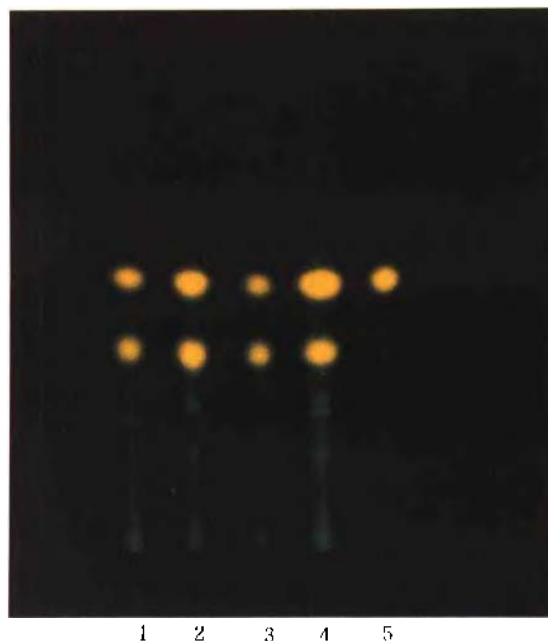


图 2-4

苍术的薄层鉴别*

供试液制备 取本品 2 g, 研碎, 加乙醚 15 ml, 置具塞烧瓶中, 超声处理 15 分钟, 滤过, 滤液低温挥去乙醚, 残渣加醋酸乙酯溶解至 1 ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取苍术对照药材 0.25 g, 同法制成对照药材溶液。

薄层板 硅胶 H 加 0.3% 羧甲基纤维素钠水溶液的白制板; 厚度: 300 μ m

点样 供试品溶液与对照药材溶液分别点样 4~6 μ l

展开剂 S-1, 石油醚(60~90℃)-醋酸乙酯(10:1)
S-2, 环己烷

展开方式 上行两次展开; 展距: 第一次: 4 cm 第二次: 7 cm

显色 喷以 5% 对二甲氨基苯甲醛的 10% 硫酸乙醇溶液, 80℃ 加热数分钟至斑点显色清晰, 日光下检视。

色谱识别 日光下检视, 供试品色谱中, 在与苍术对照药材色谱相应的位置上, 显一相同的污绿色斑点(苍术素); 色谱下部(Rf 值约 0.2)有一紫红色条斑为苍术醇及 β -桉油醇的混合物, 不同样品含量不一(图 2-5 样品 2, 3。)

注意事项 第一次展开后, 薄层板冷风吹干残存的溶剂, 再作第二次展开。

备注 1. 采取二次展开的目的是尽量将苍术素斑点以下的部分展开, 可以给出更多的辨别特征。

2. 苍术素不稳定, 难以获得对照品, 但显色后呈一鲜明的污绿色斑点是其特征, 易于鉴别。

T: 30℃ RH: 第一次: 68%
第二次: 68%

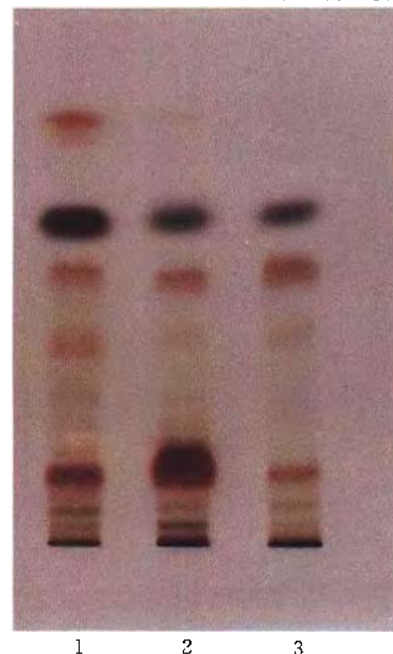


图 2-5

样品:
1. 苍术对照药材;
2~3. 二妙丸。

十全大补丸

Shiquan Dabu Wan

白芍的薄层鉴别*

供试液制备 取本品9g，加硅藻土5g，研匀，加乙醇40ml，超声处理20分钟，滤过，分取滤液半量蒸干，残渣加水20ml使溶解，用乙醚抽提至乙醚层无色，弃去乙醚液，再用水饱和的正丁醇提取3次，每次20ml，合并正丁醇提取液，水洗涤3次，每次15ml，弃去水液，蒸干，残渣加乙醇1ml使溶解，拌入少许中性氧化铝，水浴上拌匀干燥，装入一预先装填好的中性氧化铝小柱(200~300目，1g，内径10~15mm)顶部，以甲醇40ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加乙醇溶解使成0.5ml，作为供试品溶液。

对照液制备 取芍药甙对照品，加乙醇制成每1ml含2mg的溶液，作为对照品溶液；另取白芍对照药材2g，加乙醇15ml，冷浸1小时，时时振摇，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇溶解使成0.5ml，作为对照药材溶液。

薄层板 硅胶G自制板；厚度：500 μm
点样 供试品溶液点样4 μl；对照品溶液与对照药材溶液分别点样2 μl
展开剂 氯仿-醋酸乙酯-甲醇-甲酸(40：5：10：0.2)
展开方式 上行展开；展距：7 cm
显色 喷以5%香草醛硫酸溶液，热风吹至斑点清晰，日光下检视。
色谱识别 供试品色谱及白芍对照药材色谱，均显与芍药甙对照品相同的蓝紫色斑点。

备注 1. 本版药典正文中本品的供试液制备，未经中性氧化铝小柱净化，色谱背景有明显干扰，见图2—7。
2. 样品经中性氧化铝小柱后，样品色谱中芍药甙上方的个别成分被氧化铝吸附，甲醇未能洗脱下来。

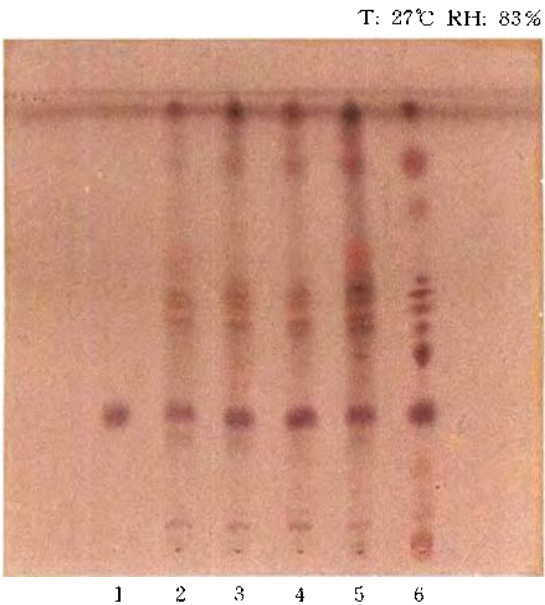


图2—6

样品：
1. 芍药甙；
2~5. 十全大补丸；
6. 白芍对照药材。



图2—7

样品：
1~5. 十全大补丸。

甘草的薄层鉴别*

供试液制备 取本品 1 丸，加硅藻土 4.5g，加水 50ml，研匀，再加水 50ml，搅拌约 20 分钟，离心，残渣用水 50ml 洗涤后，再离心一次，残渣 60℃ 干燥 2 小时，置索氏提取器中，加乙醇 70ml，置水浴上回流提取至无色，放冷，滤过，滤液浓缩至近干，残渣加乙醇溶解，使成 1 ml，作为供试品溶液。

对照液制备 取甘草对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液；再取甘草酸铵对

八 珍 丸

Bazhen Wan

T: 29℃ RH: 18%

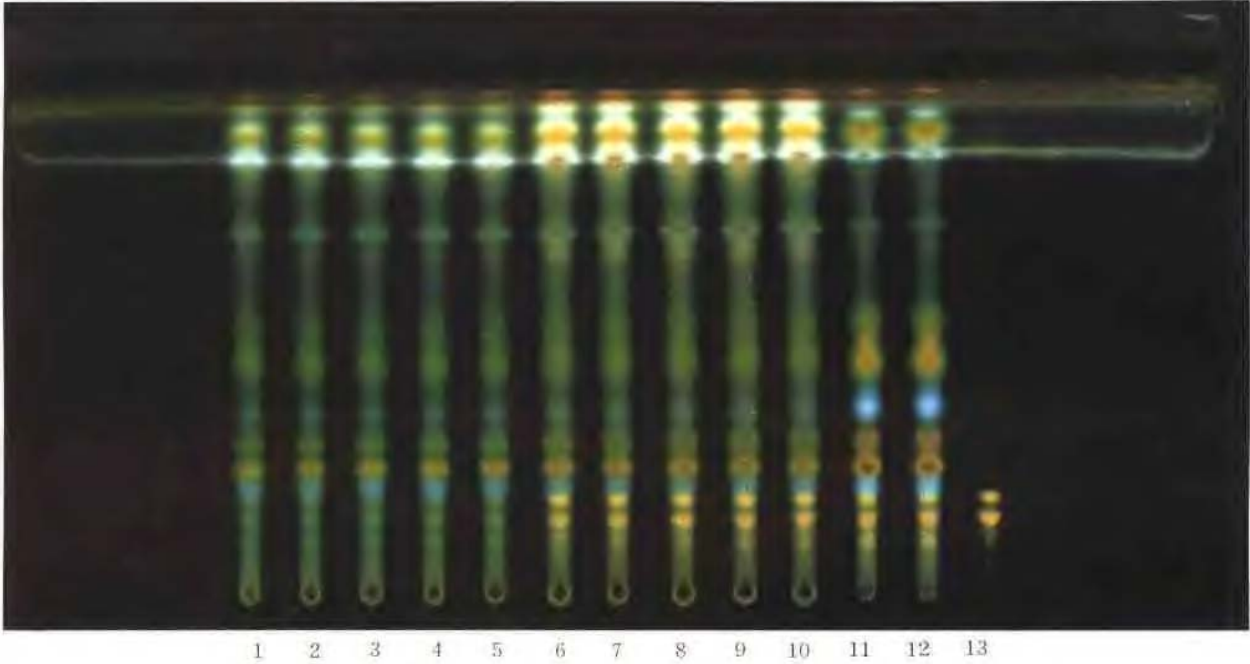


图 2—8 (显色后，荧光色谱)

T: 29℃ RH: 18%

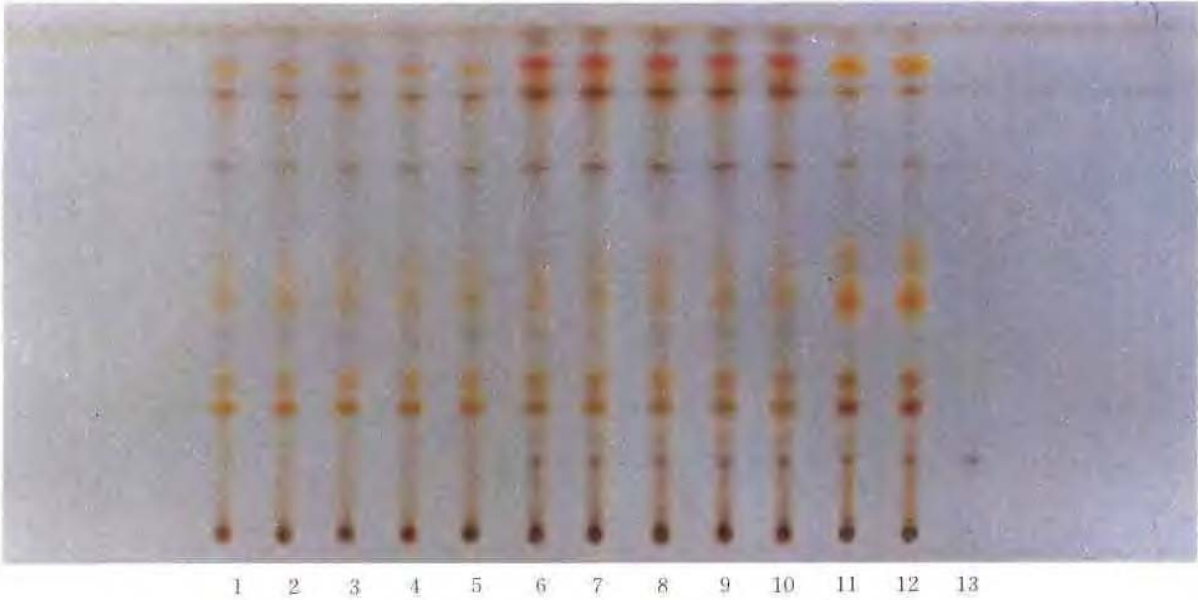


图 2—9 (显色后，可见光色谱)

样品: 1 ~ 10. 八珍丸; 11 ~ 12. 甘草对照药材; 13. 甘草酸。

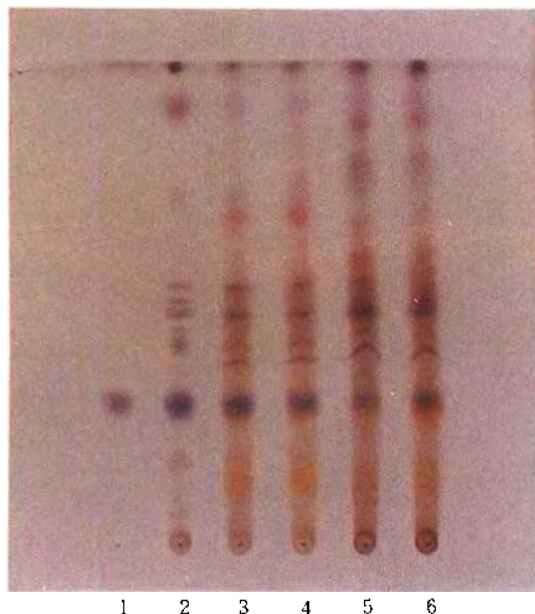
	照品, 加甲醇制成每 1 ml 含 2 mg 的溶液, 作为对照品溶液。
薄 层 板	硅胶G加 1 % 氢氧化钠溶液的自制板; 厚度: 500 μ m
点 样	供试品溶液与对照溶液分别点样 1 ~ 2 μ l
展 开 剂	醋酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(30 : 2 : 2 : 4)
展 开 方 式	展开箱用展开剂预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8 cm
显 色	喷以硫酸乙醇溶液(1 $\rightarrow$ 10), 105 $^{\circ}$ C 加热数分钟, 至斑点显色清晰, 置紫外光灯(365nm)下检视。
色 谱 识 别	供试品色谱与对照药材色谱基本相符, 甘草酸位于色谱的下部。
注 意 事 项	1. 展开时温度在28 $^{\circ}$ C 以上, 色谱分离效果较好; 温度低时, 分离度差。 2. 甘草酸显色较慢, 加热显色需时间稍长。
备 注	1. 本品供试液制备时难以抽滤, 可改用离心的方法。 2. 本图谱所用供试液系经C-18预处理柱净化, 先后用水和甲醇洗脱, 收集甲醇洗脱部分, 蒸干, 残渣用乙醇溶解, 使成 1 ml 的溶液, 作为供试品溶液点样; 减少了部分杂质的干扰。 3. 本图谱中样品 1 ~ 5 斑点颜色及荧光强度较样品 6 ~ 10 明显弱, 为不同厂家的商品。

白芍的薄层鉴别

供试液制备 取本品大蜜丸或小蜜丸 9 g(水蜜丸 6 g), 加硅藻土 5 g, 研匀, 加乙醇 40ml, 浸渍 1 小时, 时时振摇, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 20ml 使溶解, 用乙醚抽提至乙醚层无色, 弃去乙醚液, 再用水饱和的正丁醇提取三次, 每次 20ml, 合并正丁醇提取液, 水洗涤 3 次, 每次 15ml, 弃去水液, 蒸干, 残渣加乙醇溶解使成 0.5ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取芍药甙对照品, 加乙醇制成每 1 ml 含 2mg 的溶液, 作为对照品溶液; 另取白芍对照药材 2 g, 加乙醇 15ml, 冷浸 1 小时, 时时振摇, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇溶解至 0.5 ml, 作为对照药材溶液。

T:30 $^{\circ}$ C RH: 82 %



样品:

1. 芍药甙;
2. 白芍对照药材;
- 3~6. 八珍丸。

图2- 10

薄层板	硅胶G自制板; 厚度: 500 μ m
点样	供试品溶液点样6 μ l; 对照品溶液与对照药材溶液分别点样2 μ l
展开剂	氯仿-醋酸乙酯-甲醇-甲酸(40: 5: 10: 0.2)
展开方式	上行展开; 展距: 7 cm
显色	喷以5%香草醛硫酸溶液, 热风吹至斑点清晰, 日光下检视。
色谱识别	供试品色谱及白芍对照药材色谱, 均显与芍药甙对照品相同的蓝紫色斑点。
备注	供试液制备中, 正丁醇抽提前先用乙醚抽提至乙醚层无色, 是为了除去极性较小的成分对色谱的干扰。

白芍的薄层鉴别*

供试液制备 取本品大蜜丸或小蜜丸9 g(水蜜丸6 g), 加硅藻土5 g, 研匀, 加乙醇40 ml浸渍1小时, 时时振摇, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水20 ml使溶解, 用乙醚抽提至乙醚层无色, 弃去乙醚液, 再用水饱和的正丁醇提取三次, 每次20 ml, 合并正丁醇提取液, 水洗涤3次, 每次15 ml, 弃去水液, 蒸干, 残渣加乙醇1 ml使溶解, 拌入少许中性氧化铝, 水浴上拌匀干燥, 装入一预先装填好的中性氧化铝小柱(200~300目, 1 g, 内径10~15 mm)顶部, 以甲醇40 ml洗脱, 收集洗脱液, 蒸干, 残渣加乙醇溶解使成0.5 ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取芍药甙对照品, 加乙醇制成每1 ml含2 mg的溶液, 作为对照品溶液; 另取白芍对照药材2 g, 加乙醇15 ml, 冷浸1小时, 时时振摇, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇溶解使成0.5 ml, 作为对照药材溶液。

薄层板	硅胶G自制板; 厚度: 500 μ m。
点样	供试品溶液点样4 μ l; 对照品溶液与对照药材溶液分别点样2 μ l
展开剂	氯仿-醋酸乙酯-甲醇-甲酸(40: 5: 10: 0.2)
展开方式	上行展开; 展距: 7 cm
显色	喷以5%香草醛硫酸溶液, 热风吹至斑点清晰, 日光下检视。

样品:

1. 芍药甙;
2. 白芍对照药材
- 3~7. 八珍益母丸。

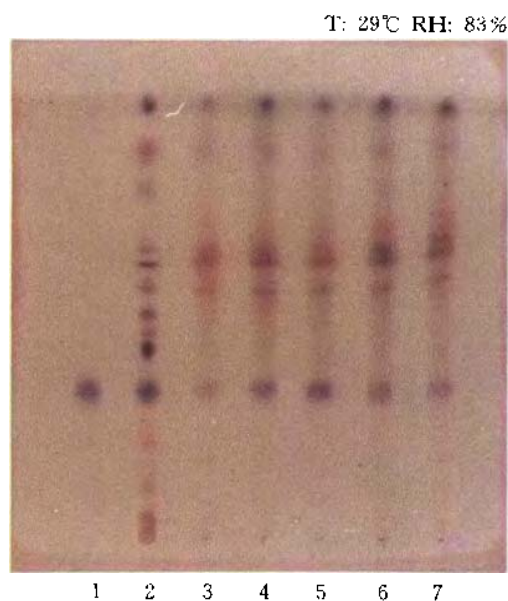


图2—11

八珍益母丸

Bazhen Yimu Wan

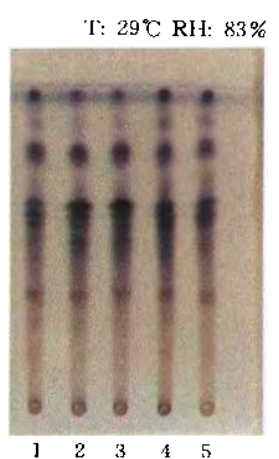


图2—12

样品:

- 1~5. 八珍益母丸。

色谱识别 供试品色谱及白芍对照药材色谱，均显与芍药甙对照品相同的蓝紫色斑点。

备 注 1. 本版药典正文中本品的供试液制备，未经中性氧化铝小柱净化，色谱背景有明显干扰，见图2—12

2. 样品经中性氧化铝小柱后，样品色谱中芍药甙上方的个别成分被氧化铝吸附，甲醇未能洗脱下来。

九味羌活丸

Jiuwei Qianghuo Wan

川芎的薄层鉴别

供试液制备 取本品3g，研碎，加乙醚15ml，置具塞烧瓶中，超声处理15分钟，滤过，滤液低温挥去乙醚，残渣加醋酸乙酯溶解，使成1ml，作为供试品溶液。

对照液制备 取川芎对照药材0.3g，同法制成对照药材溶液。

薄 层 板 硅胶G自制板；厚度：300 μ m

点 样 供试液与对照液分别点样3 μ l

展 开 剂 正己烷-醋酸乙酯(9 : 1)

展 开 方 式 上行展开；展距：7 cm

显 色 置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱中，与川芎对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

注 意 事 项 展距不宜过长，否则斑点容易扩散。

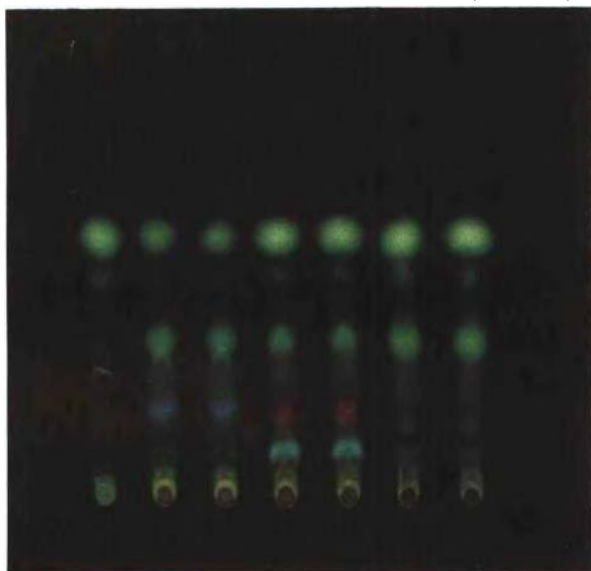
备 注 1. 本色谱放置后斑点荧光逐渐减弱。

2. 从图谱中可见不同厂家生产的九味羌活丸的薄层色谱互有差异。

苍术的薄层鉴别*

供试液制备 取本品3g，研碎，加乙醚15ml，置具塞烧瓶中，超声处理15分钟，

T: 31℃ RH: 74%



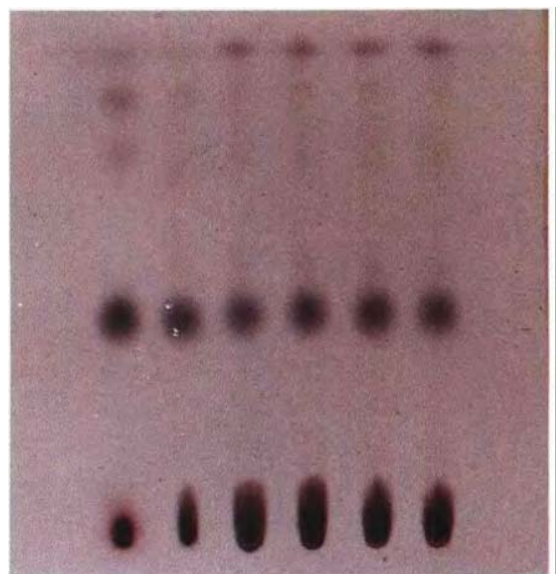
1 2 3 4 5 6 7

图2—13

样品:

1. 川芎对照药材, 2 ~ 7. 九味羌活丸。

T: 30℃ RH: 69%



1 2 3 4 5 6

图2—14

样品:

2. 苍术对照药材* (北苍术);

1. 苍术对照药材* (茅苍术); 3 ~ 6. 九味羌活丸。

滤过，滤液低温挥去乙醚，残渣加醋酸乙酯溶解至 1ml，作为供试品溶液。

对照液制备	取苍术对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液。
薄层板	硅胶G自制板；厚度：500 μm
点样	供试品溶液与对照药材溶液分别点样 5 ~ 10 μl
展开剂	石油醚(60~90℃)
展开方式	上行展开；展距：约 7 cm
显色	喷以 5 % 对二甲氨基苯甲醛的 10 % 硫酸乙醇溶液，80℃ 加热数分钟至斑点显色清晰，日光下检视。
色谱识别	供试品色谱与苍术对照药材色谱相应的位置上显相同的污绿色斑点(苍术素)。
注意事项	供试液如不经过进一步净化，不宜点样量太大；如经过净化处理，情况可改善(见图 2—15)。
备注	1. 苍术素不稳定，难以获得对照品，但显色后呈一鲜明的污绿色斑点是其特征，易于鉴别。 2. 本系统主要突出苍术素的斑点。

苍术的薄层鉴别

供试液制备	取本品 3g，研碎，加乙醚 15ml，置具塞烧瓶中，超声处理 15 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加醋酸乙酯 1 ml 溶解，加入少许层析用；硅胶(约 0.5g)，拌匀，挥干醋酸乙酯，加入正己烷 1 ml，摇匀，上清液作为供试品溶液。
对照液制备	取苍术对照药材粉末 0.5g，加乙醚 15ml，置具塞烧瓶中，超声处理 15 分钟，滤过，滤液低温挥去乙醚，残渣加醋酸乙酯溶解至 1 ml，作为对照药材溶液。
薄层板	硅胶H加 0.3 % 羧甲基纤维素钠水溶液的自制板；厚度：300 μm
点样	供试品溶液点样 10~20 μl ；对照药材溶液点样 4 ~ 6 μl
展开剂	S—1，石油醚(60~90℃)-醋酸乙酯(10 : 1) S—2，环己烷
展开方式	上行两次展开；展距：第一次：4 cm 第二次：7 cm
显色	喷以 5 % 对二甲氨基苯甲醛的 10 % 硫酸乙醇溶液，80℃ 加热数分钟至斑点显色清晰，日光下检视。
色谱识别	日光下检视，供试品色谱中，在与苍术对照药材色谱相应的位置上，显一相同的污绿色斑点(苍术素)；供试品色谱与苍术对照药材色谱基本相符。
注意事项	第一次展开后，薄层板冷风吹干残存的溶剂，再作第二次展开。
备注	1. 药典正文所述供试液，由于干扰成分较多，两次展开后，供试品色谱拖尾严重，影响色谱的鉴别，因此，供试液必须经过硅胶处理，才能得到较好的色谱。 2. 用石油醚或正己烷单一溶剂展开，苍术素位于色谱的中间位置，较易观察；采取二次展开的目的，除鉴别苍术素外，尽量将苍术素斑点以下的部分展开，使苍术的色谱更丰富。 3. 苍术素不稳定，难以获得对照品，但显色后呈一鲜明的污绿色斑点是其特征，易于鉴别。

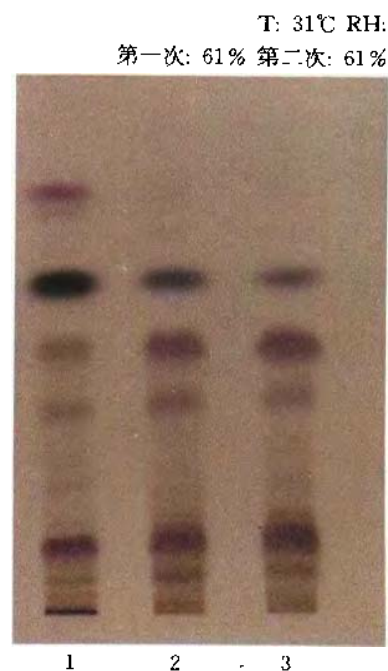


图 2—15

样品:

1. 苍术对照药材; 2 ~ 3. 九味羌活丸。

三 妙 丸

Sanmiao Wan

T: 30℃ RH: 32%

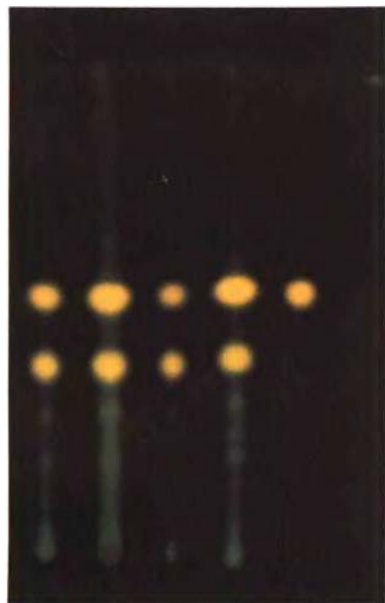


图 2—16

样品: 4. 黄柏对照药材;
1~3. 三妙丸; 5. 小檗碱。

T: 30℃ RH: 第一次: 68% 第二次: 68%

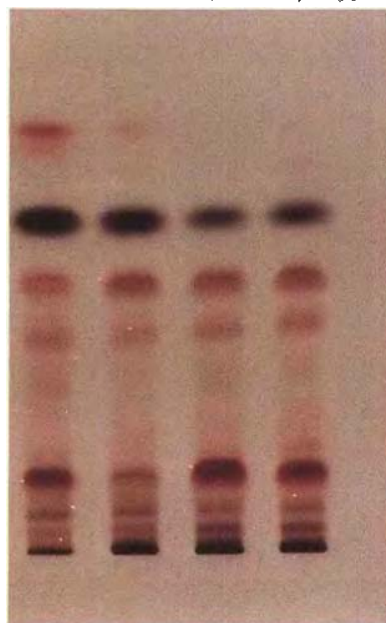


图 2—17

样品: 1. 苍术对照药材; 2~4. 三妙丸。

黄柏的薄层鉴别

供试液制备 取本品粉末0.3g, 加乙醚10ml, 超声处理15分钟, 滤过, 弃去乙醚液, 残渣加甲醇5ml, 超声处理15分钟, 滤过, 滤液浓缩至1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取黄柏对照药材0.1g, 同法制成对照药材溶液; 再取盐酸小檗碱对照品, 加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液, 作为对照品溶液。

薄 层 板 硅胶G白制板; 厚度: 500 μ m

点 样 供试液与对照药材溶液及对照品溶液分别点样1~2 μ l

展 开 剂 苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(6:3:1.5:1.5:0.5)

展 开 方 式 展开箱一侧槽中加入展开剂, 另槽加入与展开剂等体积的浓氨试液, 共同预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8cm

显 色 置紫外光灯(365nm)下检视

色 谱 识 别 供试品色谱中, 在与对照药材相应的位置上, 显相同的两个黄色荧光斑点; 即小檗碱(上), 巴马汀(下)。

注 意 事 项 参见“黄柏”项下。

备 注 1. 由于本品中所含糖等其他成分的干扰, 有时小檗碱斑点位置与对照品斑点不齐, 如用C-18预处理柱净化, 除去干扰, 可提高图谱质量(如图)。

2. 因为川黄柏与关黄柏薄层色谱有差异(参见“黄柏”), 故必要时可分别加关黄柏及川黄柏对照药材, 以进一步确认。如本图谱显示的三妙丸样品均系关黄柏投料。

苍术的薄层鉴别*

供试液制备 取本品0.5g, 研碎, 加乙醚15ml, 置具塞烧瓶中, 超声处理15分钟, 滤过, 滤液低温挥去乙醚, 残渣加醋酸乙酯溶解至1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取苍术对照药材0.25g, 同法制成对照药材溶液。

薄 层 板 硅胶H加0.3%羧甲基纤维素钠水溶液的白制板; 厚度: 300 μ m

点 样 供试品溶液与对照药材溶液分别点样6 μ l

展 开 剂 S-1, 石油醚(60~90℃)-醋酸乙酯(10:1)

S-2, 环己烷

展 开 方 式 上行两次展开; 展距: 第一次: 4cm 第二次: 7cm

显 色 喷以5%对二甲氨基苯甲醛的10%硫酸乙醇溶液, 80℃加热数分钟至斑点显色清晰, 日光下检视。

色 谱 识 别 日光下检视, 供试品色谱中, 在与苍术对照药材色谱相应的位置上, 显一相同的污绿色斑点(苍术素); 色谱下部(R_f值约0.2)有一紫红色条斑为苍术醇及 β -桉油醇的混合物, 不同样品含量不一(图2—17样品2, 3)。

注 意 事 项 第一次展开后, 薄层板冷风吹干残存的溶剂, 再作第二次展开。

备 注 1. 采取二次展开的目的是尽量将苍术素斑点以下的部分展开, 可以给出更多的辨别特征。

2. 苍术素不稳定, 难以获得对照品, 但显色后呈一鲜明的污绿色斑点是其特征, 易于鉴别。

山楂的薄层鉴别

供试液制备 取本品1丸,切碎,加乙醇40ml,置水浴上加热回流10分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水10ml,加热使溶解,加正丁醇15ml,振摇提取,分取正丁醇提取液,蒸干,残渣加甲醇5ml使溶解,滤过,滤液作为供试品溶液。

对照液制备 取熊果酸对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G自制板;厚度:500 μ m

点样 供试液与对照液分别点样2 μ l

展开剂 氯仿-丙酮(9:1)

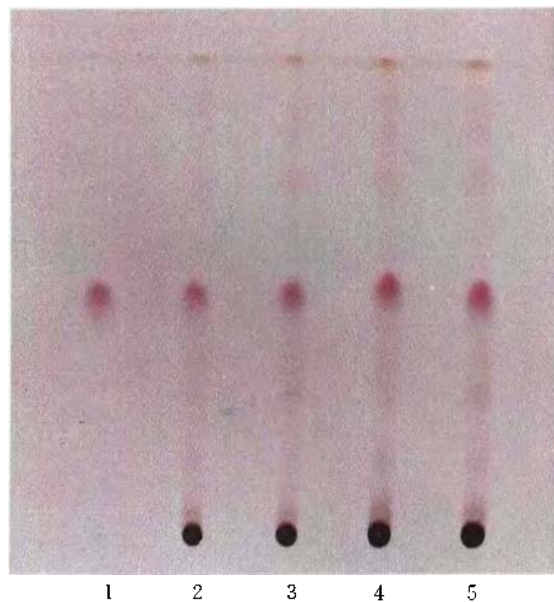
展开方式 上行展开;展距:约7cm

显色 喷以30%硫酸乙醇溶液,105℃加热至斑点显色清晰,日光下检视。

色谱识别 供试品色谱中,在与熊果酸对照品相应的位置上,显相同的紫红色斑点。

大山楂丸

Dashanzha Wan



样品:
1. 熊果酸;
2~5. 大山楂丸

图2—18

黄柏的薄层鉴别

供试液制备 取本品0.7g,加甲醇5ml,置水浴上回流15分钟,滤过,滤液浓缩至1ml,作为供试品溶液。

对照液制备 取黄柏对照药材0.1g,同法制成对照药材溶液,再取盐酸小檗碱对照品,加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液,作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G自制板;厚度:500 μ m。

点样 供试液与对照药材溶液及对照品溶液分别点样1~2 μ l

展开剂 苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(6:3:1.5:1.5:0.5)

展开方式 展开箱一侧槽中加入展开剂,另槽加入与展开剂等体积的浓氨试液,共同预平衡15分钟;上行展开;展距:8cm。

显色 置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱中,在与对照药材相应的位置上,显相同的两个黄色荧光斑点;即小檗碱(上),巴马汀(下)。

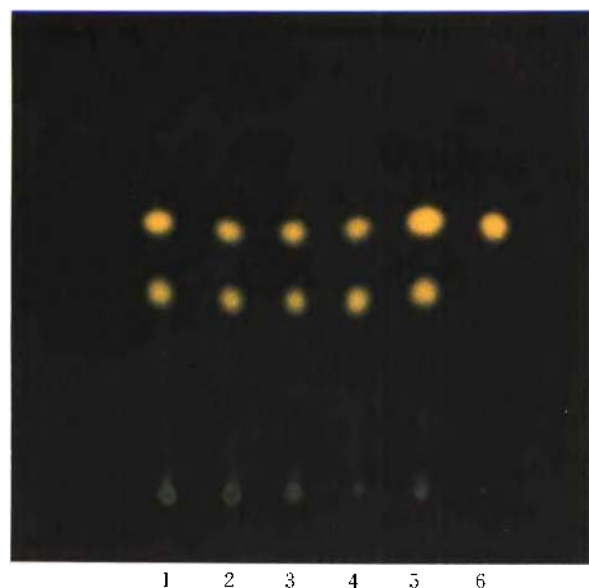
注意事项 参见“黄连”项下。

备注 1. 由于本品中所含糖等其他成分的干扰,有时小檗碱斑点位置与对照品斑点不齐,如用C-18预处理柱净化,除去干扰,可提高图谱质量(如图)。
2. 因为川黄柏与关黄柏薄层色谱有差异(参见“黄柏”),故必要时可分别加关黄柏及川黄柏对照药材,以进一步确认。如本图

大补阴丸

Dabuyin Wan

T: 20℃ RH: 32%



样品:

- 1~4. 大补阴丸;
- 5. 黄柏对照药材;
- 6. 小檗碱。

图 2—19

大黄流浸膏

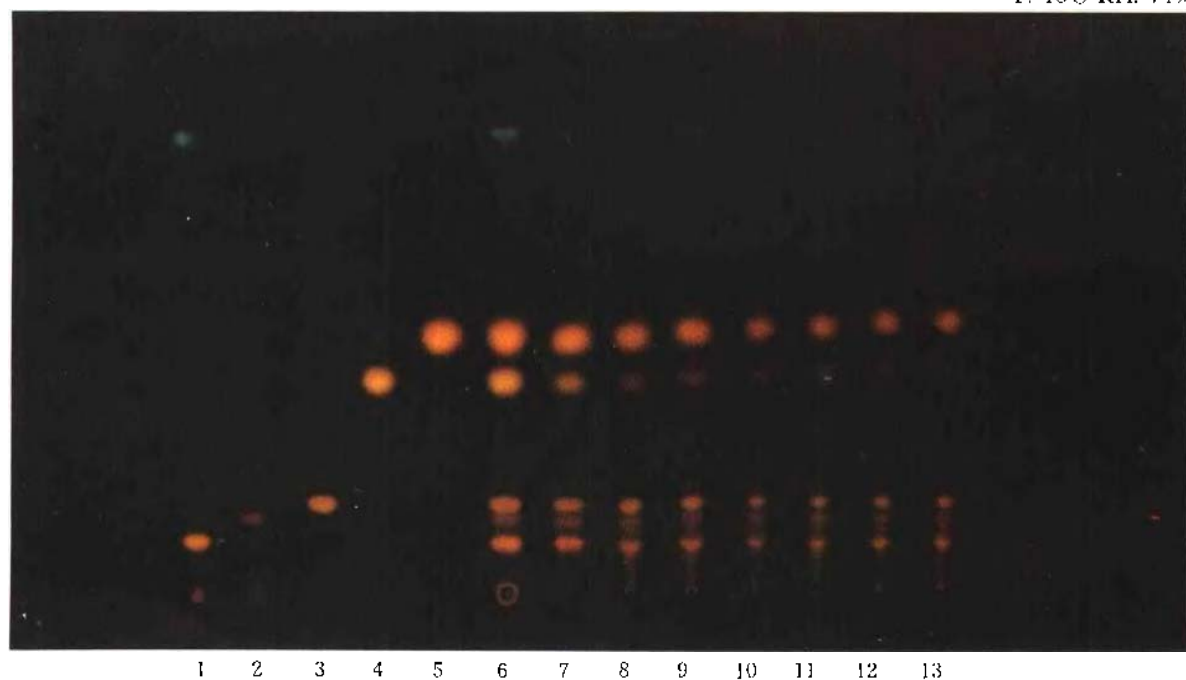
Dahuang Liujiangao

大黄的薄层鉴别

供试液制备 取本品0.1ml, 置水浴上蒸干, 加水20ml使溶解, 滤过, 滤液加盐酸2ml, 置水浴上加热30分钟, 立即冷却, 用乙醚提取两次, 每次20ml, 合并乙醚液, 蒸干, 残渣加氯仿溶解, 使成1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取大黄对照药材0.1g, 加乙醇20ml, 浸渍1小时, 滤过, 取滤液5 ml 蒸干, 残渣加水10ml, 盐酸1ml, 自“水浴上加热30分钟”

T: 18℃ RH: 74%



样品:

- 1. 芦荟大黄素*;
- 2. 大黄酸;
- 3. 大黄素;
- 4. 大黄素甲醚;
- 5. 大黄酚*;
- 6. 混合对照品 (1~5);
- 7. 大黄对照药材;
- 8~13. 大黄流浸膏。

图 2—20(荧光色谱)

起同上制成对照药材溶液；再取大黄酸对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液，

- 薄层板** 硅胶H加0.3%羧甲基纤维素钠水溶液自制板；厚度：300 μm
- 点样** 供试液与对照液分别点样4 μl
- 展开剂** 石油醚(30~60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液
- 展开方式** 上行展开；展距：7cm
- 显色** 置紫外光灯(365nm)下检视；再置氨蒸气中熏数分钟后，日光下检视。
- 色谱识别** 紫外光灯(365nm)下，供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的五个橙黄色荧光主斑点，在与对照品相应的位置上，显相同的橙黄色荧光斑点；经氨蒸气熏后，置日光下检视，斑点变为红色。
- 注意事项** 展开剂要新鲜配制，不要反复使用。
- 备注** 1. 供试品色谱中，五个橙黄色荧光斑点，自下而上依次为：芦荟大黄素，大黄酸，大黄素，大黄素甲醚，大黄酚。
2. 本展开剂在配制时，分层现象不易察见，故尽量吸取上部溶液。
3. 药典正文只规定有大黄酸对照品，其余斑点的归属可见本图谱。

黄连的薄层鉴别*

- 供试液制备** 取含量测定项下剩余的盐酸—甲醇(1:100)提取液4ml，置水浴上蒸干，残渣加甲醇溶解，使成1ml，作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取黄连对照药材50mg，加甲醇10ml，置水浴上回流15分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇溶解，使成1ml，作为对照药材溶液；再取盐酸小檗碱对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。
- 薄层板** 硅胶G自制板；厚度：500 μm
- 点样** 供试品溶液与对照液分别点样1~2 μl

万氏牛黄清心丸

Wanshi Niu Huang
Qingxin Wan

样品:

- 1~5. 万氏牛黄清心丸;
6. 黄连对照药材;
7. 小檗碱。

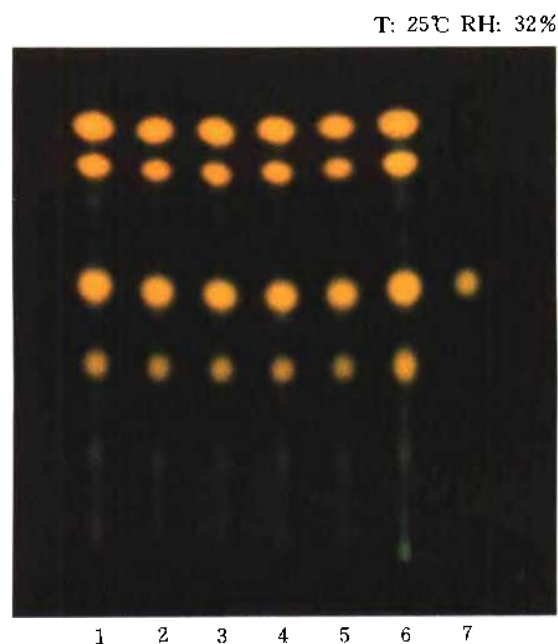


图 2—21

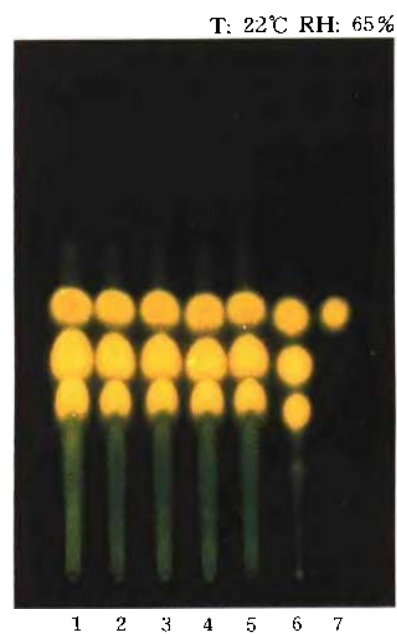


图 2—22 (样品同图 2—21)

展 开 剂	苯 醋酸乙酯-甲醇- 异丙醇-浓氨试液(6 : 3 : 1.5 : 1.5 : 0.5)
展 开 方 式	展开槽一侧槽中加入展开剂; 另侧槽中加入与展开剂等体积的浓氨试液, 共同预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8 cm
显 色	置紫外光灯(365nm)下检视。
色 谱 识 别	供试品色谱与黄连对照药材色谱基本相符, 在与小檗碱对照品相应的位置上, 显相同的黄色荧光斑点。
注 意 事 项	1. 相对湿度控制在47%以下为好。 2. 浓氨试液应保证质量, 否则因氨蒸气不够而降低分离度。
备 注	1. 展开时的温度在20~30℃为宜; 温度的变化造成溶剂蒸气等极性的变化, 对色谱中斑点的位置及分离度均有影响。 2. 本版药典正文所用的实验条件得到的色谱分离度较差, 见附图 2-22。 3. 本图谱中各供试品所用黄连与“味连”相符, 参见“黄连”项下的图谱。

万 应 锭

Wanying Ding

熊胆的薄层鉴别

供试液制备	取本品6g, 研碎, 加甲醇20ml, 置水浴上温浸1小时, 滤过, 取滤液10ml, 蒸干, 残渣加20%氢氧化钠溶液5ml, 置水浴中加热水解8小时, 放冷, 加水10ml, 用醋酸乙酯提取两次, 每次20ml, 水液加盐酸调节至pH2~3, 用乙醚提取2次, 每次30ml, 合并乙醚液, 挥干, 残渣加甲醇溶解, 使成1 ml, 作为供试品溶液。
对照液制备	取熊去氧胆酸, 鹅去氧胆酸*, 胆酸, 去氧胆酸, 猪去氧胆酸对照品, 加甲醇制成每1ml各含1mg的溶液, 作为对照品溶液。
薄 层 板	硅胶G白制板, 长20cm; 厚度: 500 μ m
点 样	供试品溶液与对照品溶液分别点样2~4 μ l
展 开 剂	异辛烷-醋酸乙酯-冰醋酸(15 : 7 : 5)
展 开 方 式	展开箱用展开剂预平衡15分钟, 上行展开; 展距: 16~18cm
显 色	喷以硫酸乙醇溶液(1→10), 在110℃加热数分钟, 至斑点显色清晰。置紫外光灯(365nm)下检视。
色 谱 识 别	供试品色谱中, 分别在与对照品色谱相应的位置上, 显相间颜色的荧光斑点。
注 意 事 项	尽量在低温及低相对湿度(40%以下)下展开。
备 注	1. 本图谱除药典正文规定的对照品外, 增加了鹅去氧胆酸, 因本品处方中的熊胆汁及牛胆汁均含此成分, 可帮助鉴别。 2. 混合对照品在色谱中的顺序, 自下而上依次为: 胆酸、猪去氧胆酸、熊去氧胆酸、鹅去氧胆酸、去氧胆酸。 3. 水解后, 先用醋酸乙酯处理后, 再用盐酸调节pH, 目的是除去一些杂质, 使色谱更清晰。 4. 本图谱所用的展开剂容易脱混, 而使色谱上部部分斑点挤压, 且产生第二溶剂前沿, 但不影响鉴别。

黄连的薄层鉴别*

供试液制备	取鉴别(3)项下的甲醇滤液6ml, 置水浴上蒸干, 残渣加甲醇溶解, 使成1 ml, 作为供试品溶液。
对照液制备	取黄连对照药材50mg, 加甲醇10ml, 置水浴上回流15分钟, 滤

过，滤液蒸干，残渣加甲醇溶解，使成1ml，作为对照药材溶液；再取盐酸小檗碱对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。

- 薄层板：硅胶G自制板；厚度：500 μm
- 点样：供试品溶液与对照液分别点样1~2 μl
- 展开剂：苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨溶液(6：3：1.5：1.5：0.5)
- 展开方式：展开箱一侧槽中加入展开剂；另一侧槽中加入与展开剂等体积的浓氨试液，共同预平衡15分钟；上行展开；展距：8 cm
- 显色：置紫外光灯(365nm)下检视。
- 色谱识别：供试品色谱与黄连对照药材色谱基本相符，在与小檗碱对照品相应的位置上，显相同的黄色荧光斑点。
- 注意事项：
 1. 相对湿度控制在47%以下为好。
 2. 浓氨试液应保证质量，否则因氨蒸气不够而降低分离度。

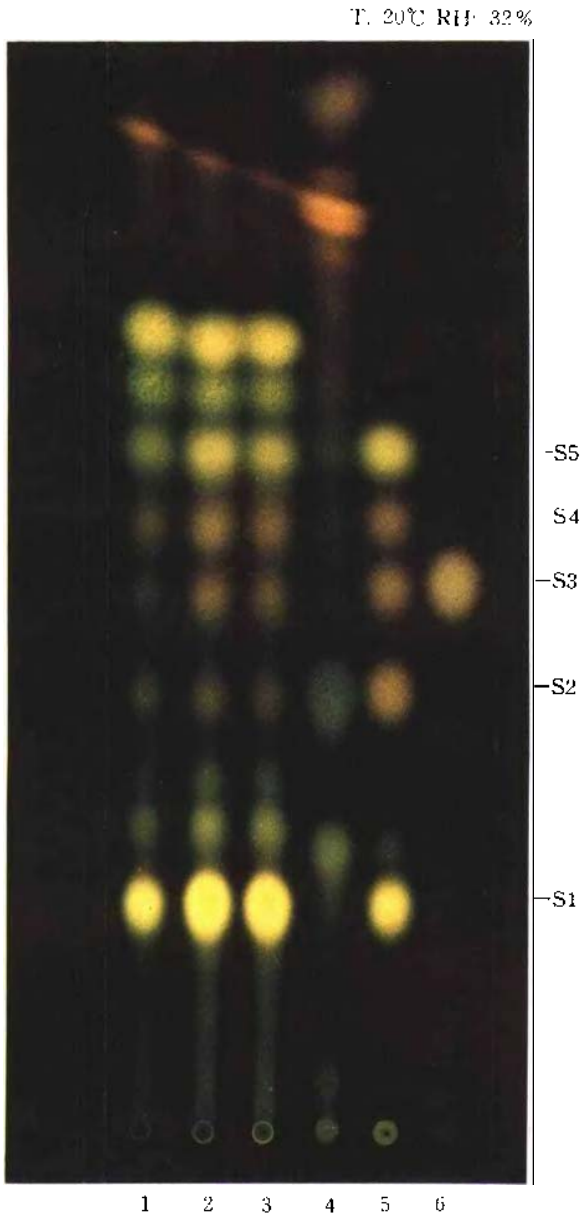


图 2—23

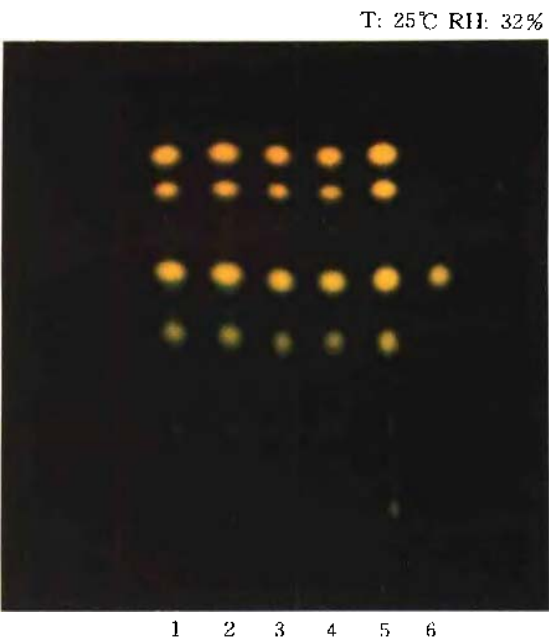


图 2—24

样品：
1~4. 万应锭；
5. 黄连对照药材；
6. 小檗碱。

样品：
1~3. 万应锭；
4. 万应锭(水解后酸化前醋酸乙酯提取部分)；
5. 混合胆酸对照(胆酸(S₁) + 猪去氧胆酸(S₂) + 熊去氧胆酸(S₃) + 鹅去氧胆酸(S₄) + 去氧胆酸(S₅)；
6. 熊去氧胆酸。

- 备 注**
1. 展开时的温度在20~30℃为宜；温度的变化造成溶剂蒸气等极性的变化，对色谱中斑点的位置及分离度均有影响。
 2. 与黄连对照药材色谱相应的五个荧光斑点自下而上为：药根碱+非洲防己碱(含量低，显浅黄绿色荧光，量大时为黄色荧光)，巴马汀，小檗碱，表小檗碱，黄连碱(均为黄色荧光)。
 3. 本图谱中各供试品所用黄连与“味连”相符，参见“黄连”项下的图谱。
 4. 供试液与对照药材溶液的浓度做了调整，以使所含黄连的量相当。

小儿化毒散

Xiao'er Huadu San

黄连的薄层鉴别

供试液制备 取本品0.6g，加甲醇5ml，置水浴上回流15分钟，滤过，滤液浓缩至1ml，作为供试品溶液。

对照液制备 取黄连对照药材50mg，加甲醇10ml，置水浴上回流15分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇溶解，使成1ml，作为对照药材溶液；再取盐酸小檗碱对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。

薄 层 板 硅胶G自制板；厚度：500 μm

点 样 供试品溶液与对照液分别点样1~2 μl

展 开 剂 苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(6 : 3 : 1.5 : 1.5 : 0.5)

展 开 方 式 展开箱一侧槽中加入展开剂；另一侧槽中加入与展开剂等体积的浓氨试液，共同预平衡15分钟；上行展开；展距：8 cm

显 色 置紫外光灯(365nm)下检视。

色 谱 识 别 供试品色谱与黄连对照药材色谱基本相符，在与小檗碱对照品相应的位置上，显相同的黄色荧光斑点。

注 意 事 项

1. 相对湿度控制在47%以下为好。
2. 浓氨试液应保证质量，否则因氨蒸气不够而降低分离度。

- 备 注**
1. 展开时的温度在20~30℃为宜；温度的变化造成溶剂蒸气等极性的变化，对色谱中斑点的位置及分离度均有影响。
 2. 与黄连对照药材色谱相应的五个荧光斑点自下而上为：药根碱+非洲防己碱(含量低，显浅黄绿色荧光，量大时为黄色荧光)，巴马汀，小檗碱，表小檗碱，黄连碱(均为黄色荧光)。
 3. 本图谱中各供试品所用黄连与“味连”相符，参见“黄连”项下的图谱。

T: 25℃ RH: 32%

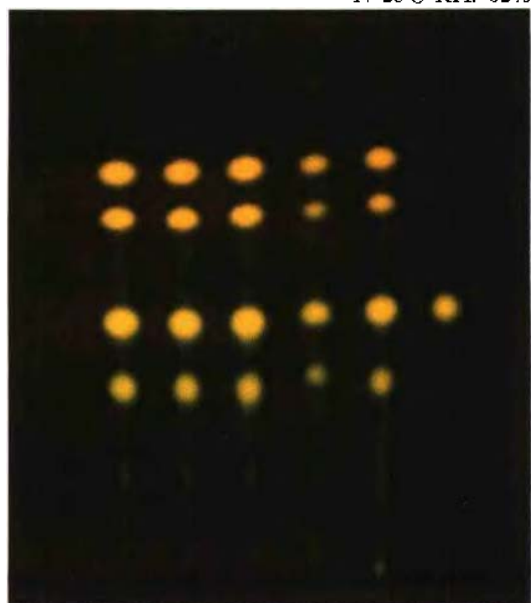


图 2—25

样品:

- 1~4. 小儿化毒散;
5. 黄连对照药材;
6. 小檗碱。

大黄的薄层鉴别

供试液制备 取本品0.6g, 加甲醇20ml, 浸渍1小时, 滤过, 取滤液5ml, 蒸干, 残渣加水10ml使溶解, 再加盐酸1ml, 置水浴上加热30分钟, 立即冷却, 用乙醚提取两次, 每次20ml, 合并乙醚液, 蒸干, 残渣加氯仿溶解, 使成1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取大黄对照药材0.1g, 同法制成对照药材溶液。

薄层板 硅胶H加0.3%羧甲基纤维素钠水溶液自制板; 厚度: 300 μm

点样 供试液与对照液分别点样4 μl

展开剂 石油醚(30~60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液

展开方式 上行展开; 展距: 7 cm

显色 置紫外光灯(365nm)下检视; 再置氨蒸气中熏数分钟后, 日光下检视。

色谱识别 紫外光灯(365nm)下, 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同的五个橙黄色荧光主斑点; 经氨蒸气熏后, 置日光下检视, 斑点变为红色。

注意事项 展开剂要新鲜配制, 不要反复使用。

- 备注**
1. 供试品色谱中, 五个橙黄色荧光斑点, 自下而上依次为: 芦荟 大黄素*, 大黄酸, 大黄素, 大黄素甲醚, 大黄酚。
 2. 本展开剂在配制时, 分层现象不易察见, 故尽量吸取上部溶液。
 3. 不同生产厂家的样品(图 2—26 中样品3, 4与5, 6), 大黄色谱略有差异, 即样品5, 6未检出大黄酸斑点。
 4. 药典正文未设化学对照品。

样品:

1. 芦荟+大黄素*+大黄酸+人黄素+大黄素甲醚+大黄酚*;
2. 大黄对照药材;
- 3~6. 小儿化毒散。

T: 28℃ Rf: 65%

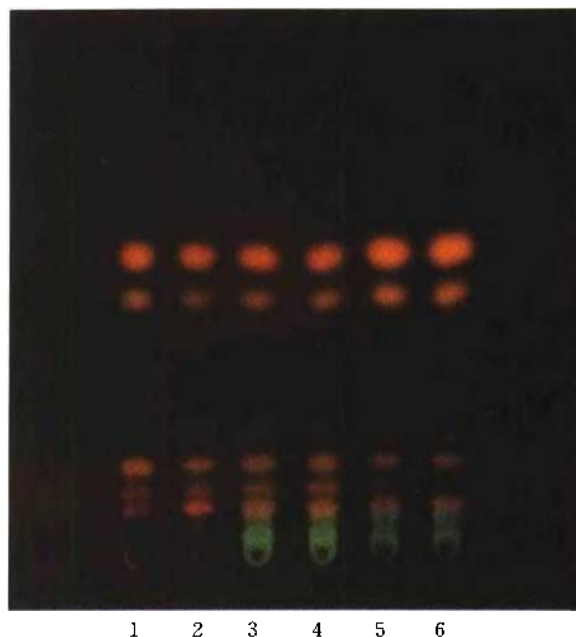


图 2 -26

厚朴的薄层鉴别

供试液制备 取本品3g, 研碎, 加甲醇25ml, 浸渍30分钟, 时时振摇, 滤过, 滤液浓缩至5ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取厚朴酚与和厚朴酚对照品, 加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶GF254加0.3%羧甲基纤维素钠溶液的自制板; 厚度: 300 μm

点样 供试液点样5~10 μl ; 对照液点样5 μl

展开剂 氯仿-苯-醋酸乙酯(5:4:1)

展开方式 上行展开; 展距: 15 cm

显色 置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱中, 在与厚朴酚(上)与和厚朴酚(下)相应的位置上, 显相同的荧光淬灭斑点。

注意事项 相对湿度控制在70%以上为好。

开胸顺气丸

Kaixiong Shunqi Wan

T: 30℃ RH: 80%

厚朴的薄层鉴别*

供试液制备 取本品 3 g, 研碎, 加甲醇 25 ml, 浸渍 30 分钟, 时时振摇, 滤过, 滤液浓缩至 1 ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取厚朴酚与和厚朴酚对照品, 加甲醇制成每 1 ml 各含 1 mg 的混合溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶 GF254 加 1 % 氢氧化钠溶液的自制板; 厚度: 500 μ m

点样 供试液点样 2~4 μ l; 对照液点样 2 μ l

展开剂 苯-醋酸乙酯 (9 : 1.5)

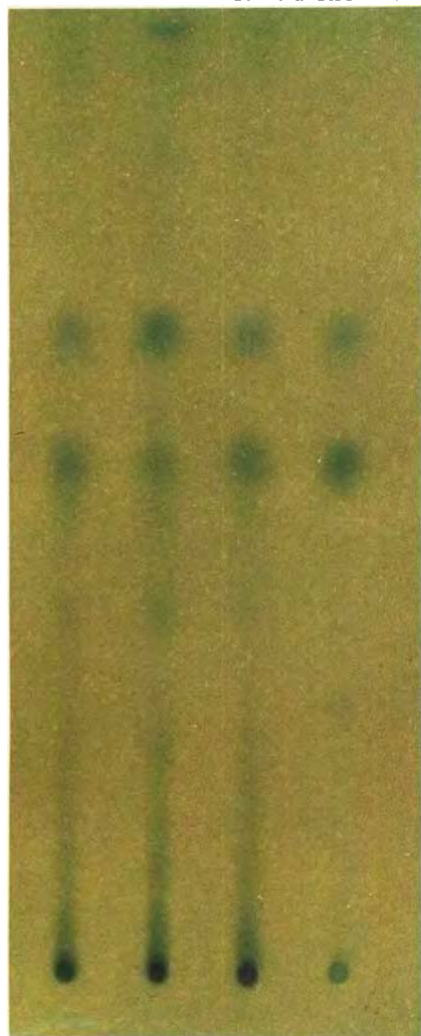
展开方式 上行展开; 展距: 8 cm

显色 置紫外光灯 (254 nm) 下检视。再喷以 5 % 香草醛硫酸溶液, 80℃ 加热数分钟至斑点显色清晰后, 置日光下检视。

色谱识别 供试品色谱中, 在与厚朴酚(上)与和厚朴酚(下)相应的位置上, 显相同的荧光淬灭斑点。喷显色剂加热后, 斑点变为紫红~紫褐色。

注意事项 相对湿度控制在 80% 左右为好。

备注 本版药典所刊载的薄层条件, 其展距要延长至 14 cm 以上才能使厚朴酚与和厚朴酚得到较好分离; 改用本图谱的条件后, 展距可缩短至 8 cm, 就可使两者得到很好的分离。



1 2 3 4

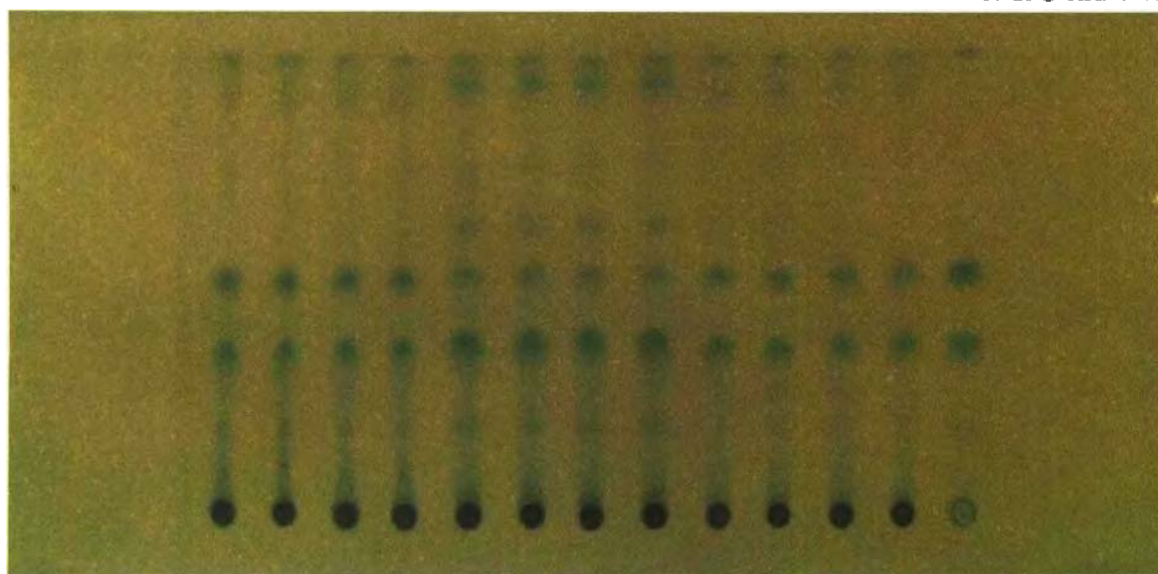
图 2—27

样品:

1~3. 开胸顺气丸;

4. 厚朴酚+和厚朴酚。

T: 29℃ RH: 88%



1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13

图 2—28(显色前, 荧光淬灭色谱)

样品:

1~12. 开胸顺气丸;

13. 厚朴酚+和厚朴酚

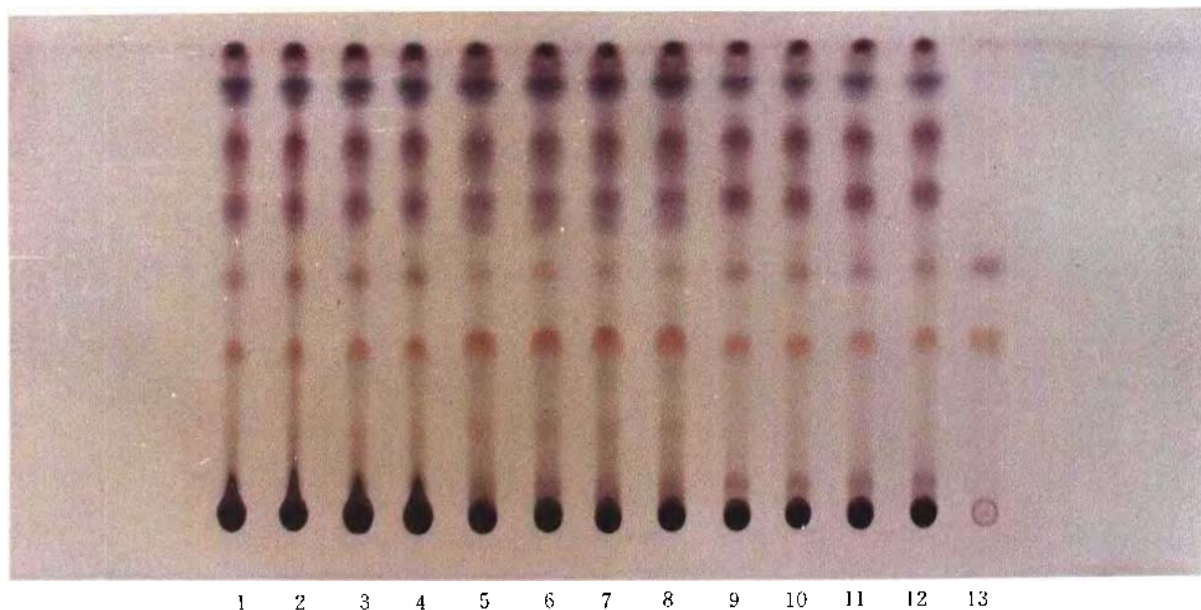


图 2—29(显色后, 可见光色谱)

样品:

1~12. 开胸顺气丸;

13. 厚朴酚+和厚朴酚

大黄的薄层鉴别

供试液制备 取本品 3 g, 切碎, 加甲醇 50 ml, 超声处理 20 分钟, 滤过, 取滤液 5 ml, 蒸干, 残渣加水 10 ml 使溶解, 再加盐酸 1 ml, 置水浴上加热 30 分钟, 立即冷却, 用乙醚提取两次, 每次 20 ml, 合并乙醚液, 蒸干, 残渣加氯仿溶解, 使成 1 ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取大黄对照药材 0.1 g, 同法制成对照药材溶液。

薄层板 硅胶 H 加 0.3% 羧甲基纤维素钠水溶液白制板; 厚度: 300 μ m

点样 供试液与对照液分别点样 4 μ l

展开剂 石油醚(30~60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液

木香槟榔丸

Muxiang Binglang Wan

T: 25℃ RH: 72%

样品:

1. 芦荟大黄素; *

2. 大黄酸;

3. 大黄素;

4. 大黄素甲醚;

5. 大黄酚; *

6. 混合对照品

(1~5);

7. 大黄对照药材;

8~13. 木香槟榔丸。

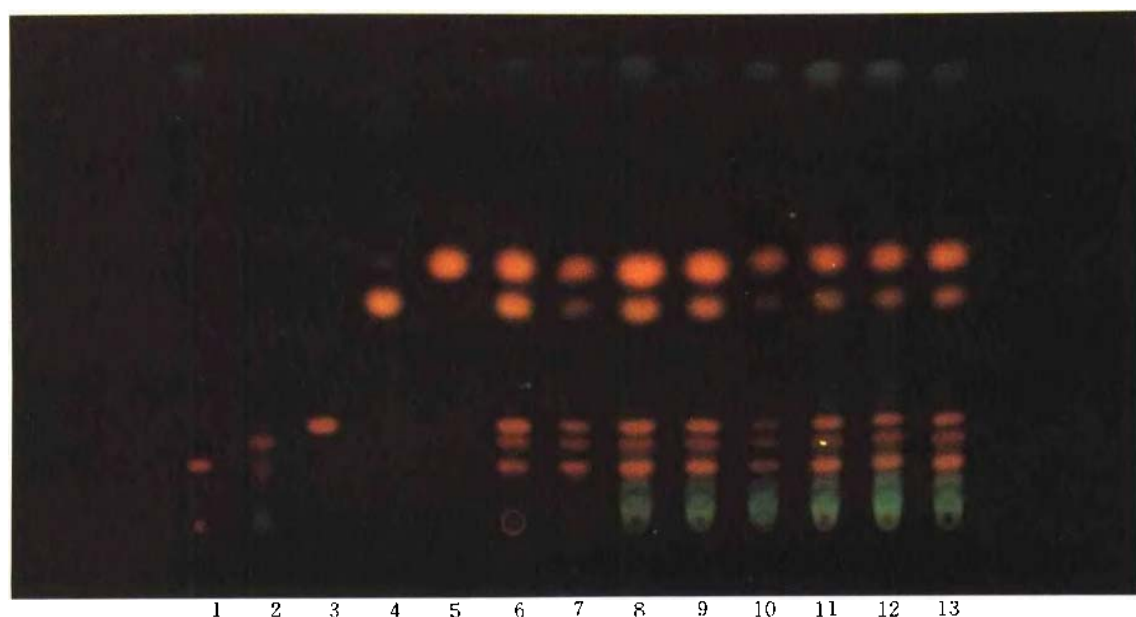


图 2—30(荧光色谱)

展开方式	上行展开; 展距: 7cm
显色	置紫外光灯(365nm)下检视; 再置氨蒸气中熏数分钟后, 日光下检视。
色谱识别	紫外光灯(365nm)下, 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同的五个橙黄色荧光主斑点, 经氨蒸气熏后, 置日光下检视, 斑点变为红色。
注意事项	展开剂要新鲜配制, 不要反复使用。
备注	1. 供试品色谱中, 五个橙黄色荧光斑点, 自下而上依次为: 芦荟大黄素*, 大黄酸, 大黄素, 大黄素甲醚, 大黄酚*。 2. 本展开剂在配制时, 分层现象不易察见, 故尽量吸取上部溶液。 3. 药典正文未设化学对照品。

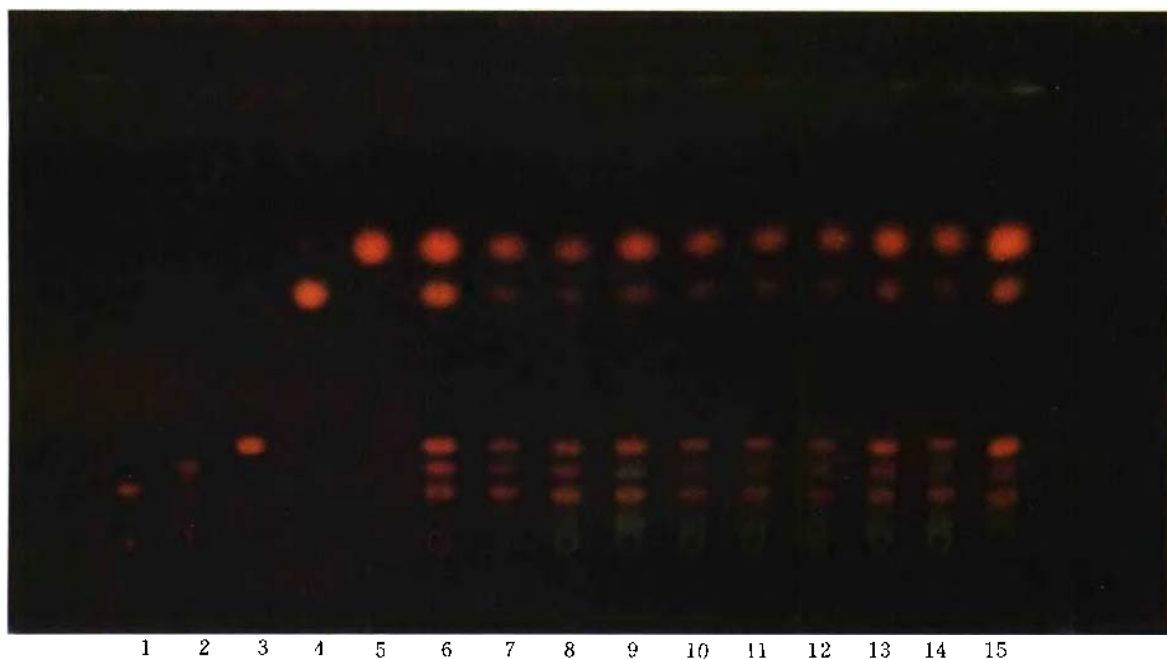
牛黄上清丸

Niuhuang Shangqing Wan

大黄的薄层鉴别

供试液制备	取本品 3 g, 切碎, 加甲醇 50ml, 超声处理 20 分钟, 滤过, 取滤液 5ml, 蒸干, 残渣加水 10ml 使溶解, 再加盐酸 1ml, 置水浴上加热 30 分钟, 立即冷却, 用乙醚提取两次, 每次 20ml, 合并乙醚液, 蒸干, 残渣加氯仿溶解, 使成 1 ml, 作为供试品溶液。
对照液制备	取大黄对照药材 0.1g, 同法制成对照药材溶液。
薄层板	硅胶 H 加 0.3% 羧甲基纤维素钠水溶液自制板; 厚度: 300 μ m
点样	供试液与对照液分别点样 4 μ l
展开剂	石油醚(30~60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15: 5: 1)的上层溶液
展开方式	上行展开; 展距: 7cm
显色	置紫外光灯(365nm)下检视; 再置氨蒸气中熏数分钟后, 日光下检视。
色谱识别	紫外光灯(365nm)下, 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同的五个橙黄色荧光主斑点; 经氨蒸气熏后, 置日光下检视, 斑点变为红色。

T: 28℃ RH: 67%



样品:
1. 芦荟大黄素;*
2. 大黄酸;
3. 大黄素;
4. 大黄素甲醚;
5. 大黄酚;*
6. 混合对照
(1~5);
7. 大黄对照药材;
8~15. 牛黄上清丸。

图 2—31 (荧光色谱)

- 注意事项** 展开剂要新鲜配制，不要反复使用。
- 备注**
1. 供试品色谱中，五个橙黄色荧光斑点，自下而上依次为：芦荟大黄素，大黄酸，大黄素，大黄素甲醚，大黄酚^{*}。
 2. 本展开剂在配制时，分层现象不易察见，故尽量吸取上部溶液。
 3. 药典正文未设化学对照品。

黄连的薄层鉴别

供试液制备 取本品3g，加甲醇10ml，置水浴上回流15分钟，滤过，滤液浓缩至1ml，作为供试品溶液。

对照液制备 取黄连对照药材50mg，同法制成对照药材溶液；再取盐酸小檗碱对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G自制板；厚度：500 μ m

点样 供试液与对照药材溶液及对照品溶液分别点样1~2 μ l

展开剂 苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(6 : 3 : 1.5 : 1.5 : 0.5)

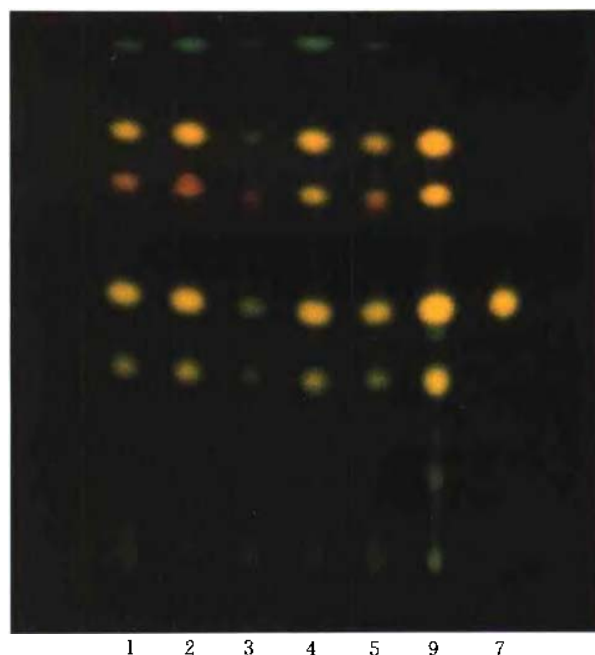
展开方式 展开槽一侧槽中加入展开剂；另侧槽中加入与展开剂等体积的浓氨试液，共同预平衡15分钟；上行展开；展距：8cm

显色 置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱与黄连对照药材色谱基本相符，在与小檗碱对照品相应的位置上，显相同的黄色荧光斑点。

- 注意事项**
1. 相对湿度控制在47%以下为好。
 2. 浓氨试液应保证质量，否则因氨蒸气不够而降低分离度。

- 备注**
1. 展开时的温度在20~30℃为宜；温度的变化造成溶剂蒸气等极性的变化，对色谱中斑点的位置及分离度均有影响。
 2. 与黄连对照药材色谱相应的五个荧光斑点自下而上为：药根碱+非洲防己碱(含量低，显浅黄绿色荧光，量大时为黄色荧光)，巴马汀，小檗碱，表小檗碱，黄连碱(均为黄色荧光)。
 3. 黄连中药根碱与非洲防己碱因含量低，在成方制剂中难以检出；本品色谱中相当于表小檗碱的斑点有其它成分重叠，但不妨碍判断。
 4. 样品3在相同的取样量条件下，各荧光斑点明



样品：
1~5. 牛黄上清丸；
6. 黄连对照药材
7. 小檗碱。

图2-32

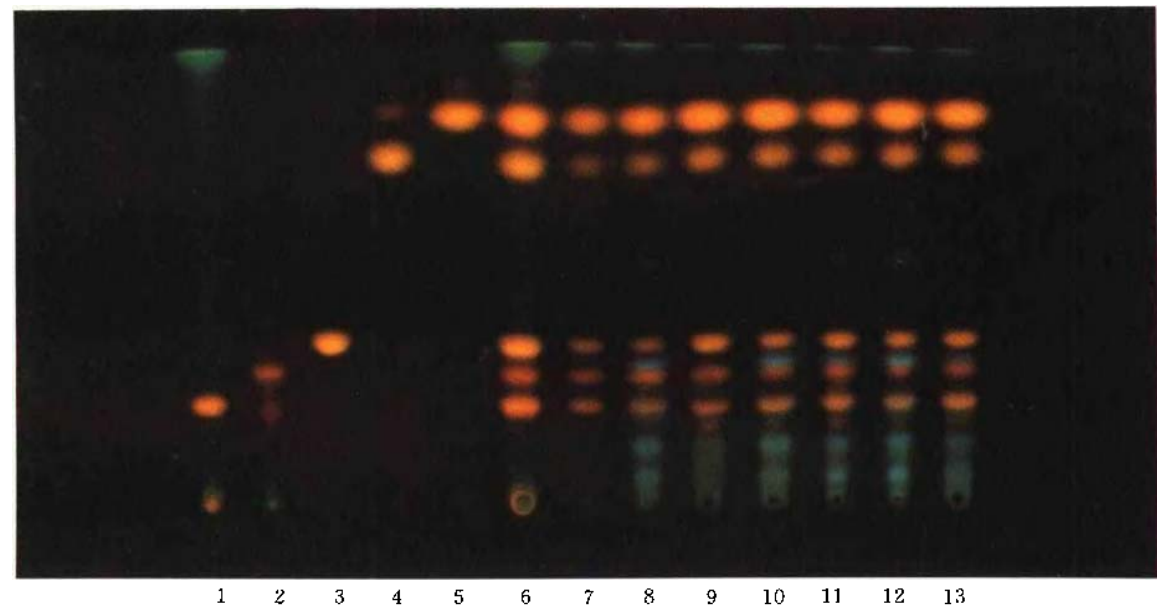
牛黄解毒丸

Niuhuang Jiedu Wan

大黄的薄层鉴别*

- 供试液制备** 取本品约0.8g, 切碎, 加甲醇20ml, 浸渍1小时, 滤过, 取滤液5ml, 蒸干, 残渣加水10ml使溶解, 再加盐酸1ml, 置水浴上加热30分钟, 立即冷却, 用乙醚提取两次, 每次20ml, 合并乙醚液, 蒸干, 残渣加氯仿溶解, 使成1ml, 作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取大黄对照药材0.1g, 同法制成对照药材溶液。
- 薄层板** 硅胶H加0.3%羧甲基纤维素钠水溶液自制板; 厚度: 300 μ m
- 点样** 供试液与对照液分别点样4 μ l
- 展开剂** 石油醚(30~60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液
- 展开方式** 上行展开; 展距: 7cm
- 显色** 置紫外光灯(365nm)下检视; 再置氨蒸气中熏数分钟后, 日光下检视。
- 色谱识别** 紫外光灯(365nm)下, 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同的五个橙黄色荧光主斑点, 经氨蒸气熏后, 置日光下检视, 斑点变为红色。
- 注意事项** 展开剂要新鲜配制, 不要反复使用。
- 备注** 1. 供试品色谱中, 五个橙黄色荧光斑点, 自下而上依次为: 芦荟大黄素, 大黄酸, 大黄素, 大黄素甲醚, 大黄酚。
2. 本展开剂在配制时, 分层现象不易察见, 故尽量吸取上部溶液。

T: 30℃ RH: 66%



样品:

1. 芦荟大黄素; *
2. 大黄酸;
3. 大黄素;
4. 大黄素甲醚;
5. 大黄酚; *
6. 混合对照 (1~5);
7. 大黄对照药材;
- 8~13. 牛黄解毒丸。

图 2—33(荧光色谱)

牛黄解毒片

Niuhuang Jiedu Pian

大黄的薄层鉴别*

- 供试液制备** 取本品1片, 除去糖衣, 研碎, 加甲醇20ml, 浸渍1小时, 滤过, 取滤液5ml, 蒸干, 残渣加水10ml使溶解, 再加盐酸1ml, 置水浴上加热30分钟, 立即冷却, 用乙醚提取两次, 每次20ml, 合并乙醚液, 蒸干, 残渣加氯仿溶解, 使成1ml, 作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取大黄对照药材0.1g, 同法制成对照药材溶液。
- 薄层板** 硅胶H加0.3%羧甲基纤维素钠水溶液自制板; 厚度: 300 μ m

- 点 样** 供试液与对照液分别点样4 μ l
- 展 开 剂** 石油醚(30~60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液
- 展 开 方 式** 上行展开;展距:7cm
- 显 色** 置紫外光灯(365nm)下检视;再置氨蒸气中熏数分钟后,日光下检视。
- 色 谱 识 别** 紫外光灯(365nm)下,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同的五个橙黄色荧光主斑点;经氨蒸气熏后,置日光下检视,斑点变为红色。
- 注 意 事 项** 展开剂要新鲜配制,不要反复使用。
- 备 注** 1. 供试品色谱中,五个橙黄色荧光斑点,自下而上依次为:芦荟大黄素*,大黄酸,大黄素,大黄素甲醚,大黄酚。
2. 本展开剂在配制时,分层现象不易察见,故尽量吸取上部溶液。

T: 30℃ RH: 66%

样品:

1. 芦荟大黄素;*
2. 大黄酸;
3. 大黄素;
4. 大黄素甲醚;
5. 大黄酚;*
6. 混合对照品
(1-5);
7. 大黄对照药材;
- 8~13. 牛黄解毒片。

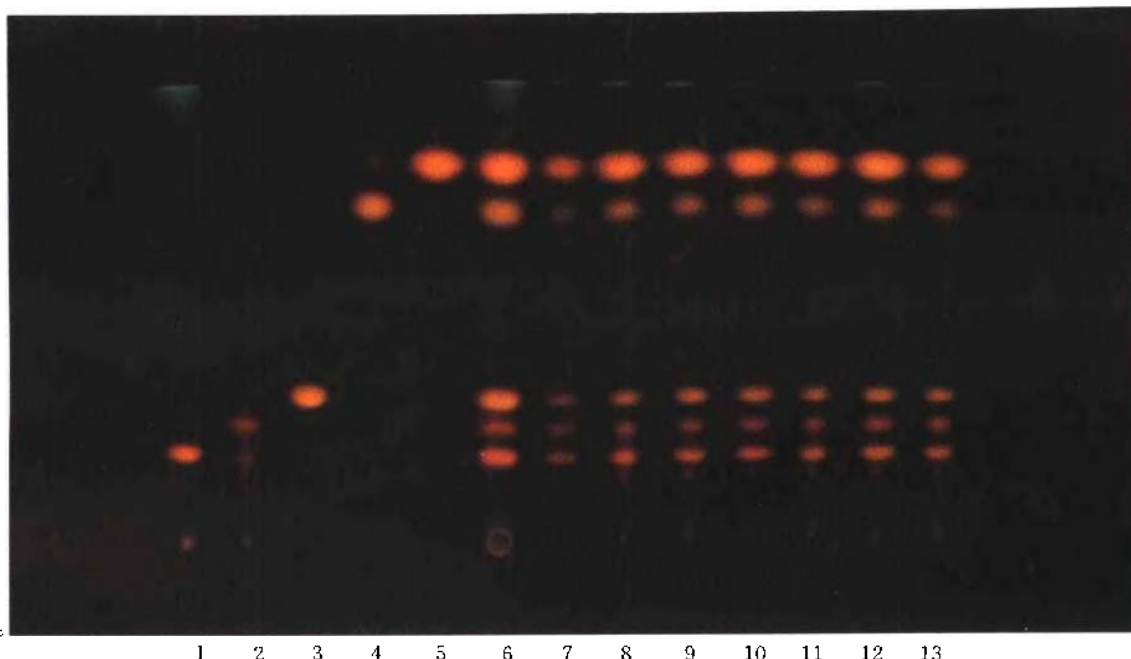


图2—34(荧光色谱)

白芍的薄层鉴别*

供试液制备 取本品2丸,剪碎,加硅藻土12g,研匀,加氯仿100ml,加热回流1.5小时,滤过,残渣加乙醇40ml,温浸1小时,时时振摇,滤过,滤液蒸干,残渣加水30ml使溶解,用乙醚抽提至乙醚层无色,弃去乙醚液,再用水饱和的正丁醇提取三次,每次20ml,合并正丁醇提取液,水洗涤2次,每次20ml,弃去水液,正丁醇液置水浴上蒸干,残渣加乙醇1ml使溶解,拌入少许中性氧化铝,水浴上拌匀干燥,装入一预先装填好的中性氧化铝小柱(200~300目,1g,内径10~15mm)顶部,以甲醇40ml洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加乙醇溶解,使成0.5ml,作为供试品溶液。

对照液制备 取芍药武对照品,加乙醇制成每1ml含2mg的溶液,作为对照品溶液。

薄 层 板 硅胶G白制板;厚度:500 μ m

乌鸡白凤丸

Wuji Baifeng Wan

T: 17℃ RH: 72%

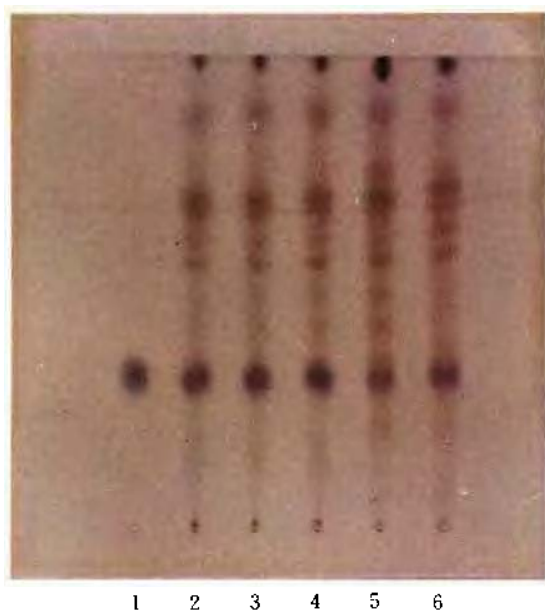


图 2—35

样品:

1. 芍药武;
2~6. 乌鸡白凤丸。

T: 28℃ RH: 80%



图 2—36

样品:

- 1~3. 乌鸡白凤丸。

- 点 样** 供试品溶液点样4 μ l; 对照品溶液点样2 μ l
- 展 开 剂** 氯仿-醋酸乙酯-甲醇-甲酸(40:5:10:0.2)
- 展 开 方 式** 上行展开; 展距: 7cm
- 显 色** 喷以5%香草醛硫酸溶液, 热风吹至斑点清晰, 日光下检视。
- 色 谱 识 别** 供试品色谱中, 在与芍药武对照品相应的位置上, 显相同的蓝紫色斑点。
- 备 注** 1. 供试液制备中, 正丁醇抽提前先用乙醚抽提至乙醚层无色, 是为了除去极性较小的成分对色谱的干扰。
2. 本版药典正文中本品的供试液制备, 氧化铝柱洗脱液用醋酸乙酯-甲醇(1:1), 色谱中斑点不够清晰如(图2—36); 洗脱液改用甲醇40ml洗脱, 芍药武洗脱更完全, 图谱较清晰。

六 一 散

Liu yi San

甘草的薄层鉴别

- 供试液制备** 取本品2g, 加盐酸1ml与氯仿15ml, 加热回流1小时, 放冷, 滤过, 残渣加乙醇溶解使成1ml, 作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取甘草次酸对照品, 加无水乙醇制成每1ml含1mg的溶液, 作为对照品溶液。
- 薄 层 板** 硅胶G自制板; 厚度: 500 μ m
- 点 样** 供试液与对照液分别点样2 μ l
- 展 开 剂** 石油醚(30~60℃)-苯-醋酸乙酯-冰醋酸(10:20:7:0.5)
- 展 开 方 式** 展开箱用展开剂预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8cm
- 显 色** 喷以10%磷钼酸乙醇溶液, 105℃加热数分钟至斑点显色清晰, 置日光下检视。
- 色 谱 识 别** 供试品色谱中, 在与甘草次酸对照品相应的位置上, 显一相同的蓝色斑点。
- 注 意 事 项** 应尽量在低湿度下展开, 否则, 有的斑点重叠。
- 备 注** 1. 原点样量太大, 现减少至2 μ l。
2. 本品中所含甘草的薄层鉴别, 亦可不经水解, 以甘草为对照

样品:
1~12. 六一散;
13. 甘草次酸。

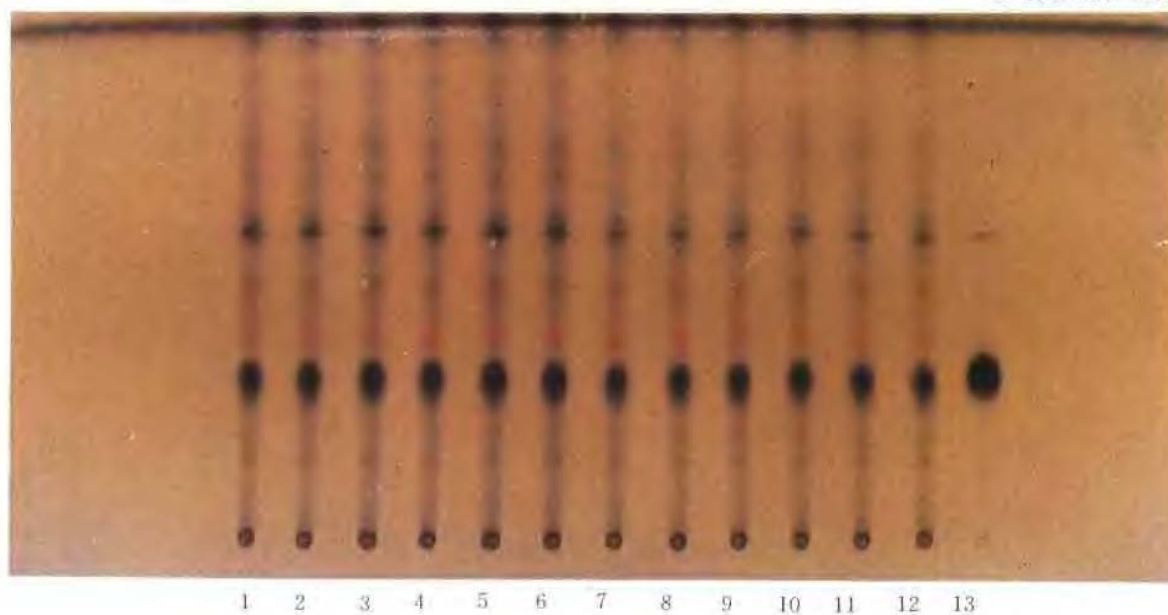


图2—37(磷钼酸显色后, 可见光色谱)

药材及甘草酸为对照品, 除检出甘草酸外, 尚可与甘草的完整色谱做比较鉴别, 参见(图2—39)。

甘草的薄层鉴别*

供试液制备 取本品3.5g, 加乙醚40ml, 超声处理20分钟, 滤过, 弃去滤液, 药渣加甲醇40ml, 超声处理20分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇溶解使成1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取甘草对照药材0.5g, 同法制成对照药材溶液; 再取甘草酸铵盐对照品, 加甲醇制成每1ml含2mg的溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G加1%氢氧化钠溶液自制板; 厚度: 500 μ m

样品:
1~10. 六一散;
11~12. 甘草对照
药材;
13. 甘草酸。

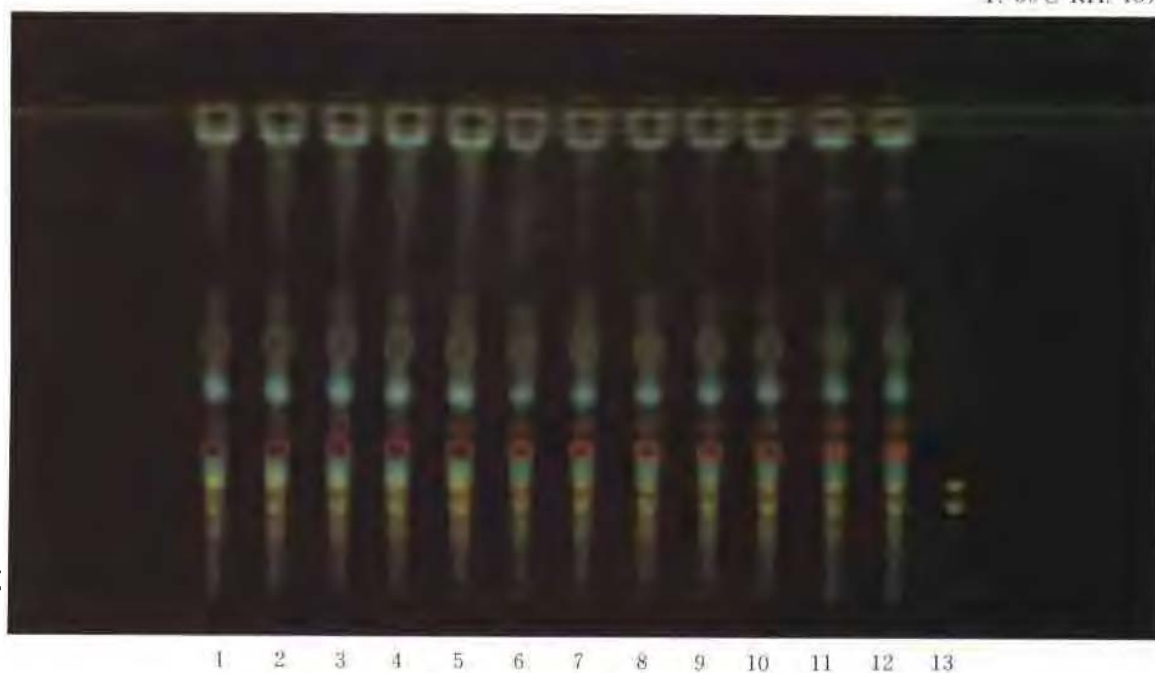
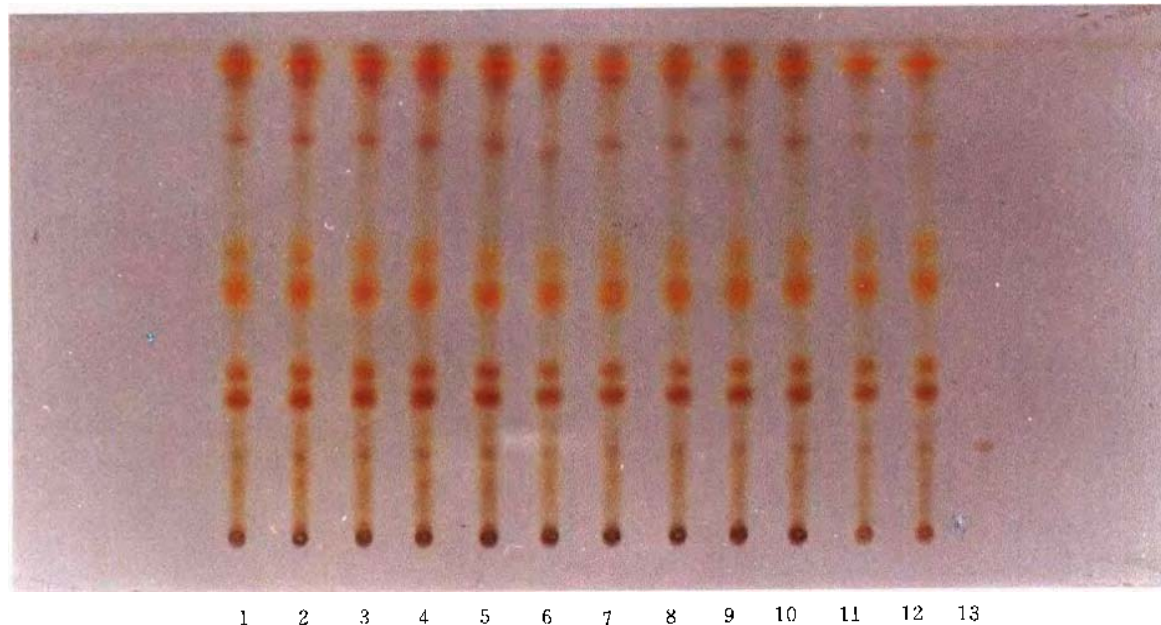


图2—38(显色后, 荧光色谱)



样品:
1~10. 六一散;
11~12. 甘草对照
药材;
13. 甘草酸。

图2—39(显色后,可见光色谱)

- | | | |
|---|---|--|
| 点 | 样 | 供试液与对照液分别点样1~2 μ l |
| 展 | 开 | 剂 醋酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(30:2:2:4) |
| 展 | 开 | 方式 展开箱用展开剂预平衡15分钟;上行展开;展距:8cm |
| 显 | 色 | 喷以硫酸乙醇溶液(1 $\rightarrow$ 10),105℃加热数分钟,至斑点显色清晰,置紫外光灯(365nm)下检视和日光下检视。 |
| 色 | 谱 | 识别 供试品色谱与对照药材色谱基本相符,甘草酸位于色谱的下部。 |
| 注 | 意 | 事项 1. 展开时温度控制在28℃以上为好,否则色谱斑点分离度差。
2. 甘草酸显色较慢,加热显色需时间稍长。 |
| 备 | 注 | 1. 本品供试液制备时难以抽滤,可改用离心的方法。
2. 本图谱所用供试液系经C-18预处理柱净化,先用水淋洗,继用甲醇洗脱,收集甲醇洗脱部分,蒸干,残渣用乙醇溶解使成1ml,制得。 |

六 应 丸

Liuying Wan

冰片、丁香酚、蟾酥的薄层鉴别

- | | | | | | |
|---|---|---|--|---|---|
| 供 | 试 | 液 | 制 | 备 | 取本品30丸,研碎,加氯仿1ml,振摇,放置浸渍1小时,上清液作为供试品溶液。 |
| 对 | 照 | 液 | 制 | 备 | 取冰片,丁香酚,脂蟾毒配基对照品,加氯仿分别制成每1ml各含1mg和1 μ l的溶液,作为对照品溶液。 |
| 薄 | 层 | 板 | 硅胶G自制板;厚度:500 μ m | | |
| 点 | 样 | 供试品溶液点样8 μ l;各对照液点样4 μ l | | | |
| 展 | 开 | 剂 | 苯-丙酮(9:1) | | |
| 展 | 开 | 方 | 式 上行展开;展距:约8cm | | |
| 显 | 色 | 5%香草醛硫酸溶液;热风吹至斑点显色清晰,日光下检视。 | | | |
| 色 | 谱 | 识 | 别 供试品色谱中,在与冰片,丁香酚,脂蟾毒配基对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。 | | |
| 备 | 注 | 1. 本版药典所采用的供试液制备方法,操作繁琐,而且极易造成丁香酚,冰片在浓缩过程中的损失,故改用浸渍法。 | | | |

样品:
1. 脂蟾毒配基;
2. 冰片;
3. 丁香酚;
4~11. 六应丸。

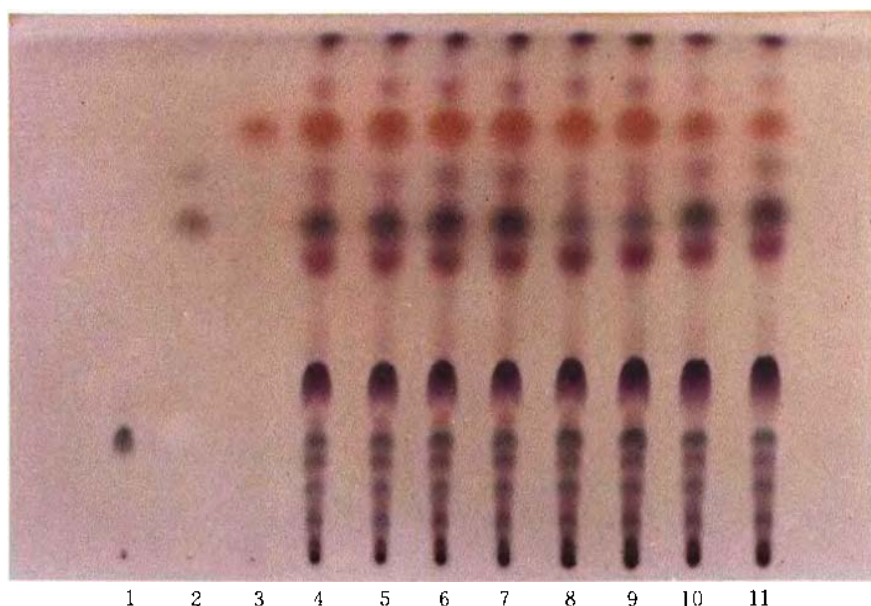


图 2—40

2. 本实验原为本品的冰片, 丁香酚鉴别而设, 增加了脂蟾毒配基对照品。即可在同一板上完成丁香酚, 冰片及蟾酥的鉴别。

蟾酥的薄层鉴别*

供试液制备 取本品30丸, 研碎, 加氯仿1ml, 振摇, 放置1小时, 上清液作为供试品溶液。

对照液制备 取脂蟾毒配基对照品, 加氯仿制成每1ml含1mg的溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G白制板; 厚度: 500 μ m

点样 供试品溶液与对照品溶液分别点样4 μ l

展开剂 环己烷-氯仿-丙酮(4 : 3 : 3)

展开方式 展开箱用展开剂预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8cm

显色 喷以硫酸乙醇溶液(1 $\rightarrow$ 10), 105℃加热至斑点显色清晰后, 置

T: 25℃ RH: 32%

样品:
1. 脂蟾毒配基;
2. 蟾酥对照药材;
3~12. 六应丸。

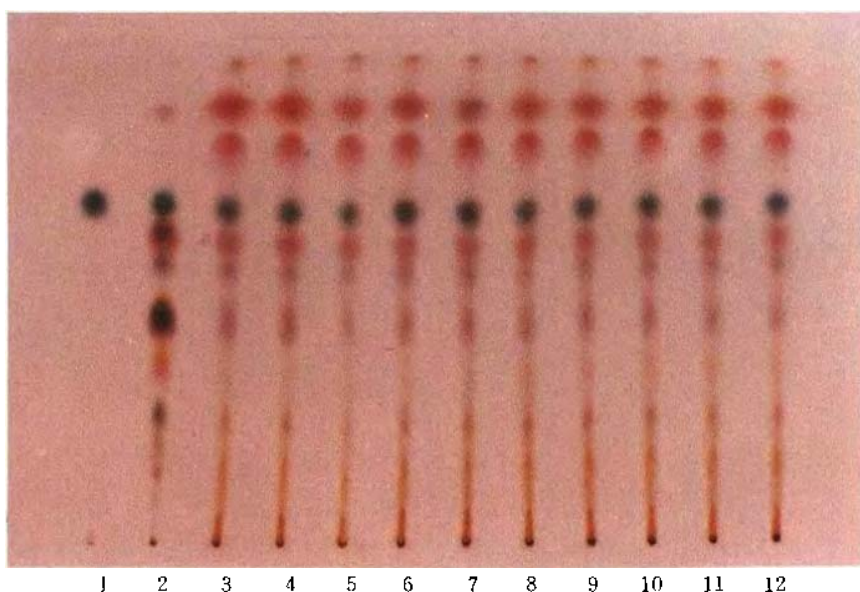


图 2—41(可见光色谱)

日光和紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 日光下观察, 供试品色谱中, 在与脂蟾毒配基对照品相应的位置上, 显相同的蓝绿色斑点。置紫外光灯(365nm)下观察, 供试品色谱中, 除在与对照品色谱相应的位置上, 显相同的荧光斑点外, 在与蟾酥对照药材色谱相应的位置上, 显相同的数个荧光特征斑点。

注意事项 温度在30℃以下, 控制相对湿度50%以下, 色谱效果较好(尽量在低温, 低湿度下展开)。

备注 1. 本版药典收录的[鉴别](2)的脂蟾毒配基检验方法, 色谱效果不理想, 建议作上述方法的修改。增加紫外光灯下观察荧光色谱, 可增加本品的鉴别特征。
2. 本图谱增加了蟾酥对照药材, 以供参考。

T: 25℃ RH: 32%

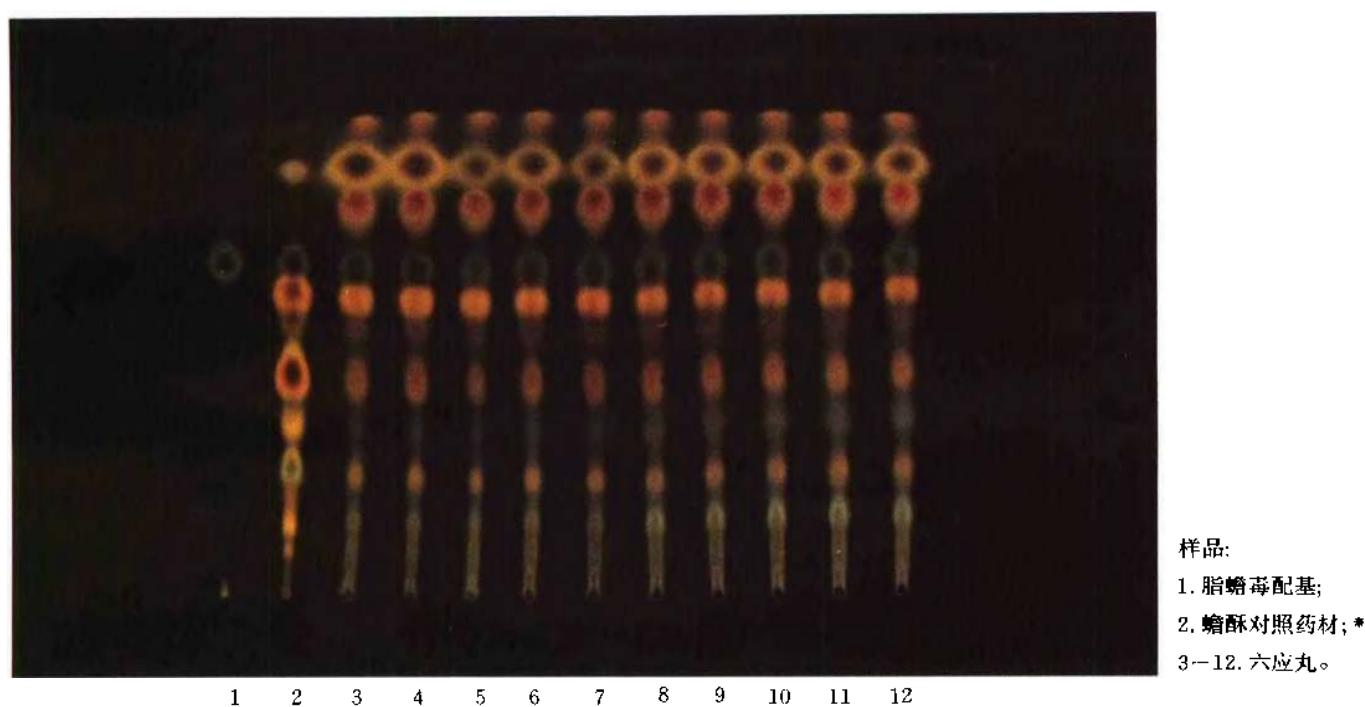


图2—42(荧光色谱)

六味地黄丸

Liuwei Dihuang Wan

牡丹皮的薄层鉴别

供试液制备 取本品蜜丸9g(水蜜丸6g), 研碎, 蜜丸加硅藻土4g研匀(水蜜丸研碎), 加乙醚40ml, 低温回流1小时, 滤过, 滤液挥去乙醚至近干, 残渣加丙酮溶解使成1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取丹皮酚对照品, 加丙酮制成每1ml含1mg的溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G自制板; 厚度: 500 μm

点样 供试液与对照液分别点样10 μl。条带状点样。

展开剂 环己烷-醋酸乙酯(3:1)

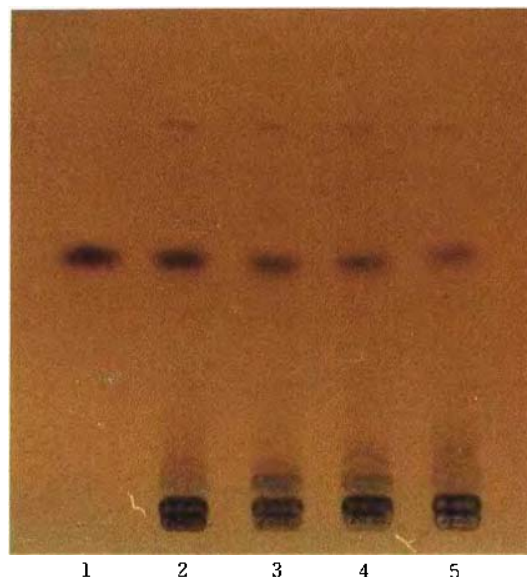
展开方式 上行展开; 展距: 5~7cm

显色 喷以盐酸酸性5%三氯化铁乙醇溶液, 热风吹至斑点显色清晰。

色谱识别 供试品色谱中, 在与丹皮酚对照品相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

- 备 注**
1. 展开时温度对丹皮酚R_F值有影响, 但由于色谱较简单, 不影响结果判断。
 2. 丹皮酚易升华挥发, 并且不同样品含量有差异, 以及显色剂的用量和加热显色程度等因素影响, 丹皮酚斑点大小及颜色不尽一致。

T: 26℃ RH: 47%



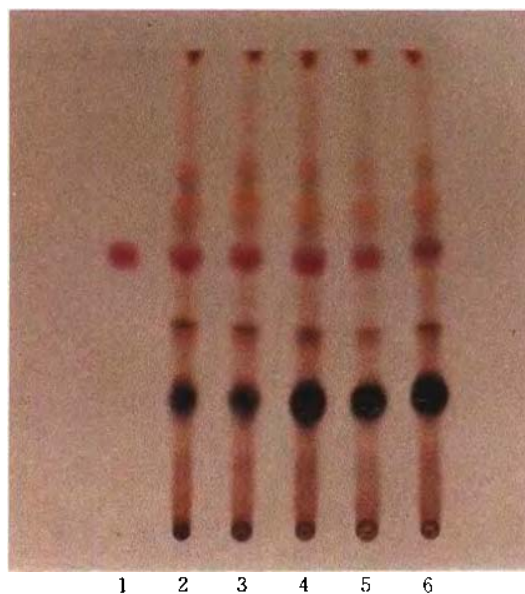
样品:
1. 丹皮酚;
2~5. 六味地黄丸。

图 2—43

山茱萸的薄层鉴别*

- 供试液制备** 取本品蜜丸 9 g(水蜜丸 6 g), 蜜丸切碎, 加硅藻土 4 g, 研匀, (水蜜丸研碎)加乙醚 40 ml, 回流 1 小时, 滤过, 滤液低温挥去乙醚, 残渣加丙酮溶解, 使成 1 ml, 作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取熊果酸对照品, 加甲醇制成每 1 ml 含 1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。
- 薄 层 板** 硅胶 G 自制板; 厚度: 500 μ m
- 点 样** 供试液点样 4~6 μ l, 对照液点样 2 μ l
- 展 开 剂** 甲苯-醋酸乙酯-冰醋酸(12: 4: 0.5)
- 展 开 方 式** 上行展开; 展距: 8 cm
- 显 色** 喷以硫酸乙醇溶液(3 $\rightarrow$ 10), 105℃ 加热至斑点显色清晰, 日光下检视。
- 色 谱 识 别** 供试品色谱中, 在与熊果酸对照品相应的位置上, 显相同的紫红色斑点。
- 注 意 事 项** 相对湿度控制在 70% 以上, 分离度较好。

T: 30℃ RH: 80%



样品:
1. 熊果酸;
2~6. 六味地黄丸。

图 2—44

左 金 丸

Zuojin Wan

黄连的薄层鉴别*

- 供试液制备** 取本品1g, 研碎, 加乙醇10ml, 加热回流1小时, 放冷, 滤过, 滤液作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取黄连对照药材0.6g, 吴茱萸对照药材*0.1g, 同法制成对照药材溶液; 再取盐酸小檗碱对照品, 加甲醇制成每1ml含1mg的溶液, 作为对照品溶液。
- 薄层板** 硅胶G自制板; 厚度: 500 μ m
- 点样** 供试品溶液与对照液分别点样2 μ l
- 展开剂** 苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(6 : 3 : 1.5 : 1.5 : 0.5)
- 展开方式** 展开箱一侧槽中加入展开剂; 另侧槽中加入与展开剂等体积的浓氨试液, 共同预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8cm
- 显色** 置紫外光灯(365nm)下检视。
- 色谱识别** 供试品色谱与黄连对照药材色谱基本相符, 在与小檗碱对照品相应的位置上, 显相同的黄色荧光斑点。
- 注意事项**
1. 相对湿度控制在47%以下为好。
 2. 浓氨试液应保证质量, 否则因氨蒸气不够而降低分离度。
- 备注**
1. 展开时的温度在20~30℃为宜; 温度的变化造成溶剂蒸气等极性的变化, 对色谱中斑点的位置及分离度均有影响。
 2. 与黄连对照药材色谱相应的五个荧光斑点自下而上为: 药根碱+非洲防己碱(含量低, 显浅黄绿色荧光, 量大时为黄色荧光), 巴马汀, 小檗碱, 表小檗碱, 黄连碱(均为黄色荧光)。
 3. 与“黄连”项下的图谱对比, 可见本图谱中(图2—45)供试品1(样品1)所用黄连为云连; 其余供试品2, 3与“味连”相符。
 4. 供试品色谱近前沿处有一弱黄绿色荧光斑点, 与吴茱萸对照药材中的一个斑点相符。
 5. 如按本版药典正文规定的试验条件(即沿用的1985年版的试验条件)得到的图谱见(图2—46)。

T: 29℃ RH: 32%

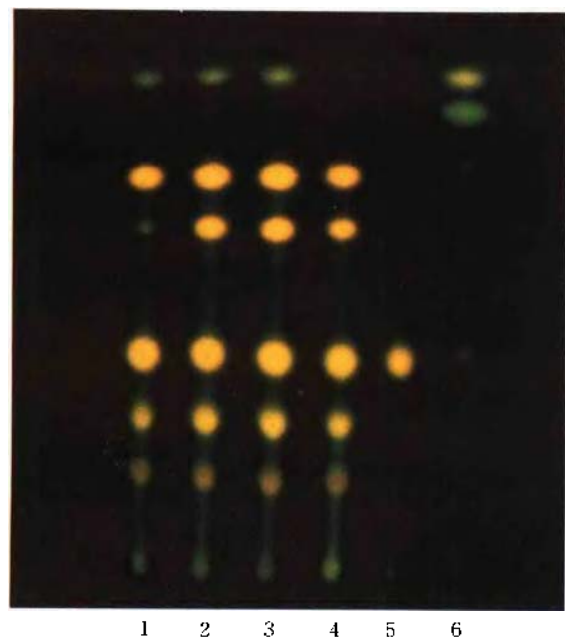


图2—45

T: 29℃ RH: 70%



图2—46

样品:
1~3. 左金丸;
4. 黄连对照药材;
5. 小檗碱;
6. 吴茱萸对照药材*。

样品:
1~3. 左金丸;
4. 小檗碱+吴茱萸*;
5. 小檗碱。

戊己丸

Wuji Wan

黄连、白芍、吴茱萸的薄层鉴别*

- 供试液制备** 取本品0.7g, 加乙醇5ml, 置水浴上回流1小时, 放冷, 滤过, 滤液浓缩至3ml, 作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取黄连, 白芍对照药材*各0.3g, 吴茱萸对照药材*0.1g, 混合后同法制成对照药材溶液。
- 薄层板** 硅胶G自制板; 厚度: 500 μ m
- 点样** 供试品溶液与对照药材溶液及对照品溶液分别点样2 μ l
- 展开剂** 苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(6:3:1.5:1.5:0.5)
- 展开方式** 展开箱一侧槽中加入展开剂; 另侧槽中加入与展开剂等体积的浓氨试液, 共同预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8cm
- 显色** 置紫外光灯(365nm)下检视; 再喷以5%香草醛浓硫酸溶液, 热风吹至斑点显色清晰, 置日光下检视。
- 色谱识别** 供试品色谱与黄连对照药材色谱基本相符, 一个与吴茱萸对照药材色谱相同位置的青色荧光斑点; 喷5%香草醛浓硫酸溶液加热显色后, 与白芍对照药材色谱基本相符。
- 注意事项** 1. 相对湿度控制在47%以下为好。
2. 浓氨试液应保证质量, 否则因氨蒸气不够而降低分离度。
- 备注** 1. 展开时的温度在20~30℃为宜; 温度的变化造成溶剂蒸气等极性的变化, 对色谱中斑点的位置及分离度均有影响。
2. 与黄连对照药材色谱相应的五个荧光斑点自下而上为: 药根碱+非洲防己碱(含量低, 显浅黄绿色荧光, 量大时为黄色荧光), 巴马汀, 小檗碱, 表小檗碱, 黄连碱(均为黄色荧光)。

T: 29℃ RH: 32%

T: 29℃ RH: 32%

样品:

1~3. 戊己丸;

4. 黄连对照药材

+ 吴茱萸对照药材*

+ 白芍对照药材*;

5. 小檗碱+芍药甙。

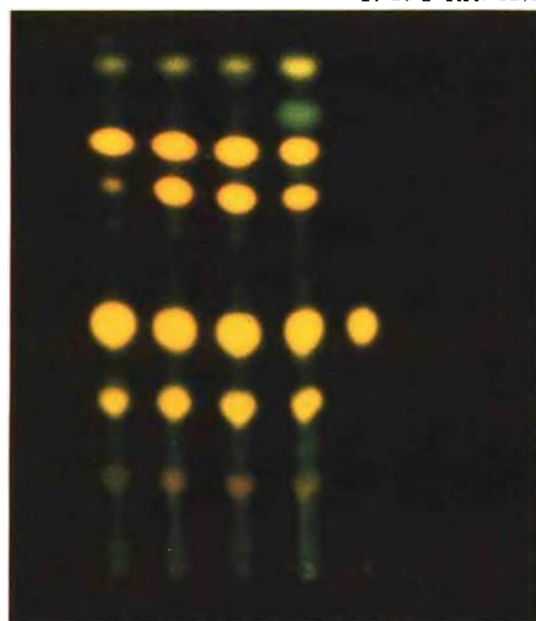


图2-47(显色前, 荧光色谱)

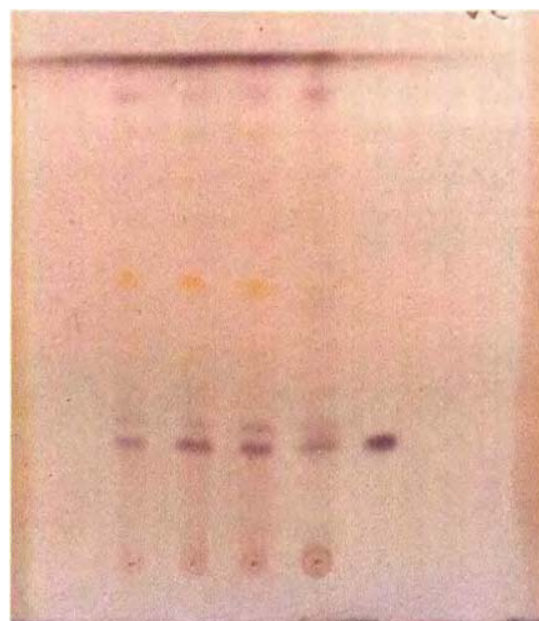


图2-48(显色后, 可见光色谱)

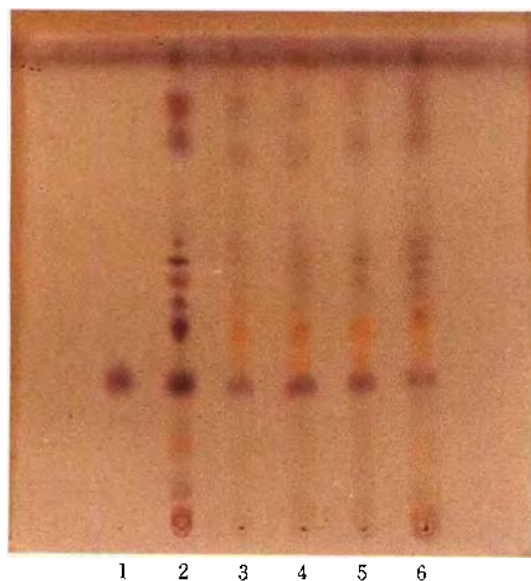
白芍的薄层鉴别*

- 供试液制备** 取本品0.7g, 研碎, 加乙醇10ml, 加热回流1小时, 放冷, 滤过, 滤液作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取芍药甙对照品, 加乙醇制成每1ml含2mg的溶液, 作为对照品溶液; 另取白芍对照药材2g, 加乙醇15ml, 冷浸1小时, 时时振

摇，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇溶解使成0.5ml，作为对照药材溶液。

薄层板 硅胶G自制板；厚度：500 μm
点样 供试品溶液点样10 μl ；对照品溶液与对照药材溶液分别点样2 μl
展开剂 氯仿-醋酸乙酯-甲醇-甲酸(40：5：10：0.2)
展开方式 上行展开；展距：7cm
显色 喷以5%香草醛硫酸溶液，热风吹至斑点清晰，日光下检视。
色谱识别 供试品色谱及白芍对照药材色谱，均显与芍药甙对照品相同的蓝紫色斑点。

T: 27℃ RH: 79%



样品：
 1. 芍药甙
 2. 白芍对照药材*
 3~6. 戊己丸。

图2—49

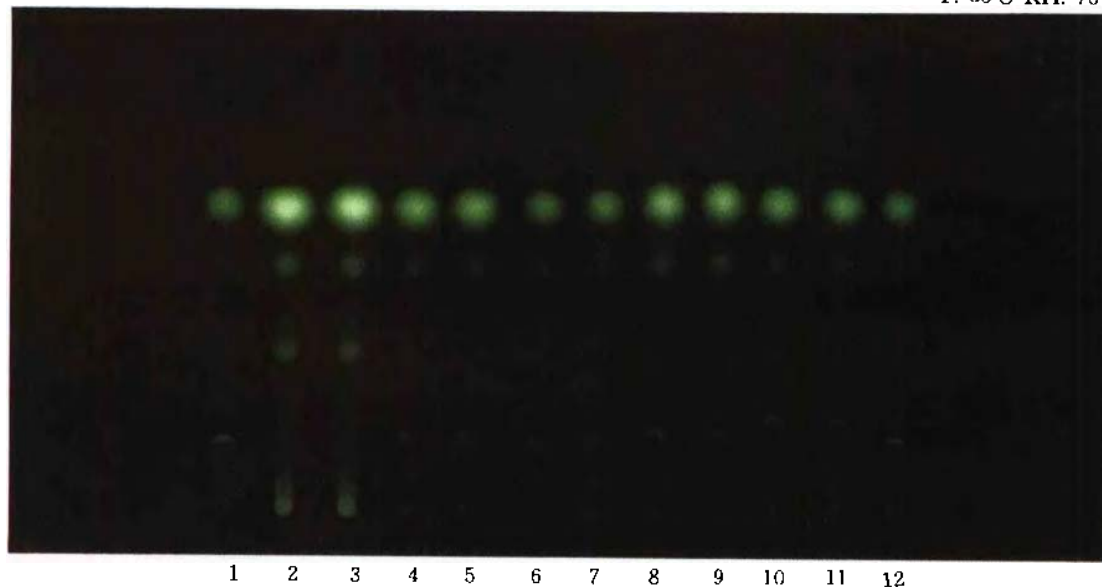
归脾丸

Guipi Wan

当归的薄层鉴别

供试液制备 取本品蜜丸9g(水蜜丸6g)，切碎，加硅藻土5~8g，研匀，烘干，

T: 33℃ RH: 70%



样品：
 1. 12. 当归对照药材*
 2~11. 归脾丸。

图2—50

加正己烷20ml(水蜜丸直接加正己烷)，超声处理15分钟，滤过，滤液浓缩至1ml，作为供试品溶液。

- 对照液制备** 取当归对照药材*1g,加正己烷20ml，同法制成对照药材溶液。
- 薄层板** 硅胶G自制板；厚度: 300 μ m
- 点样** 供试液与对照液分别点样2 μ l
- 展开剂** 正己烷-醋酸乙酯(9 : 1)
- 展开方式** 展开箱预平衡15分钟；上行展开；展距: 7cm
- 显色** 置紫外光灯(365nm)下检视。
- 色谱识别** 供试品色谱中，在与当归对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。
- 注意事项** 展距不宜过长，否则斑点容易扩散。
- 备注** 本色谱放置后斑点荧光逐渐减弱。

川芎和吴茱萸的薄层鉴别

- 供试液制备** 取本品8g，研碎，加乙醚15ml，置水浴上回流 1 小时,滤过，滤液低温挥去乙醚，残渣加醋酸乙酯溶解，使成2ml，作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取川芎对照药材0.8g，吴茱萸对照药材*0.2g,分别加乙醚20ml，置水浴上回流 1 小时，滤过，滤液低温挥去乙醚，残渣加醋酸乙酯溶解，使成1ml，作为对照药材溶液。
- 薄层板** 硅胶G自制板；厚度: 300 μ m
- 点样** 供试液与对照液分别点样3 μ l
- 展开剂** 正己烷-醋酸乙酯(9 : 1)
- 展开方式** 上行展开；展距: 7cm
- 显色** 置紫外光灯(365nm)下检视；再喷以5%三氯化铝乙醇溶液后，置紫外光灯(365nm)下检视。
- 色谱识别** 供试品色谱上部，在与川芎对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点；喷以5%三氯化铝乙醇溶液后，紫外光灯(365nm)下再检视，供试品色谱下部，在与吴茱萸对照药材色谱相应的位置上，显相同的黄白色荧光主斑点。
- 注意事项** 展距不宜过长，否则斑点容易扩散。

华佗再造丸
Huatuo Zaizao Wan

T: 30℃ RH: 75%

样品:
1,12 吴茱萸对照药材*
2,11 川芎对照药材*;
3~10, 华佗再造丸。

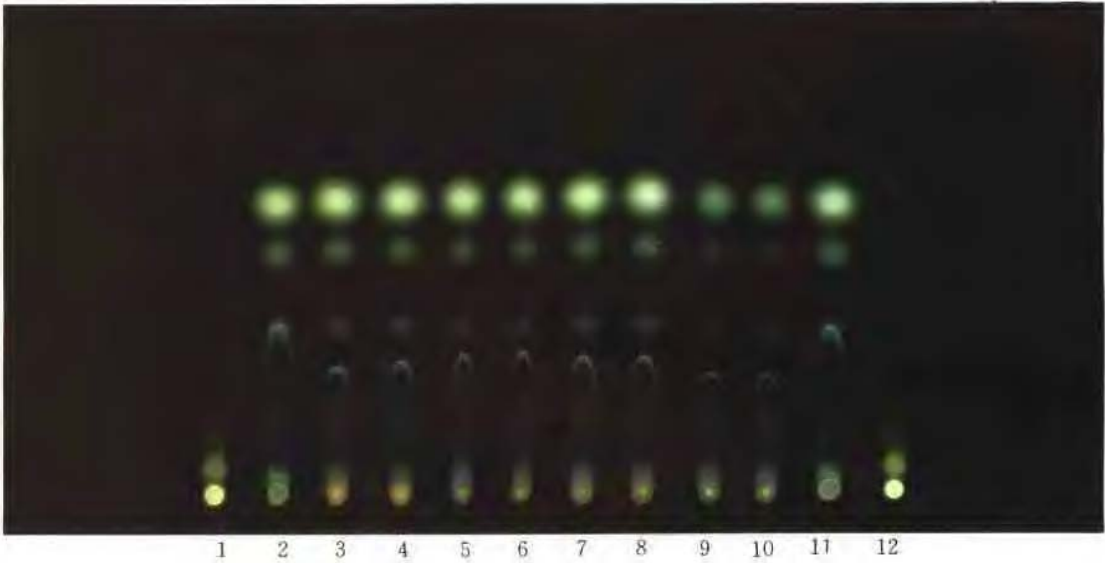
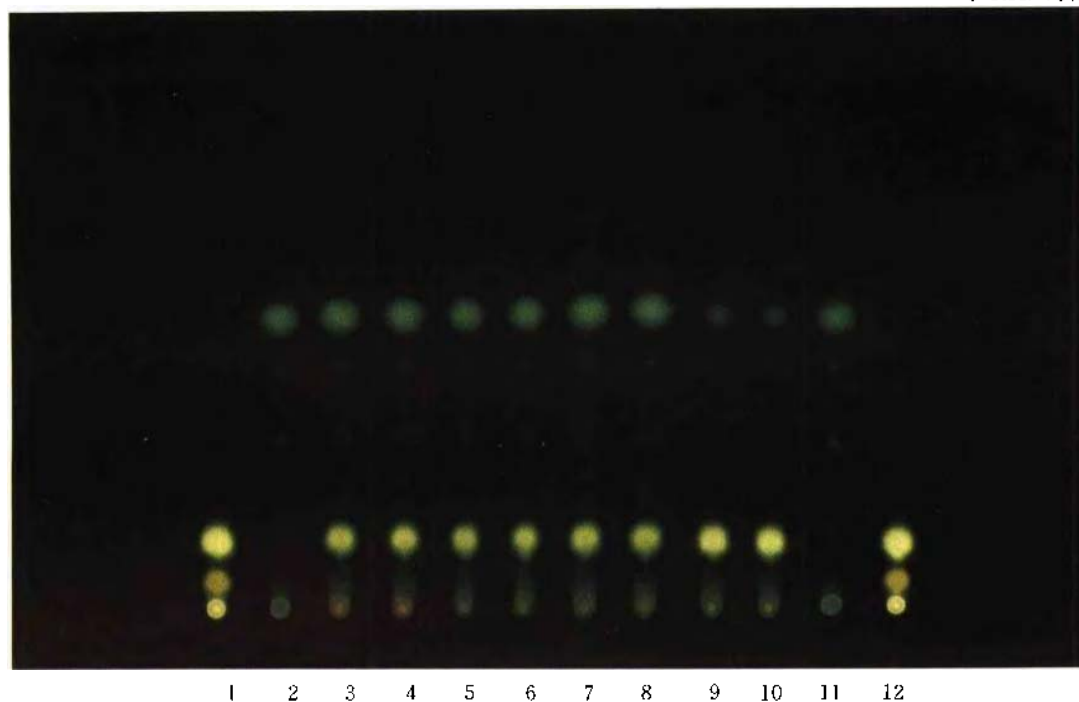


图2—51(喷显色剂前，荧光色谱)

图2-52(喷AlCl₃显色后, 荧光色谱)

样品:

1. 12. 吴茱萸对照药材*;
2. 11. 川芎对照药材*;
- 3~10. 华佗再造丸。

- 备 注**
1. 本色谱放置后斑点荧光逐渐减弱。
 2. 本图谱中, 虽然吴茱萸的荧光斑点位置低, 且未能充分展开, 但在同一板上可检出川芎与吴茱萸, 有一定专属性, 简化了操作过程。

导 赤 丸

Daochi Wan

黄连的薄层鉴别*

- 供试液制备** 取本品1丸, 剪碎, 加硅藻土1g, 置具塞锥形瓶中, 加甲醇10ml, 冷浸1小时, 滤过, 滤液浓缩至1ml, 作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取黄连对照药材50mg, 同法制成对照药材溶液; 再取盐酸小檗碱对照品, 加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液, 作为对照品溶液。
- 薄 层 板** 硅胶G自制板; 厚度: 500 μm
- 点 样** 供试品溶液与对照液分别点样1~2 μl
- 展 开 剂** 苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(6:3:1.5:1.5:0.5)
- 展 开 方 式** 展开箱一侧槽中加入展开剂; 另一侧槽中加入与展开剂等体积的浓氨试液, 共同预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8cm
- 显 色** 置紫外光灯(365nm)下检视。
- 色 谱 识 别** 供试品色谱与黄连对照药材色谱基本相符, 在与小檗碱对照品相应的位置上, 显相同的黄色荧光斑点。
- 注 意 事 项**
1. 相对湿度控制在47%以下为好。
 2. 浓氨试液应保证质量, 否则因氨蒸气不够而降低分离度。
- 备 注**
1. 展开时的温度在20~30℃为宜; 温度的变化造成溶剂蒸气等极性的变化, 对色谱中斑点的位置及分离度均有影响。
 2. 与黄连对照药材色谱相应的五个荧光斑点自下而上为: 药根碱+非洲防己碱(含量低, 显浅黄绿色荧光, 量大时为黄色荧光), 巴马汀, 小檗碱, 表小檗碱, 黄连碱(均为黄色荧光)。
 3. 黄连中药根碱与非洲防己碱因含量低, 在成方制剂中难以检

样品:

- 1~3. 导赤丸;
4. 黄连对照药材;
5. 小檗碱。



图 2—53



图 2—54(样品同图 2—53)

出。

4. 由于本品中所含糖等其他成分的干扰, 有时小檗碱斑点位置与对照品斑点不齐, 如用 C-18 预处理柱净化, 除去干扰, 可提高图谱质量。

5. 本版药典正文所用的实验条件得到的图谱见(图 2—54)。

6. 本图谱中各供试品所用黄连与“味连”相符, 参见“黄连”项下的图谱。

大黄的薄层鉴别*

供试液制备 取本品 1 丸, 切碎, 加硅藻土 1 g, 研匀, 置具塞锥形瓶中, 加甲醇 10 ml, 密塞, 冷浸 1 小时, 时时振摇, 滤过, 取滤液 5 ml, 蒸干, 残渣加水 10 ml 使溶解, 再加盐酸 1 ml, 置水浴上加热 30 分钟, 立即冷却, 用乙醚提取两次, 每次 10 ml, 合并乙醚液, 蒸干, 残渣加氯仿溶解, 使成 1 ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取人黄对照药材 0.1 g, 同法制成对照药材溶液。

薄层板 硅胶 H 加 0.3% 羧甲基纤维素钠水溶液自制板; 厚度: 300 μ m

点样 供试液与对照液分别点样 4 μ l

展开剂 石油醚(30~60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液

展开方式 上行展开; 展距: 7 cm

显色 置紫外光灯(365 nm)下检视; 再置氨蒸气中熏数分钟后, 日光下检视。

色谱识别 紫外光灯(365 nm)下, 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同的五个橙黄色荧光斑点, 经氨蒸气熏后, 置日光下检视, 斑点变为红色。

注意事项 展开剂要新鲜配制, 不要反复使用。

备 注 1. 供试品色谱中, 五个橙黄色荧光斑点, 自下而上依次为: 芦荟大黄素*, 大黄酸, 大黄素, 大黄素甲醚, 大黄酚*。
2. 本展开剂在配制时, 分层现象不易察见, 故尽量吸取上部溶液。
3. 药典正文未设化学对照品。

T: 30℃ RH: 69%

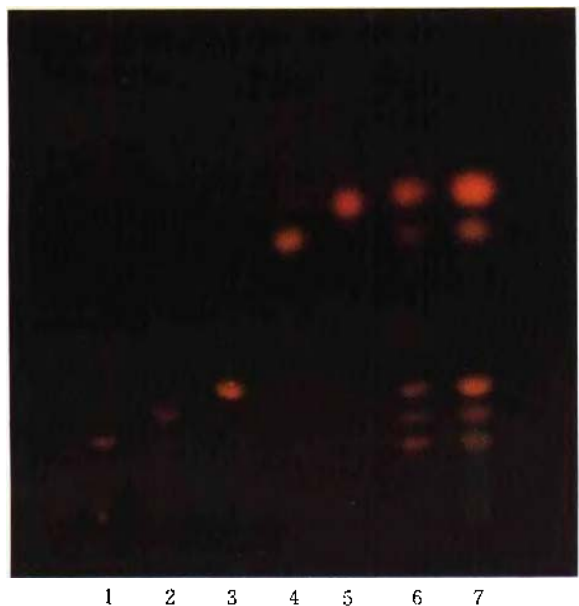


图 2—55

样品:

1. 芦荟大黄素;*
2. 大黄酸;
3. 大黄素;
4. 大黄素甲醚;
5. 大黄酚;*
6. 大黄对照药材;
7. 导赤丸。

T: 31℃ RH: 75%



样品:

1. 大黄对照药材;
- 2~3. 导赤丸。

图 2—56

4. 如按本版药典正文规定的条件(即沿用的1985年版“大黄”的条件)所得的图谱见(图 2—56)。

防风通圣丸

Fangfeng Tongsheng Wan

大黄的薄层鉴别*

供试液制备 取本品粉末3g, 加甲醇20ml, 浸渍10分钟, 滤过, 取滤液10ml, 蒸干, 残渣加水10ml使溶解, 再加盐酸1ml, 置水浴上加热30分钟, 立即冷却, 用乙醚提取两次, 每次10ml, 合并乙醚液, 蒸干, 残渣加氯仿溶解, 使成1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取大黄对照药材0.1g, 同法制成对照药材溶液。

薄层板 硅胶H加0.3% 羧甲基纤维素钠水溶液自制板; 厚度: 300 μm

点样 供试液与对照液分别点样4 μl

展开剂 石油醚(30~60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液

展开方式 上行展开; 展距: 7cm,

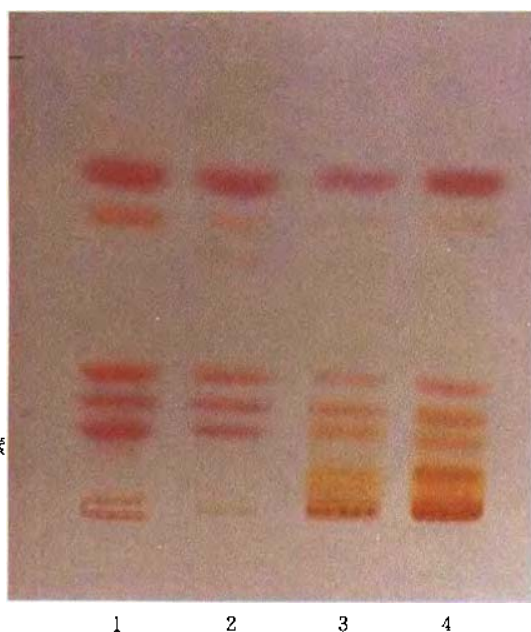
显色 置氨蒸气中熏数分钟后, 日光下检视。

色谱识别 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同的五个红色条斑。

注意事项 展开剂要新鲜配制, 不要反复使用。

- 备 注**
1. 供试品色谱中, 五个红色条斑, 自下而上依次为: 芦荟大黄素,* 大黄酸, 大黄素, 大黄素甲醚, 大黄酚*。
 2. 本展开剂在配制时, 分层现象不易察见, 故尽量吸取上部溶液。
 3. 药典正文未设化学对照品。
 4. 如按本版药典正文规定的条件(即沿用的1985年版的条件)所得的图谱见(图 2—58)。

T: 33℃ RH: 62%

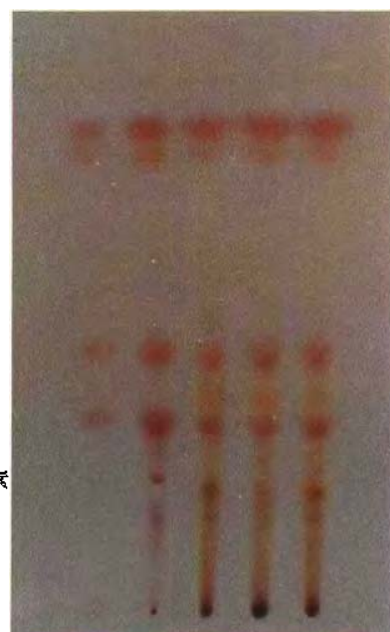


样品:

1. 芦荟大黄素*
+ 大黄酸 + 大黄素
+ 大黄素甲醚
+ 大黄酚;*
2. 大黄对照药材;
3~4. 防风通圣丸。

图 2—57

T: 31℃ RH: 75%



样品:

1. 芦荟大黄素*
+ 大黄酸 + 大黄素
+ 大黄素甲醚
+ 大黄酚;*
2. 大黄对照药材;
3~5. 防风通圣丸。

图 2—58

山茱萸的薄层鉴别

供试液制备 取本品蜜丸9g(水蜜丸6g), 蜜丸切碎, 加硅藻土 4g, 研匀(水蜜丸研碎), 加乙醚40ml, 回流 1 小时, 滤过, 滤液低温挥去乙醚, 残渣加丙酮溶解, 使成1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取熊果酸对照品, 加甲醇制成每1ml含1mg的溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G自制板; 厚度: 500 μ m

点样 供试液点样5 μ l, 对照液点样2 μ l

展开剂 甲苯-醋酸乙酯-冰醋酸(12 : 4 : 0.5)

展开方式 上行展开; 展距: 8cm

显色 喷以硫酸乙醇溶液(3 $\rightarrow$ 10), 105℃加热至斑点显色清晰, 日光下检视。

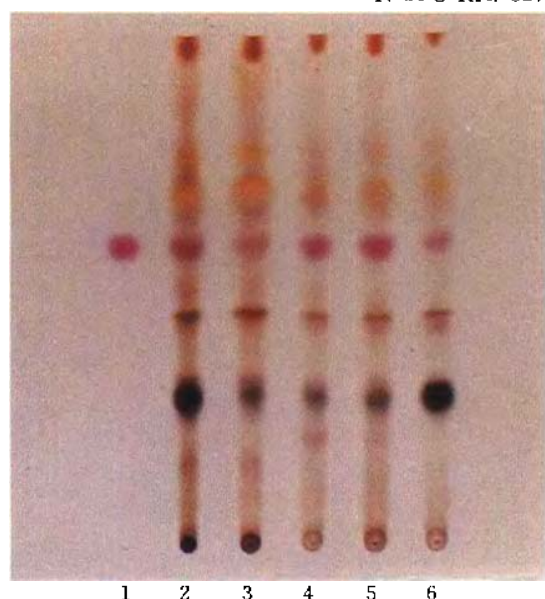
色谱识别 供试品色谱中, 在与熊果酸对照品相应的位置上, 显相同的紫红色斑点。

注意事项 相对湿度控制在70%以上, 分离度较好。

麦味地黄丸

Maiwei Dihuang Wan

T: 31℃ RH: 82%



样品:

1. 熊果酸;
2~6. 麦味地黄丸。

图 2—59

更年安片

Gengnian'an Pian

何首乌的薄层鉴别

供试液制备 取本品16片,除去糖衣,研碎,加甲醇100ml,置水浴上回流1小时,滤过,滤液蒸干,残渣加水10ml使溶解,再加盐酸2ml,置水浴上加热30分钟,立即冷却,用乙醚提取两次,每次10ml,合并乙醚提取液,蒸干,残渣加氯仿溶解使成1ml,作为供试品溶液。

对照液制备 取何首乌对照药材1.5g,同法制成对照药材溶液;另取大黄素,大黄素甲醚对照品,加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液,作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G加0.5%氢氧化钠溶液自制板;厚度:300 μ m

点样 供试品溶液与对照液分别点样2 μ l

展开剂 甲苯-醋酸乙酯-甲酸(15:2:1)

展开方式 展开箱用展开剂预平衡15分钟;上行展开;展距:7 cm

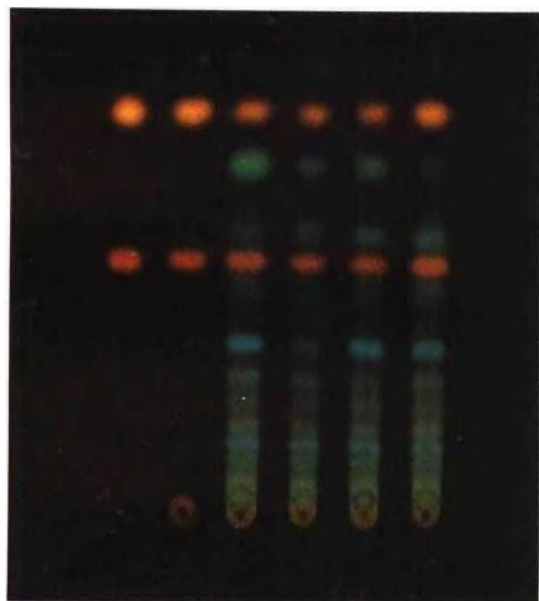
显色 置紫外光灯(365nm)下检视;再用氨蒸气熏数分钟,日光下检视。

色谱识别 供试品色谱中,在与何首乌对照药材色谱相应的位置上,显相同的荧光斑点,分别与大黄素(下;橙红色),大黄素甲醚(上;橙黄色)对照品的荧光斑点相当。氨熏后,日光下斑点变为红色。

注意事项 展开剂配制后,放置约30分钟,吸取上层供使用,以防甲酸带入微量水分的干扰。

备注 何首乌对照药材水解后只能检出两个蒽醌甙元,故可只设对照药材或只设化学对照品。

T: 29℃ RH: 80%



1 2 3 4 5 6

图2-61(荧光色谱)

样品:

1. 大黄素+大黄素甲醚;
2. 何首乌对照药材;
- 3~6. 更年安。

杞菊地黄丸

Qiju Dihuang Wan

山茱萸的薄层鉴别

供试液制备 取本品蜜丸9g(水蜜丸6g),蜜丸切碎,加硅藻土4g,研匀(水蜜丸研碎),加乙醚40ml,回流1小时,滤过,滤液低温挥去乙醚,残渣加丙酮溶解,使成1ml,作为供试品溶液。

对照液制备 取熊果酸对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G自制板;厚度:500 μ m

点样 供试液点样5 μ l,对照液点样2 μ l

展开剂 甲苯-醋酸乙酯-冰醋酸(12:4:0.5)

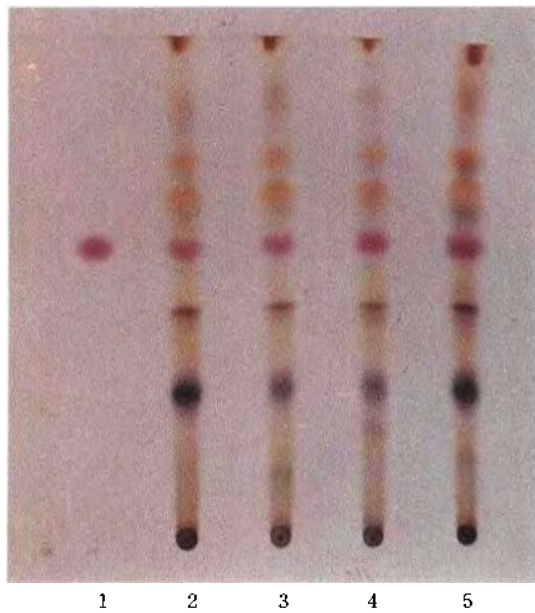
展开方式 上行展开;展距:8 cm

显色 喷以30%硫酸乙醇溶液,105℃加热至斑点显色清晰,日光下检视。

色谱识别 供试品色谱中,在与熊果酸对照品相应的位置上,显相同的紫红色斑点。

注意事项 相对湿度控制在70%以上,分离度较好。

T: 30℃ RH: 78%



样品:
1. 熊果酸;
2~5. 杞菊地黄丸。

图 2—60

人參的薄层鉴别

供试液制备 取本品内容物2g,置乳钵中,加7%硫酸的45%乙醇溶液50ml,充分研磨,离心,取上清液,置锥形瓶中,置水浴上回流1小时,冷却,用石油醚(60~90℃)提取3次,每次15ml,合并提取液,加水10ml洗涤,石油醚液挥干,残渣加甲醇溶解,使成0.5ml,作为供试品溶液。

对照液制备 取人參二醇,人參三醇对照品,加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液,作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G加0.3%羧甲基纤维素钠水溶液的自制板;厚度: 300 μm

点样 供试品溶液与对照品溶液分别点样10 μl

展开剂 苯-丙酮(5:2)

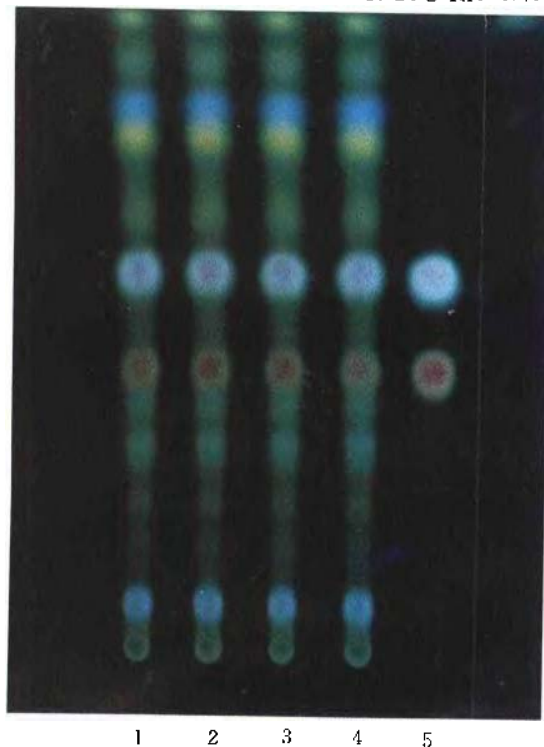
展开方式 展开箱用展开剂预平衡15分钟;上行展开;展距: 8 cm

显色 喷以硫酸乙醇溶液(3→10),在105℃加热数分钟至斑点显色清晰后,置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱中,在与人參二醇(上),人參三醇(下)对照品相应的位置上,显相同的荧光斑点。

备注 展距8cm已满足要求,延长展距,效果未见改善,反而斑点有扩散现象。

样品:
1~4. 龟龄集;
5. 人參二醇+人參三醇。



T: 24℃ RH: 47%

图2—62

龟龄集

Guilingji

人參的薄层鉴别*

供试液制备 取本品内容物2g, 加入乙醚40ml, 超声处理20分钟, 过滤, 弃去滤液, 残渣加水饱和的正丁醇50ml, 超声处理30分钟, 吸取上清液, 加0.5% NaOH溶液振摇洗涤2次, 每次20ml, 再用水洗涤至中性, 正丁醇溶液置水浴上蒸干, 残渣加甲醇溶解, 使成0.5ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取人參对照药材1g, 同法制成对照药材溶液; 取人參皂甙Rb1, Rc, Rg1, 加甲醇制成每1 ml各含2mg的混合溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G自制板; 厚度:500 μ m

点样 供试品溶液与对照品溶液分别点样1~2 μ l

展开剂 氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)10℃以下放置后的下层溶液

展开方式 展开箱用展开剂预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 12~14 cm

显色 喷以硫酸乙醇溶液(1→10), 105℃加热数分钟至斑点显色清晰, 分别置日光及紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱与对照药材的色谱基本相符, 主斑为(自下而上)人參皂甙Rb1, Rc, Rg1。

注意事项 1. 自制薄层板应临用前新鲜活化, 最好新鲜制备, 点样后须在五氧化二磷真空干燥器内放置过夜, 再用一定浓度的硫酸溶液控制所需要的湿度后, 然后展开, 在高湿度环境下尤应注意。
2. 供试品溶液制备中的正丁醇提取液, 用氨试液洗涤的方法处理后, 可减少斑点拖尾。

T: 23℃ RH: 47%

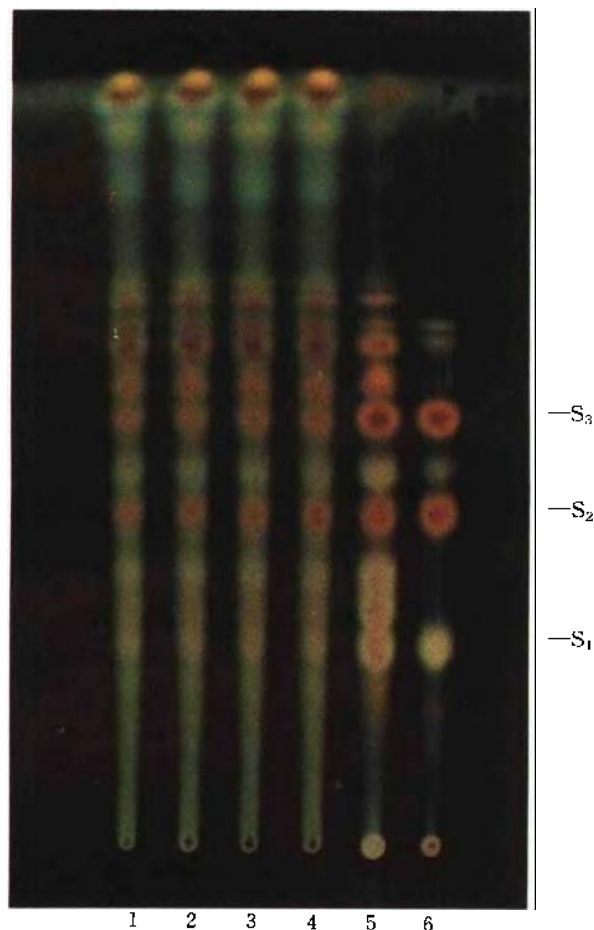


图2—63

备

注

本版药典正文是鉴别水解后所得到的人參二醇及人參三醇见(图2—62); 本图谱是不经水解, 直接鉴别其所含人參的总皂甙的色谱, 并与对照药材相比较, 可更有效地鉴别人參。

T: 33℃ RH: 70%

佛手的薄层鉴别

供试液制备 取本品100ml, 在水浴上蒸去乙醇至无醇味, 放冷, 加水15ml, 分次洗入分液漏斗中, 用乙醚分3次振摇提取(15, 10, 10ml), 合并乙醚提取液, 挥去乙醚, 残渣加乙醇溶解, 使成1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取佛手对照药材1g, 加乙醇10ml, 密塞, 时时振摇, 冷浸过夜, 滤液作为对照药材溶液。

薄 层 板 硅胶G自制板; 厚度: 300 μ m

点 样 供试液与对照药材溶液分别点样5 μ l

展 开 剂 苯-醋酸乙酯(9 : 1)

展 开 方 式 展开箱用展开剂预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8 cm

显 色 置紫外光灯(365nm)下检视。

色 谱 识 别 供试品色谱中, 在与佛手对照药材相应的位置上, 显相同的蓝色荧光斑点。

注 意 事 项 佛手的此特征斑点不稳定, 供试液与对照液新鲜制备, 色谱不宜久贮, 应立即观察。

备 注 用本版药典的条件所得色谱中, 佛手的一个特征斑点与陈皮相互重叠见(图2—64)。

样品:

1. 佛手对照药材;
- 2~4. 国公酒;
5. 陈皮对照药材。

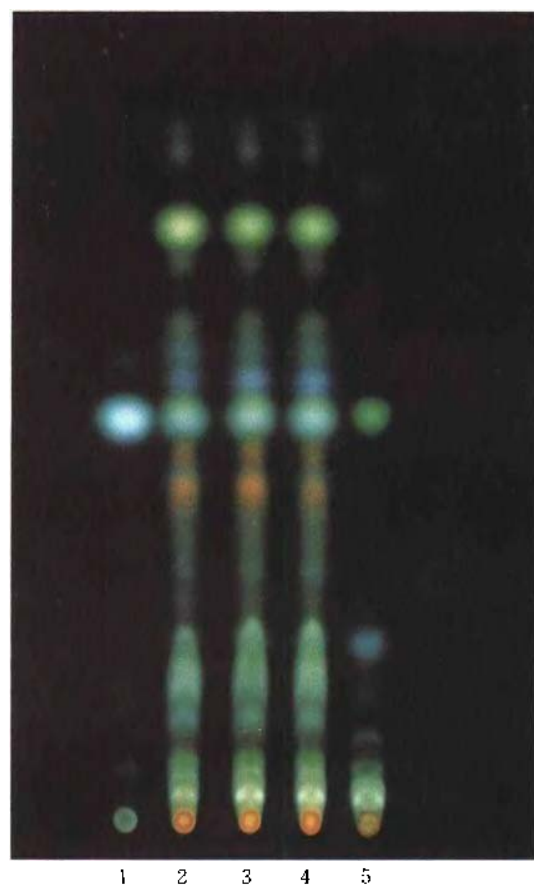


图2·64

佛手的薄层鉴别*

供试液制备 取本品100ml, 在水浴上蒸去乙醇至无醇味, 放冷, 加水15ml, 分次洗入分液漏斗中, 用乙醚分3次振摇

T: 30℃ RH: 73%



图2—65

样品:

1. 佛手对照药材;
2. 当归对照药材*;
3. 川芎对照药材;
4. 陈皮对照药材*;
- 5~7. 国公酒。

T: 32℃ RH: 64%

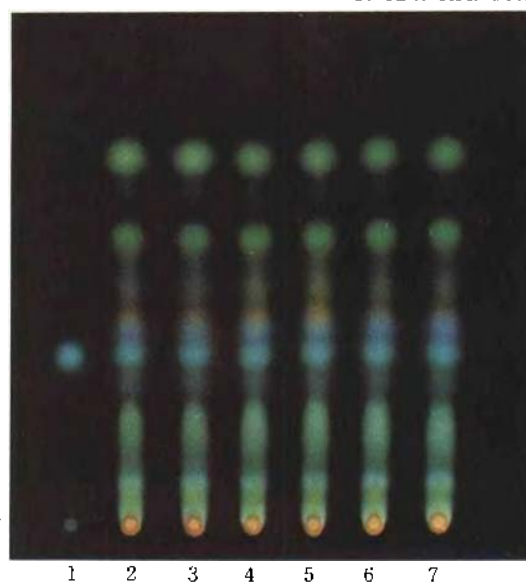


图2—66

样品:

1. 佛手对照药材;
- 2~7. 国公酒。

提取(15, 10, 10ml), 合并乙醚提取液, 挥去乙醚, 残渣加乙醇溶解, 使成1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取佛手对照药材1g, 加乙醇10ml, 密塞, 时时振摇, 冷浸过夜, 滤液作为对照药材溶液。

薄层板 硅胶G自制板; 厚度: 300 μm

点样 供试液点样2 μl ; 对照药材溶液点样0.5 μl

展开剂 石油醚(60~90℃)-醋酸乙酯(5 : 1)

展开方式 展开箱用展开剂预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8cm

显色 置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱中, 在与佛手对照药材相应的位置上, 显相同的蓝色荧光斑点。

注意事项 佛手的此特征斑点不稳定, 供试液与对照液新鲜制备, 色谱不宜久贮, 应立即观察。

备注 用本版药典的原条件所得色谱中, 佛手的一个特征斑点与陈皮相互重叠见(图2—64), 本图谱所显佛手的一个特征斑点可与陈皮区别, 且与当归川芎的荧光斑点互不干扰见(图2—65)。

T: 33℃ RH: 第一次: 64% 第二次: 64%

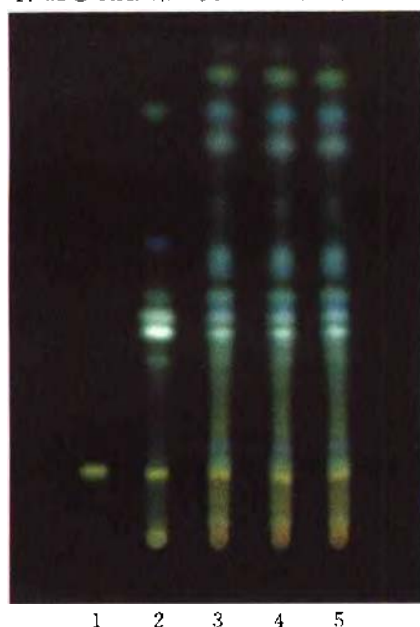


图2—67

样品:

1. 橙皮甙;

2. 陈皮对照药材*;

3~5. 国公酒。

陈皮的薄层鉴别*

供试液制备 取本品100ml, 在水浴上蒸至无醇味, 放冷, 加水15ml分次洗入分液漏斗中, 用醋酸乙酯分3次振摇提取(15, 10, 10ml), 合并醋酸乙酯提取液, 蒸干, 残渣加甲醇溶解, 使成5ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取陈皮对照药材*约300mg, 加乙醇10ml, 温热约1小时, 时时振摇, 滤过, 滤液浓缩成2ml, 作为对照药材溶液; 另取橙皮甙对照品, 加甲醇制成饱和溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G加0.5%氢氧化钠溶液的自制板; 厚度: 300 μm

点样 供试品溶液与对照液分别点样2 μl

展开剂 S—1, 醋酸乙酯-甲醇-水(100 : 17 : 13)

S—2, 甲苯-醋酸乙酯-甲酸-水(20 : 10 : 1 : 1)的上层溶液

展开方式 上行两次展开; 展距: 第一次: 3cm; 第二次: 8cm

显色 喷以1%三氯化铝乙醇溶液, 置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱除观察橙皮甙(Rf值约0.15)荧光斑点外, 在色谱的中部有明显的三个蓝白色荧光主斑点。

备注 1. 本图谱增加陈皮药材对照, 可更有效地鉴别陈皮。

2. 样品供试液制备直接用醋酸乙酯提取, 可以同时检出橙皮甙和陈皮中的三个主要特征斑点, 而且不受陈皮以外的其他药材组分的干扰。

知柏地黄丸

Zhibai Dihuang Wan

黄柏的薄层鉴别

供试液制备 取本品2g, 切碎, 加甲醇5ml, 置水浴上回流15分钟, 滤过, 滤液浓缩至1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取黄柏对照药材0.1g, 同法制成对照药材溶液; 再取盐酸小檗碱对照品, 加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G自制板; 厚度: 500 μm

点样 供试液与对照药材溶液及对照品溶液分别点样1~2 μl

展开剂 苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(6 : 3 : 1.5 : 1.5 : 0.5)

展开方式 展开箱一侧槽中加入展开剂, 另槽加入与展开剂等体积的浓氨试液, 共同预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8 cm

显色 置紫外光灯(365nm)下检视。

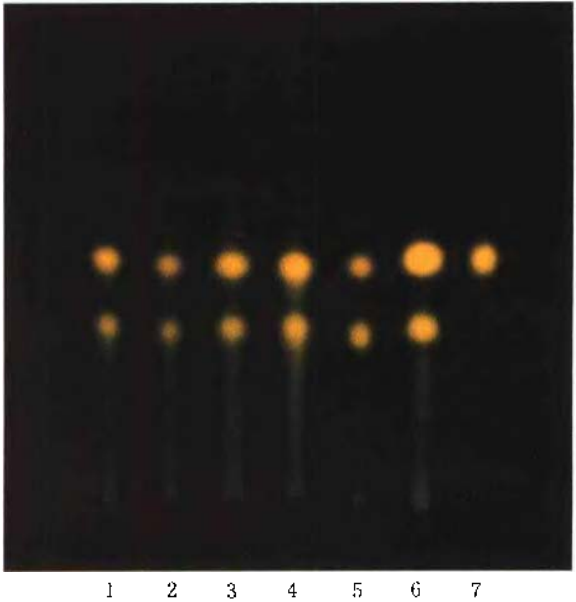
色谱识别 供试品色谱中, 在与对照药材相应的位置上, 显相同的两个黄色荧光斑点; 即小檗碱(上), 巴马汀(下)。

注意事项 参见“黄连”项下。

备注 1. 由于本品中所含糖等其他成分的干扰, 有时小檗碱斑点位置与对照品斑点不齐, 如用C—18预处理柱净化, 除去干扰, 可提高图谱质量(如图)。

2. 因为川黄柏与关黄柏薄层色谱有差异(参见“黄柏”), 故必要时可分别加关黄柏及川黄柏对照药材, 以进一步确认。如本图谱显示二妙丸样品均系关黄柏投料。

T: 31℃ RH: 32%



样品:
1~5. 知柏地黄丸;
6. 黄柏对照药材;
7. 小檗碱。

图2—68

人参的薄层鉴别

供试液制备 取本品5g, 加等量硅藻土研匀, 用7%硫酸的45%乙醇溶液, 充分研磨, 提取3次, 每次25ml, 离心, 取上清液, 置锥形瓶中, 置水浴上回流1小时, 冷却, 用石油醚(60~90℃)提取3次, 每次15ml, 合并提取液, 加水10ml洗涤, 石油醚液挥干, 残渣加甲醇溶解, 使成0.5ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取人参二醇, 人参三醇对照品, 加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G加0.3%羧甲基纤维素钠水溶液的自制板; 厚度: 300 μm

点样 供试品溶液与对照品溶液分别点样10 μl

展开剂 苯-醋酸乙酯(3 : 2)

展开方式 展开箱用展开剂预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8 cm

显色 喷以硫酸乙醇溶液(3 → 10), 在105℃加热数分钟至斑点显色清晰后, 置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱中, 在与人参二醇(上), 人参三醇(下)对照品相应的位置上, 显相同的荧光斑点。

备注 展距8cm已满足要求, 延长展距, 效果未见改善, 反而斑点有扩散现象。

样品:
1~4. 定坤丹;
5. 人参二醇+人参三醇。

定坤丹
Dingkun Dan

T: 25℃ RH: 32%

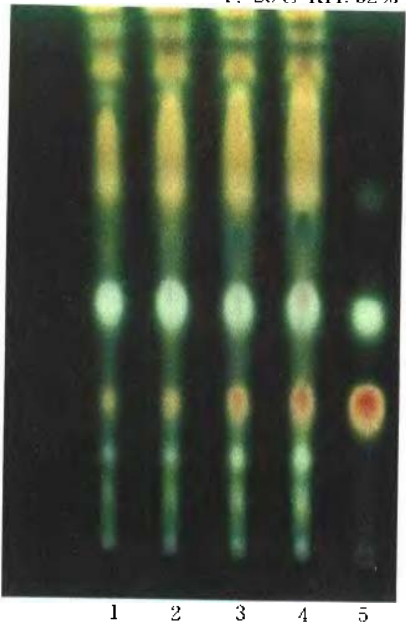


图2 69

参苓白术散

Shenling Baizhu San

人参、甘草的薄层鉴别

供试液制备 取本品4.5g，加氯仿40ml，超声处理20分钟，滤过，弃去滤液，残渣加甲醇50ml，超声处理20分钟，滤过，滤液浓缩至约5ml，加于已处理好的中性氧化铝柱(100~120目,15g,内径10~15mm)上，用40%的甲醇150ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加水30ml使溶解，用水饱和的正丁醇提取2次，每次25ml，合并提取液，用水洗涤3次，每次20ml，正丁醇液置水浴上蒸干，残渣加甲醇溶解，使成1ml，作为供试品溶液。

对照液制备 取人参，甘草对照药材各1g，同法制成对照药材溶液。

薄层板 硅胶G自制板；厚度：500 μm

点样 供试品溶液与对照药材溶液分别点样1~2 μl

展开剂 氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(15：40：22：10) 10℃以下放置后的下层溶液

展开方式 展开箱用展开剂预平衡15分钟；上行展开；展距：12~14cm

显色 喷以硫酸乙醇溶液(1→10)，105℃加热数分钟至斑点显色清晰，分别置日光及紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱中部以下与人参对照药材的色谱相符，主斑为(自下而上)人参皂甙Rb1，Re，Rg1；色谱上部可检出与甘草对照药材色谱中相应的荧光斑点。

注意事项 1. 自制薄层板应临用前新鲜活化，最好新鲜制备，点样后须在五氧化二磷真空干燥器内放置过夜，再用一定浓度的硫酸溶液控制所需要的湿度后，然后展开，在高湿度环境下尤应注意。

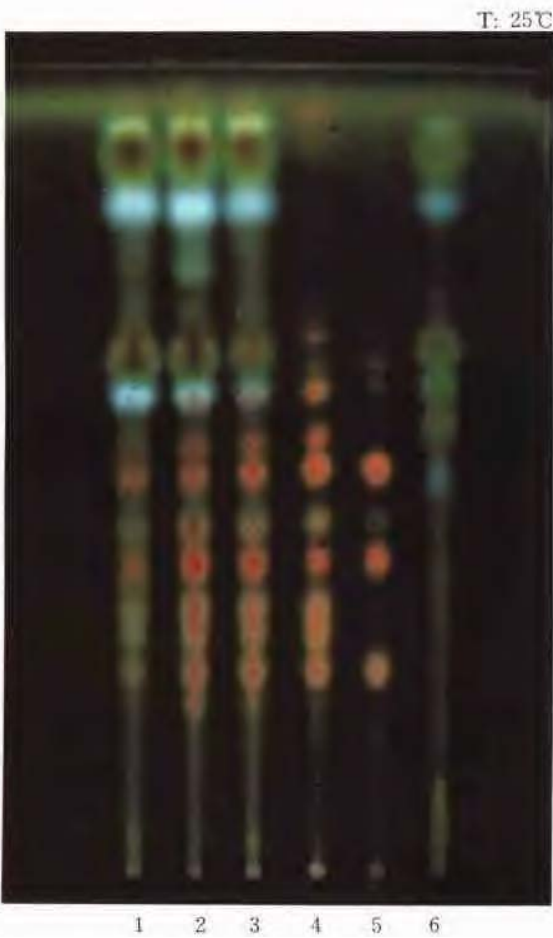


图 2—70(荧光色谱)



图 2—71(可见光色谱)

样品:
1~3. 参苓白术散;
4. 人参对照药材;
5. 人参皂甙Rb1、
Re、Rg1;
6. 甘草对照药材。

2. 供试品溶液制备中的正丁醇提取液，用氨试液洗涤的方法处理后，可减少斑点拖尾。

备 注 本图谱利用一个实验条件，在一块薄层板上检出入参与甘草；如单独鉴别甘草，可参见“甘草”项下的实验条件。为了便于识别，本图谱增加了人参皂甙Rb1，Re，Rg1对照品。

枳实的薄层鉴别

供试液制备 取本品3g，研碎，加甲醇20ml，水浴上回流1小时，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇溶解，使成5ml，滤过，滤液作为供试品溶液。

对照液制备 取枳实对照药材1g，同法制成对照药材溶液；另取辛弗林对照品，加乙醇制成每1ml含2mg的溶液，作为对照品溶液。

薄 层 板 硅胶H加0.3%羧甲基纤维素钠水溶液的自制板；厚度：500 μm

点 样 供试液与对照液分别点样2 μl

展 开 剂 氯仿-丙酮-甲醇-浓氨试液(13：4：3：0.5)

展 开 方 式 展开箱用展开剂预平衡15分钟；上行展开；展距：约12cm

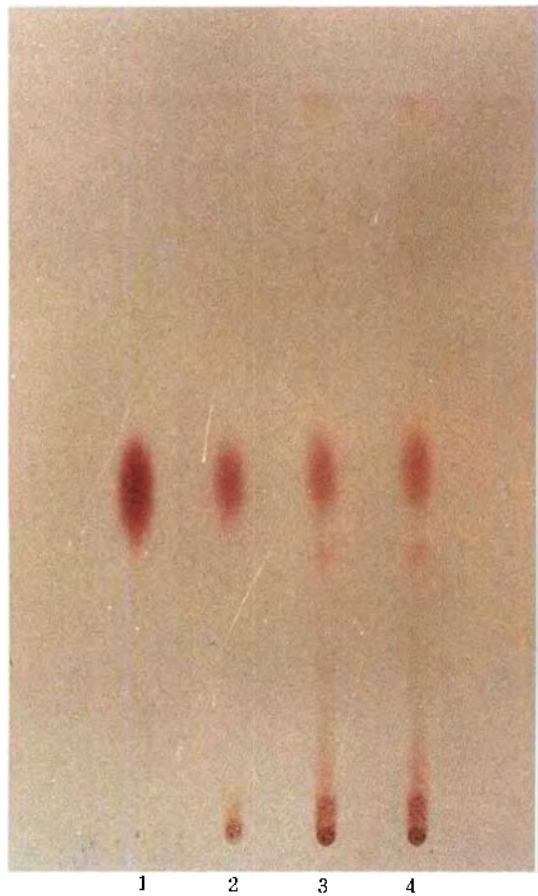
显 色 喷以0.5%茚三酮乙醇溶液，80℃加热至斑点显色清晰。置日光下检视。

色 谱 识 别 供试品色谱中，在与枳实对照药材色谱相应的位置上，显相同的桃红色斑点；在与辛弗林对照品相应的位置上，显相同颜色的斑点。

枳 术 丸

Zhizhu Wan

T: 32℃ RH: 62%



样品：
1. 辛弗林；
2. 枳实对照药材；
3~4. 枳术丸。

图 2 72

T: 30℃ RH: 70%

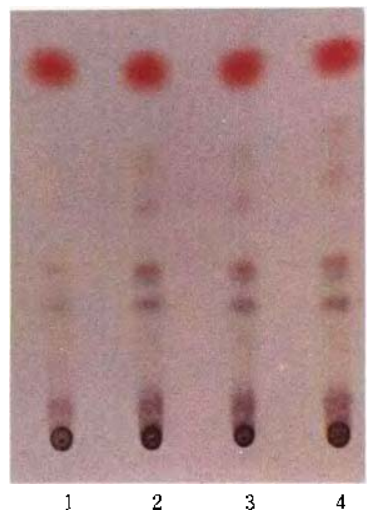
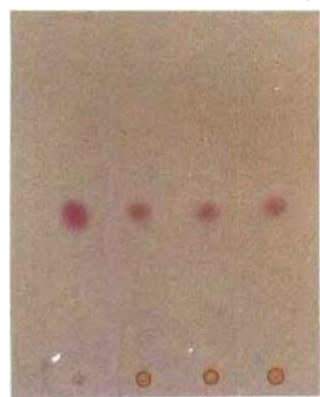


图 2—73(香草醛显色)

样品:

1. 白术对照药材; 2~4. 枳术丸。

T: 16℃ RH: 60%



样品:

1. 白术对照药材;
2~4. 枳术丸。

图 2—74(对二甲氨基苯甲醛显色)

T: 30℃ RH: 70%

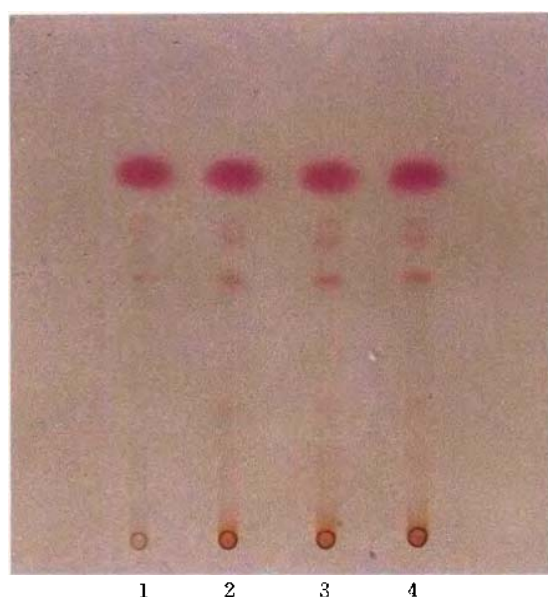


图 2—75(喷显色剂后, 可见光色谱)

T: 30℃ RH: 70%



样品:

1. 白术对照药材;
2~4. 枳术丸。

图 2—76(加热显色后, 荧光色谱)

备 注 本版药典规定的显色温度(105℃加热)太高, 易使板面炭化而变黑, 因此, 本图谱改为80℃加热显色。

白术的薄层鉴别

供试液制备 取本品3g, 研碎, 加乙醚30ml, 置水浴上回流 1 小时, 滤过, 滤液挥干, 残渣加醋酸乙酯溶解使成1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取白术对照药材1g, 同法制成对照药材溶液。

薄 层 板 硅胶G自制板; 厚度: 500 μm

点 样 新鲜制备的供试品溶液与对照药材溶液分别点样3 μl

展 开 剂 石油醚(60--90℃)-醋酸乙酯(50 : 1)

展 开 方 式 展开箱用展开剂预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 约7cm

显 色 喷以5%香草醛硫酸溶液, 热风吹至斑点显色清晰, 日光下检视。

色 谱 识 别 供试品色谱与白术对照药材色谱基本相符, 色谱的上部有一鲜明的桃红色主斑点(苍术酮)(见图2—73)。

注 意 事 项 白术的主要成分(苍术酮)在溶液中不稳定, 因此, 供试液必须新鲜制备, 挥去乙醚, 立即用醋酸乙酯溶解后, 尽快点样、展开、显色。

备 注 1. 苍术酮极不稳定, 难以获得对照品, 但显色后呈一鲜明的桃红色斑点其特征, 易于鉴别。

2. 本图谱在较高室温下展开获得, 故苍术酮斑点位置较高。室温较低时, 苍术酮斑点Rf值稍低, 见(图2—74)。

3. 如用石油醚或正己烷单一溶剂展开, 苍术酮位于色谱的中间位置, 较易观察; 但用正文的展开剂有利于完整色谱的鉴别。如改为两次展开, 色谱斑点更为丰富, 见图2—76。

4. 显色剂也可用5%对二甲氨基苯甲醛的10%硫酸乙醇溶液, 苍术酮显紫红色(图2—74), 并可观察荧光色谱。

白术的薄层鉴别*

供试液制备 取本品3g, 研碎, 加乙醚30ml, 置水浴上回流 1 小时, 滤过, 滤液挥干, 残渣加醋酸乙酯溶解使成1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取白术对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。

薄层板 硅胶H加0.3%羧甲基纤维素钠水溶液的自制板；厚度：300 μm

点样 新鲜制备的供试品溶液与对照药材溶液分别点样3 μl

展开剂 S-1, 石油醚(60~90℃)-醋酸乙酯(10 : 1)
S-2, 环己烷

展开方式 上行两次展开；展距：第一次：4cm；第二次：7cm

显色 喷以5%对二甲氨基苯甲醛的10%硫酸乙醇溶液，约80℃加热数分钟至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 日光下检视，供试品色谱中，在与白术对照药材色谱相应的位置上，显一鲜明的紫红色斑点(苍术酮)；加热并放置后，苍术酮斑点颜色变为紫蓝色；紫外光灯(365nm)下观察，供试品色谱与白术对照药材色谱基本相符。

注意事项 白术的主要成分(苍术酮)在溶液中不稳定，因此，供试液必须新鲜制备，低温挥去乙醚，立即用醋酸乙酯溶解后，尽快点样、展开、显色。

备注 1. 苍术酮极不稳定，难以获得对照品，但显色后呈一鲜明的紫红色斑点是其特征，易于鉴别。
2. 采取二次展开的目的是尽量将色谱中Rf值较低的部分展开，并通过荧光色谱可以给出更多的鉴别特征(图2—76)。
3. 本图谱是在较高室温下展开获得，苍术酮位置较高。
4. 用石油醚或正己烷单一溶剂展开，苍术酮位于色谱的中间位置，较易观察；但从完整色谱的判断，用正文的展开剂较宜。
5. 香草醛硫酸溶液显色，苍术酮显鲜明的桃红色斑点(图2—73)，但荧光色谱不清晰。

大黄的薄层鉴别

供试液制备 取本品粉末0.5g，加甲醇20ml，浸渍10分钟，滤过，取滤液10ml，蒸干，残渣加水10ml使溶解，再加盐酸1ml，置水浴上加热30分钟，立即冷却，用乙醚提取两次，每次20ml，合并乙醚液，蒸干，残渣加氯仿溶解，使成1 ml，作为供试品溶液。

对照液制备 取大黄对照药材0.1g，同法制成对照药材溶液。

薄层板 硅胶H加0.3%羧甲基纤维素钠水溶液的自制板；厚度：300 μm

点样 供试液与对照药材溶液分别点样4 μl

展开剂 石油醚(30~60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15 : 5 : 1)的上层溶液

展开方式 上行展开；展距：7cm

显色 置紫外光灯(365nm)下检视；再置氨蒸气中熏数分钟后，日光下检视。

色谱识别 紫外光灯(365nm)下，供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的五个橙黄色荧光主斑点；经氨蒸气熏后，置日光下检视，斑点变为红色。

注意事项 展开剂要新鲜配制，不要反复使用。

样品:

1. 芦荟大黄素*	2. 大黄对照药材;
+ 大黄酸+ 大黄素	3~6. 枳实导滞丸。
+ 大黄素甲醚+ 大黄酚;*	

枳实导滞丸

Zhishi Daozhi Wan

T: 30℃ RH: 68%

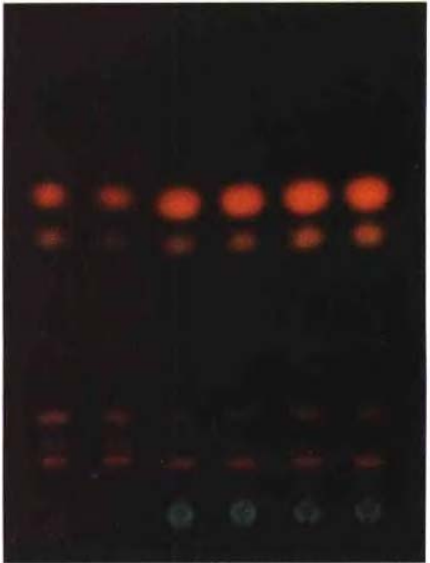


图2—77(荧光色谱)

- 备 注**
1. 供试品色谱中，五个橙黄色荧光斑点自下而上依次为：芦荟大黄素^{*}，大黄酸，大黄素，大黄素甲醚，大黄酚。(样品中可见大黄酸斑点极弱，大黄酚斑点最明显，与所用原药材有关。)
 2. 本展开剂在配制时有不易察见的分层现象，故规定用上层溶液。
 3. 药典正文未设化学对照品。

茴香橘核丸

Huixiang Juhe Wan

木香的薄层鉴别

供试液制备 取本品18g，研细，加乙醚25ml，摇匀，放置过夜，滤过，滤液浓缩至5ml，作为供试品溶液。

对照液制备 取木香对照药材0.5g，加乙醚10ml，摇匀，放置过夜，滤过，滤液作为对照药材溶液。

薄 层 板 硅胶G自制板；厚度：500 μ m

点 样 供试液点样2 μ l；对照液点样5 μ l

展 开 剂 环己烷-丙酮(10：3)

展 开 方 式 上行展开；展距：约7cm

显 色 喷以5%香草醛硫酸溶液；热风吹至斑点显色清晰，日光下检视。

色 谱 识 别 供试品色谱中，在与木香对照药材色谱相应的位置上，显相同的蓝色斑点。

备 注 本版药典正文规定在120℃烘约5分钟显色，经实验比较，斑点轮廓不清晰，背景有污染，故改用上述的加热显色方法。易于掌握。

T: 33℃ RH: 66%

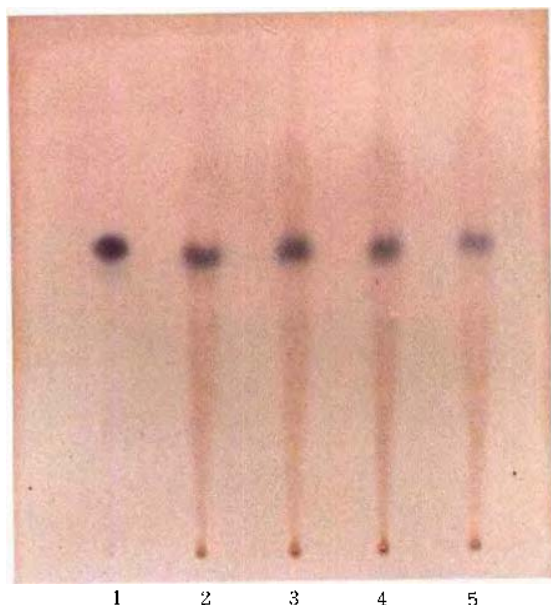


图2 -78

样品:

1. 木香对照药材;
- 2~5. 茴香橘核丸。

香 连 丸

Xianglian Wan

黄连的薄层鉴别

供试液制备 取本品60mg，加甲醇5ml，置水浴上回流15分钟，滤过，滤液浓缩至1ml，作为供试品溶液。

对照液制备 取黄连对照药材50mg，加甲醇10ml，置水浴上回流15分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇溶解，使成1ml，作为对照药材溶液；

再取盐酸小檗碱对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液 作为对照品溶液。

T: 25℃ RH: 18%

- 薄层板** 硅胶G自制板; 厚度: 500 μ m
- 点样** 供试品溶液与对照液分别点样1~2 μ l
- 展开剂** 苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(6 : 3 : 1.5 : 1.5 : 0.5)
- 展开方式** 展开箱一侧槽中加入展开剂; 另侧槽中加入与展开剂等体积的浓氨试液, 共同预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8cm
- 显色** 置紫外光灯(365nm)下检视。
- 色谱识别** 供试品色谱与黄连对照药材色谱基本相符, 在与小檗碱对照品相应的位置上, 显相同的黄色荧光斑点。
- 注意事项** 1. 相对湿度控制在47%以下为好。
2. 浓氨试液应保证质量, 否则因氨蒸气不够而降低分离度。
- 备注** 1. 展开时的温度在20~30℃为宜; 温度的变化造成溶剂蒸气等极性的变化, 对色谱中斑点的位置及分离度均有影响。
2. 与黄连对照药材色谱相应的五个荧光斑点自下而上为: 药根碱+非洲防己碱(含量低, 显浅黄绿色荧光, 量大时为黄色荧光), 巴马汀, 小檗碱, 表小檗碱, 黄连碱(均为黄色荧光)。
3. 本图谱中各供试品所用黄连与“味连”相符, 参见“黄连”项下的图谱。
4. 药典正文规定供试液与对照药材溶液分别制成5ml, 本图谱改为分别制成1ml。

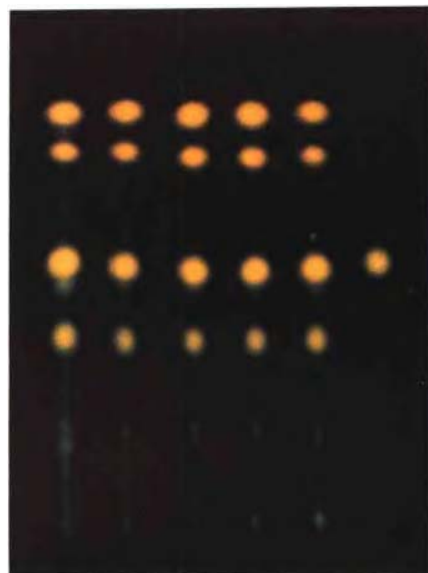


图2-79

样品: 1~4. 香连丸; 5. 黄连对照药材; 6. 小檗碱。

木香的薄层鉴别

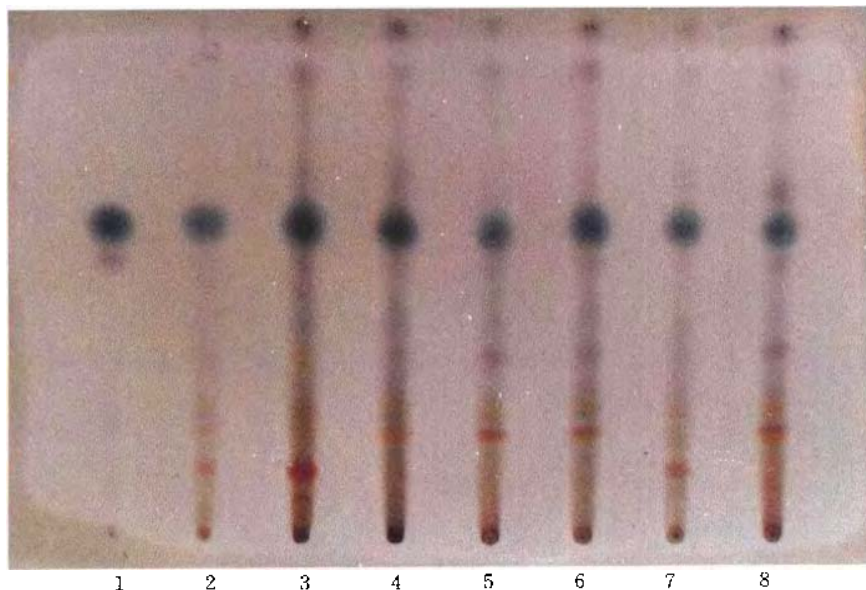
供试液制备 取本品5g, 研细, 加乙醚30ml, 置水浴上回流30分钟, 滤过, 滤液低温挥干乙醚, 残渣加醋酸乙酯溶解, 使成0.5ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取木香对照药材*0.5g, 加乙醚15ml, 同法制成对照药材溶液。

- 薄层板** 硅胶G自制板; 厚度: 500 μ m
- 点样** 供试液点样2 μ l; 对照液点样1 μ l
- 展开剂** 环己烷-丙酮(10 : 3)
- 展开方式** 上行展开; 展距: 约8cm
- 显色** 喷以5%香草醛硫酸溶液; 热风吹至斑点显色清晰, 日光下检视。

色谱识别 供试品色谱中, 在与木香对照药材色谱相应的位置上, 显相同的蓝色斑点。

T: 32℃ RH: 70%



样品:
1. 木香对照药材*;
2~8. 香砂六君丸。

图2-80

香砂六君丸

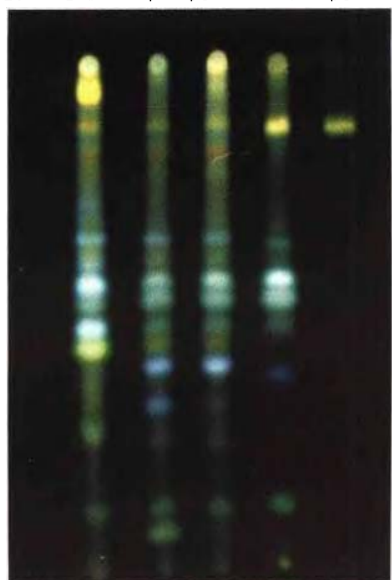
Xiangsha Liujun Wan

T: 30℃ RH: 第一次: 79% 第二次: 79%

备

注

本版药典正文规定在120℃烘约5分钟显色, 经实验比较, 斑点轮廓不清晰, 背景有污染, 故改用上述的加热显色方法, 易于掌握。



1 2 3 4 5

图 2—8J

样品: 2. 陈皮对照药材;
1. 橙皮甙; 3~5. 香砂六君丸。

陈皮的薄层鉴别

供试液制备 取本品12g, 研细, 加乙醇15ml, 置温水中浸渍1小时, 时时振摇, 滤过, 滤液作为供试品溶液。

对照液制备 取陈皮对照药材约300mg, 加乙醇10ml, 温浸约1小时, 时时振摇, 滤过, 滤液浓缩至2ml, 作为对照药材溶液; 另取橙皮甙对照品, 加甲醇制成饱和溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G加0.5%氢氧化钠溶液自制板; 厚度: 300 μm

点样 供试品溶液与对照药材溶液, 对照品溶液分别点样2 μl

展开剂 S-1, 醋酸乙酯-甲醇-水(100:17:13)

S-2, 甲苯-醋酸乙酯-甲酸-水(20:10:1:1)的上层溶液

展开方式 上行两次展开; 展距: 第一次: 3cm; 第二次: 8cm

显色 喷以3%三氯化铝乙醇溶液, 置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱除观察橙皮甙(R_f值约0.15)荧光斑点外, 在色谱的中部与陈皮对照药材相应的位置上显相同的蓝白色荧光斑点。

备注 本图谱增加陈皮药材对照, 可更有效地鉴别陈皮。

香砂养胃丸

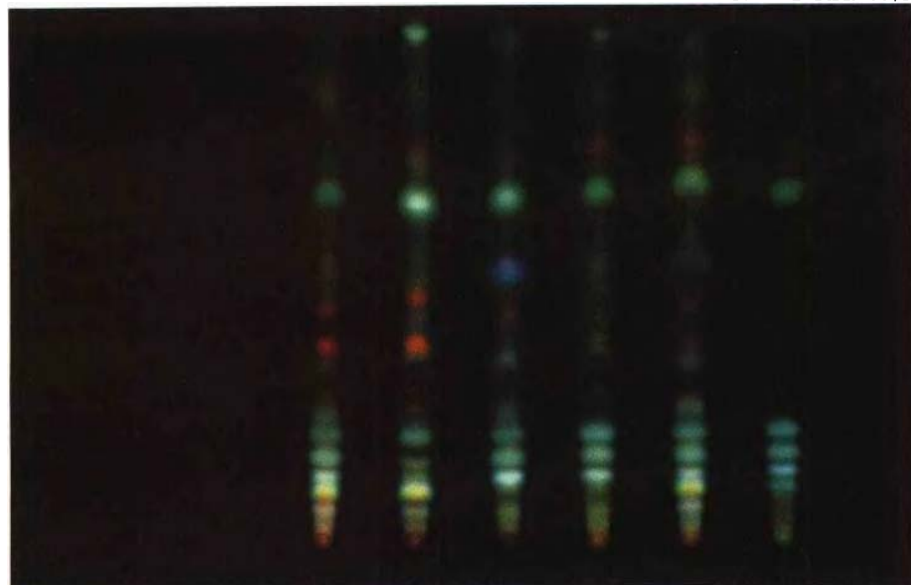
Xiangsha Yangwei Wan

枳实、木香、厚朴的薄层鉴别

供试液制备 取本品8g, 研细, 加乙醚30ml, 置水浴上回流30分钟, 滤过, 滤液低温挥干乙醚, 残渣加醋酸乙酯溶解, 使成1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取枳实、木香对照药材各0.5g, 分别加乙醚15ml, 同法制成对照药材溶液; 再取厚朴酚与和厚朴酚对照品, 加醋酸乙酯制成

T: 33℃ RH: 66%



1 2 3 4 5 6 7 8

图 2—82(荧光色谱)

样品:
1. 木香对照药材;
2. 厚朴酚(上)+和厚朴酚(下);
3~7. 香砂养胃丸;
8. 枳实对照药材。

每1ml各含2mg的混合溶液，作为对照品溶液。

- 薄层板** 硅胶GF254自制板；厚度：500 μ m
- 点样** 供试品溶液与对照药材溶液及对照品溶液分别点样2 μ l
- 展开剂** 环己烷-丙酮(10：3)
- 展开方式** 上行展开；展距：约8cm
- 显色** 置紫外光灯(254nm；365nm)下检视；再喷以5%香草醛浓硫酸溶液，热风吹至斑点显色清晰，日光下检视。
- 色谱识别**
1. 紫外光灯(365nm)下，供试品色谱中，在与枳实对照药材色谱相应的位置上，显相同的蓝绿色荧光斑点。
 2. 紫外光灯(254nm)下，供试品色谱中，在与厚朴酚(上)，和厚朴酚(下)对照品相应的位置上，显相同颜色的荧光淬灭斑点。
 3. 喷显色剂加热显色后，供试品色谱中，在与木香对照药材相应的位置上，显相同的蓝色斑点。

- 备 注**
1. 延长展距，可以提高色谱的分离度，但斑点扩散。
 2. 本品色谱在与木香对照药材的蓝色斑点位置附近有其他成分干扰，故颜色显紫蓝色。
 3. 本图谱所用的展开剂，对欲鉴别的枳实，木香，厚朴各自的成分分离度较差，但可利用同一薄层板同时鉴别三者。

样品：

1. 木香对照药材；
2. 厚朴酚(上)+和厚朴酚(下)；
- 3~7. 香砂养胃丸；
8. 枳实对照药材。

T: 33℃ RH: 66%

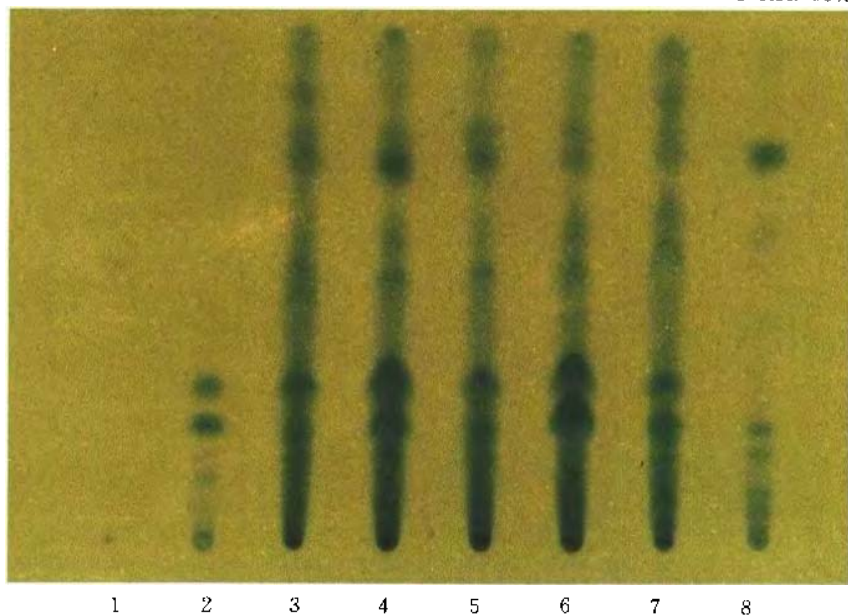


图 2-83(荧光淬灭色谱)

T: 33℃ RH: 66%

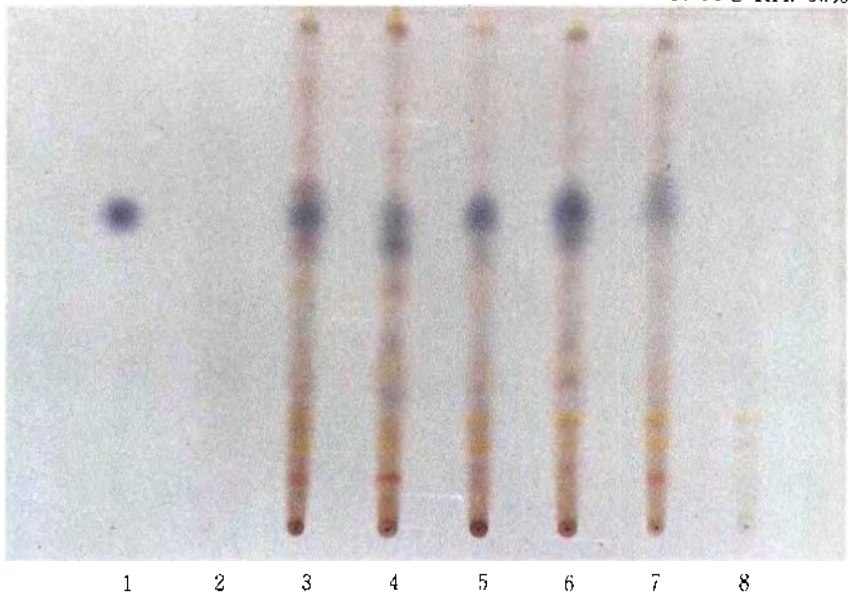


图 2-84(可见光色谱)

样品：

1. 木香对照药材；
2. 厚朴酚(上)+和厚朴酚(下)；
- 3~7. 香砂养胃丸；
8. 枳实对照药材。

保和丸

Baohe Wan

T: 28℃ RH: 第一次: 63% 第二次: 63%

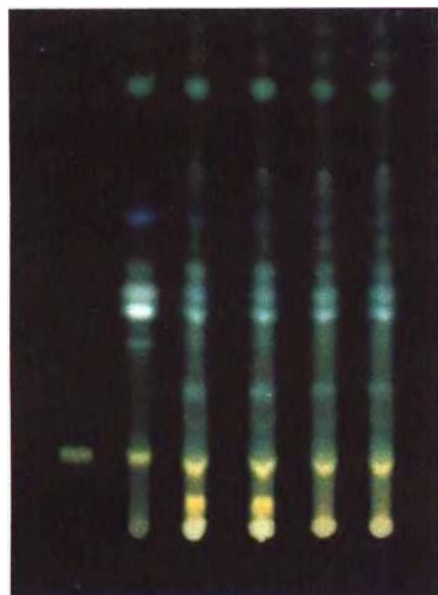


图 2—85

陈皮的薄层鉴别*

- 供试液制备** 取本品5g, 研细, 加甲醇40ml, 置水浴中回流30分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇溶解使成5ml, 滤过, 滤液作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取陈皮对照药材约300mg, 加乙醇10ml, 温浸约1小时, 时时振摇, 滤过, 滤液浓缩至2ml, 作为对照药材溶液; 另取橙皮甙对照品, 加甲醇制成饱和溶液, 作为对照品溶液。
- 薄层板** 硅胶G加0.5%氢氧化钠溶液自制板; 厚度: 300 μm
- 点样** 供试品溶液与对照药材溶液, 对照品溶液分别点样2 μl
- 展开剂** S-1, 醋酸乙酯-甲醇-水(100:17:13)
S-2, 甲苯-醋酸乙酯-甲酸-水(20:10:1:1)的上层溶液
- 展开方式** 上行两次展开; 展距: 第一次: 3cm; 第二次: 8cm
- 显色** 喷以3%三氯化铝乙醇溶液, 置紫外光灯(365nm)下检视。
- 色谱识别** 供试品色谱除观察橙皮甙(Rf值约0.15)荧光斑点外, 在色谱的中部与陈皮对照药材相应的位置上显相同的蓝白色荧光斑点。
- 备注** 1. 本图谱增加陈皮药材对照, 可更有效地鉴别陈皮。
2. 按药典正文规定供试液制备先用石油醚提取, 后再用甲醇提取, 结果陈皮的三个特征荧光斑点较为模糊; 本图谱删去石油醚提取, 直接用甲醇提取。

样品:

1. 橙皮甙;
2. 陈皮对照药材*;
- 3~6. 保和丸。

首乌丸

Shouwu Wan

何首乌的薄层鉴别

- 供试液制备** 取本品2g, 研细, 加甲醇20ml, 超声处理15分钟, 滤过, 加甲醇少量洗涤残渣, 滤过, 合并滤液使成20ml, 取滤液10ml蒸干, 残渣加氯仿溶解, 使成1ml, 作为供试品溶液。
- 对照液制备** 取何首乌对照药材2g, 同法制成对照药材溶液; 另取大黄素甲醚, 大黄素对照品, 加甲醇制成每ml各含1mg的混合溶液, 作为对照品溶液。
- 薄层板** 硅胶G加0.5%氢氧化钠溶液自制板; 厚度: 300 μm
- 点样** 供试品溶液与对照液分别点样2 μl
- 展开剂** 甲苯-醋酸乙酯-甲酸(15:2:1)
- 展开方式** 展开箱用展开剂预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 7cm
- 显色** 置紫外光灯(365nm)下检视; 再置氨蒸气中熏数分钟后, 日光下检视。
- 色谱识别** 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同的橙红色荧光斑点(下, 大黄素)及橙黄色斑点(上, 大黄素甲醚); 氨熏后, 斑点日光下变为红色。
- 注意事项** 展开剂中的甲酸, 有时含有一定的水, 影响分离效果, 故配制后常须放置约半小时待分层, 取上部溶液使用为宜。
- 备注** 1. 本图谱所用对照品是分别配制。
2. 首乌丸样品中除何首乌中的两个蒽醌甙元的荧光斑点外, 尚有其它成分的荧光斑点。

T: 33℃ RH: 60%

T: 20℃ RH: 69%

样品:
1. 大黄素;
2. 大黄素甲醚;
3~4. 何首乌对照药材;
5~6. 首乌丸。

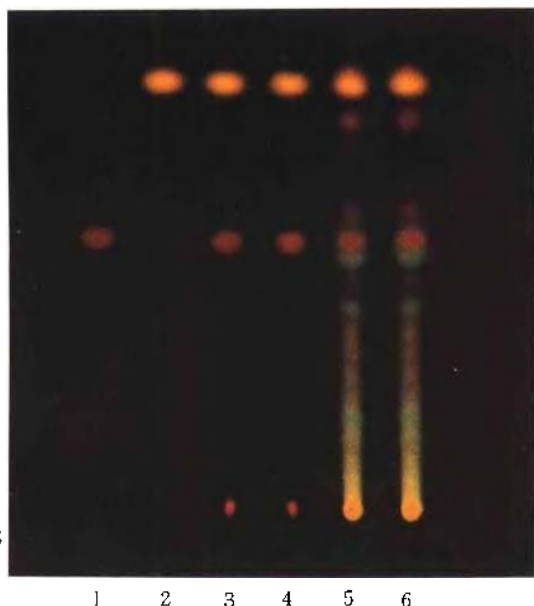


图2—86(荧光色谱)

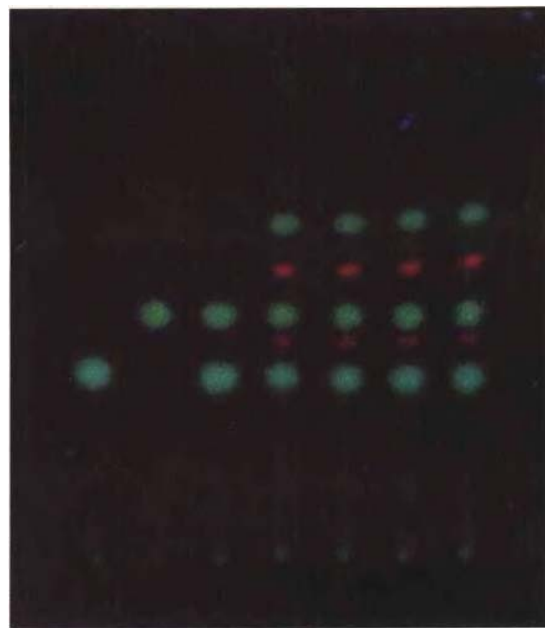


图2—87

补骨脂的薄层鉴别

供试液制备 取上述[鉴别](2)项下甲醇提取液10ml, 蒸干, 残渣加醋酸乙酯2ml使溶解, 溶液加到已处理好的中性氧化铝柱(100~120目, 3g, 内径10mm)上, 用醋酸乙酯10ml洗涤, 收集洗脱液, 蒸干, 残渣加醋酸乙酯溶解, 使成0.5ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取补骨脂素, 异补骨脂素对照品, 分别加甲醇制成每1ml含0.2mg的溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G自制板; 厚度: 300 μ m

点样 供试液与对照液分别点样2 μ l

展开剂 正己烷-醋酸乙酯(8:2)

展开方式 上行展开; 展距: 8cm

显色 喷以10%氢氧化钾甲醇溶液, 再置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱中, 在与补骨脂素(下), 异补骨脂素(上)对照品相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

备注 氧化铝处理后, 补骨脂素以下的斑点被除去, 未经氧化铝处理的补骨脂原药材图谱见“补骨脂”。

样品:

1. 补骨脂素;
2. 异补骨脂素;
3. 补骨脂素
+ 异补骨脂素;
4~7. 首乌丸。

何首乌的薄层鉴别

供试液制备 取本品内容物约4g, 加甲醇20ml, 冷浸过夜, 滤过, 滤液置水浴上蒸干, 残渣加5%氢氧化钠溶液5ml使溶解, 移入分液漏斗中, 加盐酸酸化, 用醋酸乙酯10ml提取, 分取醋酸乙酯层, 作为供试品溶液。

对照液制备 取何首乌对照药材2g, 同法制成对照药材溶液; 另取大黄素甲醚, 大黄素对照品, 加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液, 作为对照品溶液。

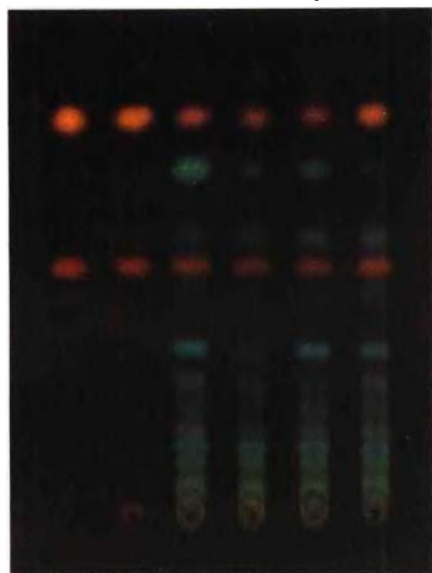
薄层板 硅胶G加0.5%氢氧化钠溶液自制板; 厚度: 300 μ m

点样 供试品溶液与对照液分别点样5 μ l

养血生发胶囊

Yangxue Shengfa Jiaonang

T: 29℃ RH: 80%



1 2 3 4 5

图 2—88 (荧光色谱)

展开剂 甲苯-醋酸乙酯-甲酸(15:2:1)

展开方式 展开箱用展开剂预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 7cm

显色 置紫外光灯(365nm)下检视; 再置氨蒸气中熏数分钟后, 日光下检视。

色谱识别 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同的橙红色荧光斑点(下, 大黄素)及橙黄色斑点(上, 大黄素甲醚); 氨熏后, 斑点日光下变为红色。

注意事项 展开剂中的甲酸, 有时含有一定的水, 影响分离效果, 故配制后常须放置约半小时待分层, 取上部溶液使用为宜。

备注 本图谱中除蒽醌式元的斑点外, 尚有其它成分的荧光斑点。

样品:

1. 大黄素+大黄素甲醚;
2. 何首乌对照药材;
- 3~6. 养血生发胶囊。

桂附地黄丸

Guifu Dihuang Wan

桂枝的薄层鉴别

供试液制备 取本品蜜丸 9 g(水蜜丸 6 g), 剪碎, 加乙醚 10 ml, 振摇 15 分钟, 放置 1 小时, 滤过, 滤液挥去乙醚, 残渣加丙酮溶解, 使成 1 ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取桂皮醛对照品, 加乙醇制成每 1 ml 含 1 μ l 的溶液, 作为对照品溶液。

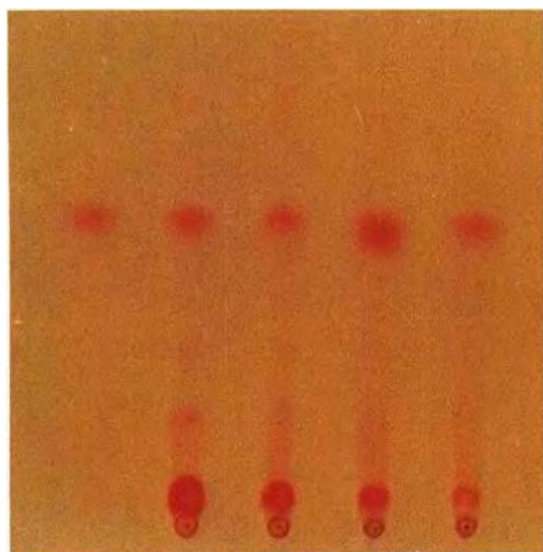
薄层板 硅胶G自制板; 厚度: 500 μ m

点样 供试液点样 6 μ l; 对照液点样 2 μ l

展开剂 石油醚(30~60℃)-醋酸乙酯(17:3)

展开方式 上行展开; 展距: 5~7cm

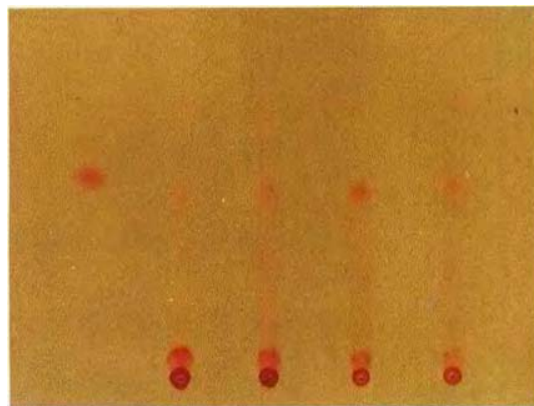
T: 25℃ RH: 50%



1 2 3 4 5

图 2—89

T: 25℃ RH: 50%



1 2 3 4 5

图 2—90

样品: (图 2—89)

1. 桂皮醛;
- 2~5. 桂附地黄丸(乙醚提取)。

样品: (图 2—90)

1. 桂皮醛;
- 2~5. 桂附地黄丸(乙醇提取)。

显色 喷以2, 4-二硝基苯肼甲醇溶液, 日光下检视。

色谱识别 供试品色谱中, 在与桂皮醛对照品相应的位置上, 显相同的橙色斑点。

备注 1. 本版药典采用乙醇浸渍提取, 过滤后取滤液直接点样的方法制备供试液, 由于点样量大(15 μ l)使点样困难, 而且桂皮醛斑点不明显; 如(图2-90), 因此, 本图谱改用上述方法制备, 不但点样量减少至6 μ l, 而且桂皮醛斑点也较清晰。

2. 显色剂配制方法: 取2, 4-二硝基苯肼试药1g, 加浓硫酸2ml溶解, 再用甲醇稀释至100ml即得。

山茱萸的薄层鉴别*

供试液制备 取本品蜜丸9g(水蜜丸6g), 切碎, 加乙醚15ml, 振摇15分钟, 放置1小时, 滤过, 滤液低温挥去乙醚, 残渣加丙酮溶解, 使成1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取熊果酸对照品, 加甲醇制成每1ml含1mg的溶液, 作为对照品溶液。

T: 30℃ RH: 78%

薄层板 硅胶G自制板; 厚度: 500 μ m

点样 供试液点样4~6 μ l, 对照液点样2 μ l

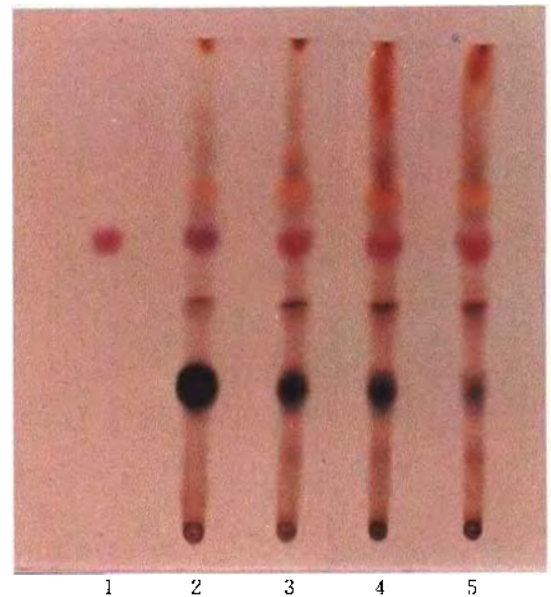
展开剂 甲苯-醋酸乙酯-冰醋酸(12:4:0.5)

展开方式 上行展开; 展距: 8cm

显色 喷以硫酸乙醇溶液(3 $\rightarrow$ 10), 105℃加热至斑点显色清晰, 日光下检视。

色谱识别 供试品色谱中, 在与熊果酸对照品相应的位置上, 显相同的紫红色斑点。

注意事项 相对湿度控制在70%以上, 分离度较好。



样品:
1. 熊果酸;
2~5. 桂附地黄丸。

图2-91

甘草的薄层鉴别

供试液制备 取本品9g, 加硅藻土4.5g, 加水50ml, 研匀, 再加水50ml, 搅拌约20分钟, 离心, 残渣用水50ml洗涤后, 再离心一次, 残渣60℃干燥2小时, 置索氏提取器中, 加乙醇70ml, 置水浴上回流提取至无色, 放冷, 滤过, 滤液浓缩至近干, 残渣加乙醇溶解, 使成1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取甘草对照药材0.5g, 同法制成对照药材溶液; 再取甘草酸铵对照品, 加甲醇制成每1ml含2mg的溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G加1%氢氧化钠溶液的自制板; 厚度: 500 μ m

点样 供试品溶液与对照液分别点样1~2 μ l

展开剂 醋酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(30:2:2:4)

展开方式 展开箱用展开剂预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8cm

显色 喷以硫酸乙醇溶液(1 $\rightarrow$ 10), 105℃加热数分钟, 至斑点显色清

桂附理中丸

Guifu Lizhong Wan

晰，置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱与甘草对照药材的色谱基本相符；甘草酸位于色谱的下部。

注意事项 1. 展开温度在28℃以上，色谱分离效果较好，否则分离度较差。

2. 甘草酸显色较其它斑点慢，加热显色需稍长时间。

备注 1. 本品供试液制备时难以抽滤，可改用离心的方法。

2. 本图谱所用供试液是经C-18预处理柱净化，先用水淋洗继用甲醇洗脱，收集甲醇洗脱部分，蒸干，残渣用乙醇溶解至1 ml的溶液。

3. 从所得图谱可以判断不同厂家的样品所用甘草原料质量互有差异(图中样品1~5与6~10为两组不同厂家的样品)。

T: 29℃ RH: 18%

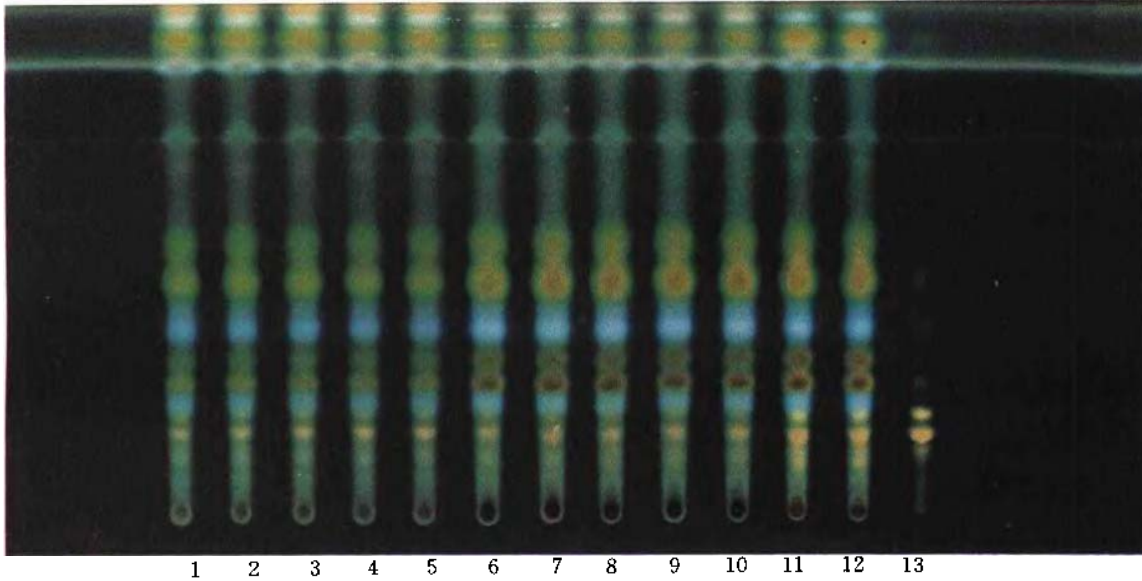


图2—92 (显色后，荧光色谱)

T:29℃ RH:18%

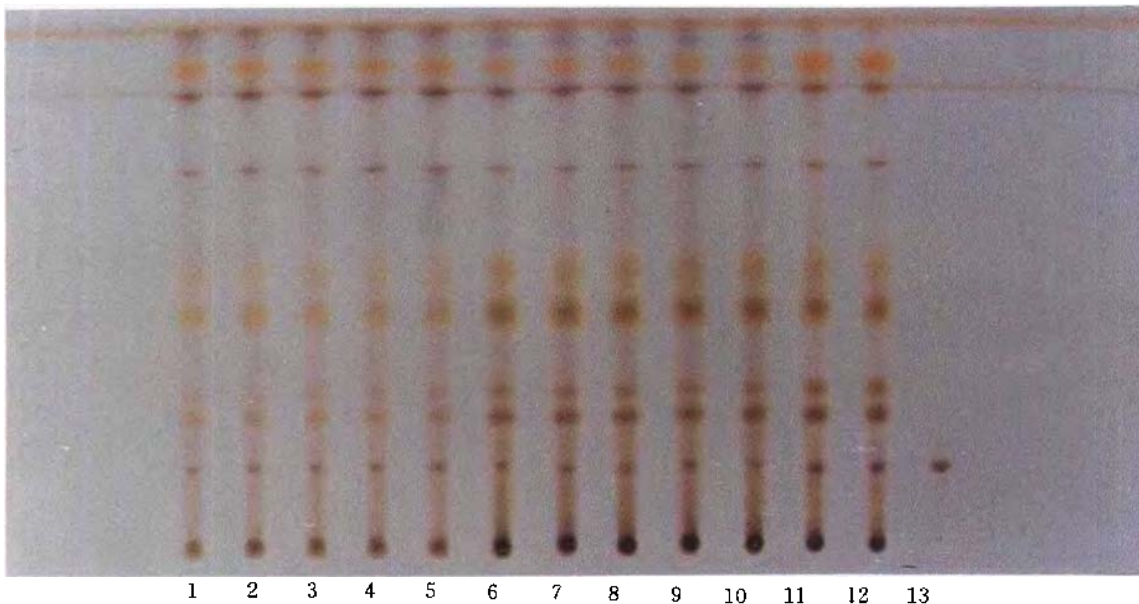


图2—93 (显色后，可见光色谱)

样品:

1~10. 桂附理中丸;
11~12. 甘草对照药材;
13. 甘草酸。

桂枝的薄层鉴别

供试液制备 取本品1丸, 剪碎, 加乙醚20ml, 振摇15分钟, 放置1小时, 滤过, 滤液挥去乙醚, 残渣加丙酮溶解, 使成5ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取桂皮醛对照品, 加乙醇制成每1ml含1 μ l的溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G加0.3%羧甲基纤维素钠水溶液自制板; 厚度: 300 μ m

T: 29℃ RH: 75%

点样 供试品溶液点样10~15 μ l; 对照品溶液点样2 μ l

展开剂 石油醚(60~90℃)-醋酸乙酯(17:3)

展开方式 上行展开; 展距: 5~7cm

显色 喷以2, 4-二硝基苯肼甲醇溶液, 日光下检视。

色谱识别 供试品色谱中, 在与桂皮醛对照品色谱相应的位置上, 显相同的橙色斑点。

备 注 1. 本版药典采用乙酸乙酯加热回流的方法制备供试液, 本图谱改用上述方法制备, 目的是避免加热提取, 减少杂质干扰。

2. 不同样品的色谱中桂皮醛斑点大小不一致, 与投料原药材质量, 贮藏时间均有关系。

3. 显色剂配制方法: 取2, 4-二硝基苯肼试药1g, 加硫酸2ml溶解, 再用甲醇稀释至100ml即得。

样品: 1. 桂皮醛; 2~4. 桂附理中丸。

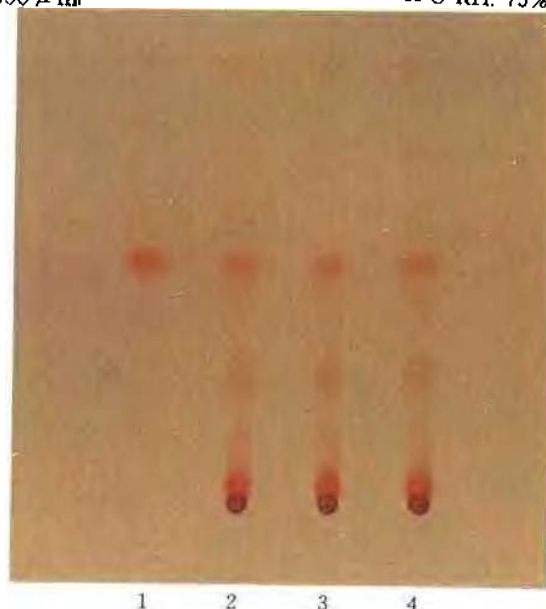


图2-94

陈皮的薄层鉴别

供试液制备 取本品1.5g, 加乙醇5ml, 搅匀, 温热约1小时, 时时振摇, 滤过, 滤液作为供试品溶液。

对照液制备 取陈皮对照药材*约0.3g, 加乙醇10ml, 温浸约1小时, 时时振摇, 滤过, 滤液浓缩成2ml, 作为对照药材溶液; 另取橙皮甙对照品, 加甲醇制成饱和溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G加0.5%氢氧化钠溶液的自制板; 厚度: 300 μ m

点样 供试品溶液与对照药材, 对照品溶液分别点样2 μ l

展开剂 S-1, 醋酸乙酯-甲醇-水(100:17:13)

S-2, 甲苯:醋酸乙酯-甲酸-水(20:10:1:1)的上层溶液

展开方式 上行两次展开; 展距: 第一次: 3cm; 第二次: 8cm

显色 喷以3%三氯化铝乙醇溶液, 置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱除观察橙皮甙(R_f值约0.15)荧光斑点外, 在色谱的中部与陈皮对照药材相应的位置上显相同的蓝白色荧光斑点。

备 注 本图谱增加陈皮药材对照, 可更有效地鉴别陈皮。

样品:

1. 橙皮甙;

2. 陈皮对照药材*;

3~5. 蛇胆陈皮散。

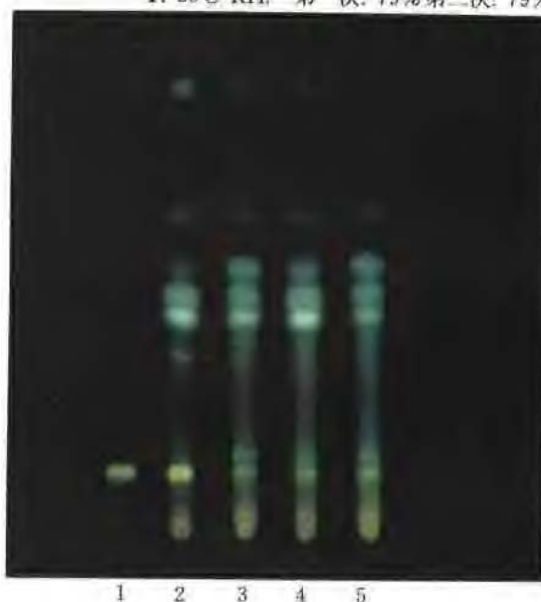


图2-95

蛇胆陈皮散

Shedan Chenpi San

T: 30℃ RH: 第一次: 79% 第二次: 79%

清宁丸

Qingning Wan

大黄的薄层鉴别*

供试液制备 取本品0.3g, 剪碎, 加甲醇20ml, 浸渍1小时, 滤过, 取滤液5ml, 蒸干, 残渣加水10ml使溶解, 再加盐酸1ml, 置水浴上加热30分钟, 立即冷却, 用乙醚提取两次, 每次10ml, 合并乙醚液, 蒸干, 残渣加氯仿溶解, 使成1ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取大黄对照药材0.1g, 同法制成对照药材溶液。

薄层板 硅胶H加0.3%羧甲基纤维素钠水溶液自制板; 厚度: 300 μ m

点样 供试液与对照液分别点样4 μ l

展开剂 石油醚(30~60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液

展开方式 上行展开; 展距: 7cm

显色 置紫外光灯(365nm)下检视; 再置氨蒸气中熏数分钟后, 日光下检视。

色谱识别 紫外光灯(365nm)下, 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同的五个橙黄色荧光主斑点; 经氨蒸气熏后, 置日光下检视, 斑点变为红色。

注意事项 展开剂要新鲜配制, 不要反复使用。

备注 1. 供试品色谱中, 五个橙黄色荧光斑点, 自下而上依次为: 芦荟大黄素*, 大黄酸, 大黄素, 大黄素甲醚, 大黄酚*。
2. 本展开剂在配制时, 分层现象不易察见, 故尽量吸取上部溶液。
3. 如按本版药典正文规定的条件(即沿用的1985年版的条件)所得的图谱见(图2-97)

T: 30℃ RH: 69%

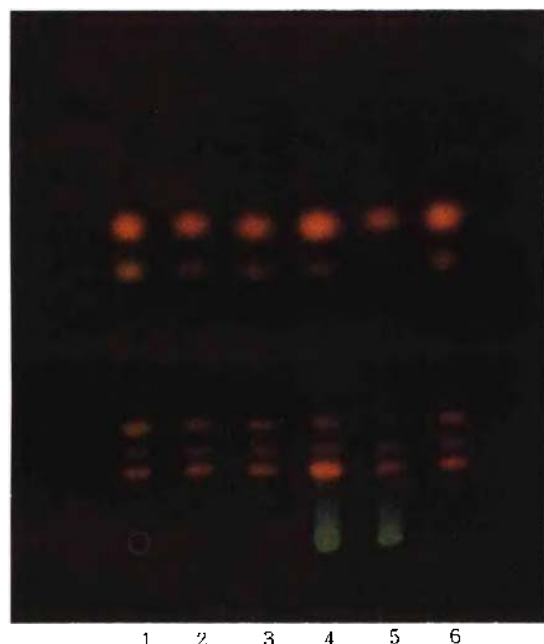


图2-96 (荧光色谱)

T: 18℃ RH: 74%

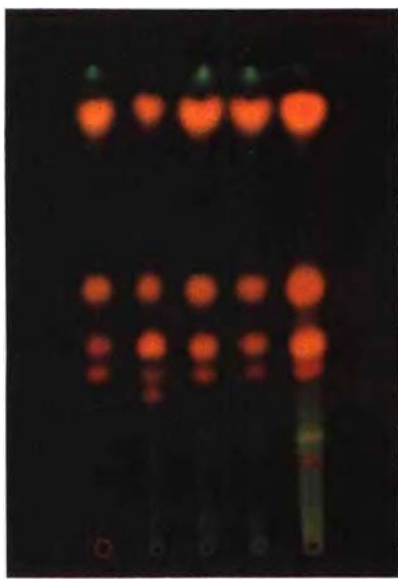


图2-97 (荧光色谱)

样品: (图2-96)

1. 芦荟大黄素*+大黄酸
+大黄素+大黄素甲醚+大黄酚*;
2~3. 大黄对照药材;
4~6. 清宁丸。

样品: (图2-97)

1. 芦荟大黄素*+大黄酸
+大黄素+大黄素甲醚+大黄酚*;
2. 大黄对照药材;
3~5. 清宁丸。

断血流片

Duanxueliu Pian

断血流的薄层鉴别

供试液制备 取本品2片, 研细, 加甲醇10ml, 置水浴上回流30分钟, 滤过, 滤液加于已处理好的中性氧化铝柱(100~120目, 10g, 内径: 10~15mm)上, 用40%甲醇100ml洗脱, 收集洗脱液, 置水浴上蒸干, 残渣用水30ml使溶解, 用水饱和的正丁醇提取2次, 每次

20ml, 合并正丁醇液, 用水洗涤 2 次, 每次 20ml, 弃去水液, 正丁醇液置水浴上蒸干, 残渣加甲醇溶解使成 1 ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取断血流皂甙对照品, 加乙醇制成每 1 ml 含 2 mg 的溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G加 1 % 氢氧化钠溶液的自制板; 厚度: 500 μ m

点样 供试品溶液与对照品溶液分别点样 2 μ l

展开剂 氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)10℃以下放置后的下层溶液

展开方式 展开箱用展开剂预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8 cm

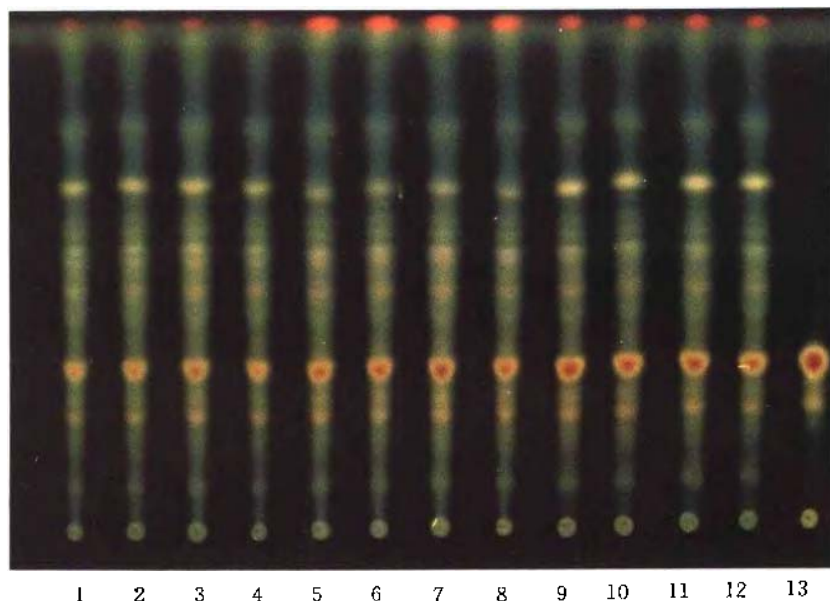
显色 喷以硫酸乙醇溶液(1→10), 110℃加热数分钟, 至显色清晰后, 置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱中在与断血流皂甙对照品相应的位置上, 显相同的棕红色荧光斑点。

注意事项 展开前须用展开剂预平衡, 展开剂尽量在低温放置分层, 展开时宜在较低湿度下进行。

备注 参见断血流图谱(图1-77)

T: 25℃ RH: 58%



样品:
1~12. 断血流片;
13. 断血流皂甙。

图 2-98

陈皮的薄层鉴别

供试液制备 取本品 1 丸, 加硅藻土 10g, 研匀, 加入适量水研磨后, 抽滤, 滤渣置红外灯下烤干, 加甲醇 10ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液浓缩至 3ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取陈皮对照药材*约 0.3g, 加乙醇 10ml, 温浸约 1 小时, 时时振摇, 滤过, 滤液浓缩成 2ml, 作为对照药材溶液; 另取橙皮甙对照品, 加甲醇制成饱和溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G加 0.5 % 氢氧化钠溶液的自制板; 厚度: 300 μ m

点样 供试品溶液与对照药材, 对照品溶液分别点样 2 μ l

展开剂 S-1, 醋酸乙酯-甲醇-水(100:17:13)

S-2, 甲苯-醋酸乙酯-甲酸-水(20:10:1:1)的上层溶液

展开方式 上行两次展开; 展距: 第一次: 3cm; 第二次: 8cm

显色 喷以 3 % 三氯化铝乙醇溶液, 置紫外光灯(365nm)下检视。

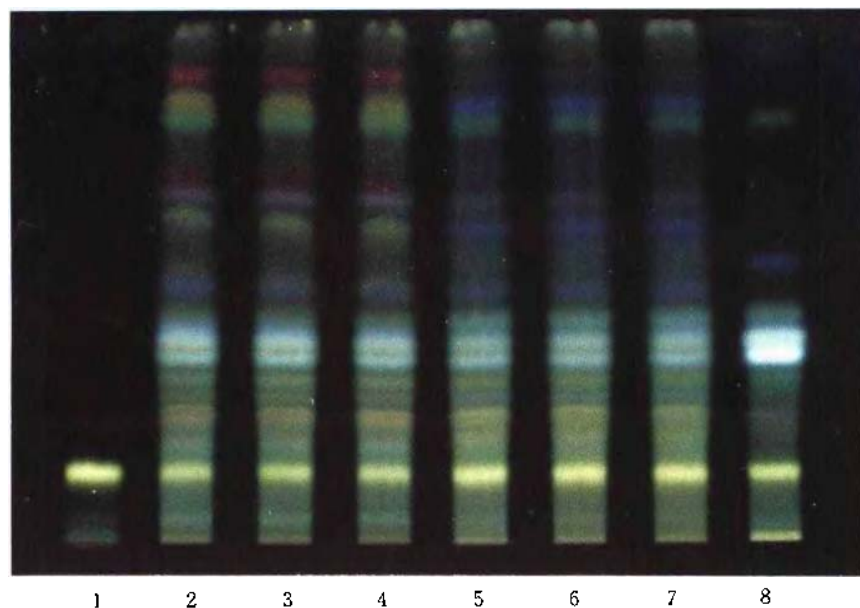
色谱识别 供试品色谱除观察橙皮甙(Rf值约为 0.15)荧光斑点外, 在色谱的中部在与陈皮对照药材色谱相应的位置上, 显三个蓝白色荧光主斑点。

备注 1. 本图谱增加陈皮药材对照, 可更有效地鉴别陈皮。

舒肝丸

Shugan Wan

T: 20℃ RH: 第一次: 52% 第二次: 52%



样品:

1. 橙皮甙;
- 2~7. 舒肝丸;
8. 陈皮对照药材*。

图 2—99

2. 本图谱所用供试液, 由药典正文规定的取样 3 丸, 改为 1 丸, 甲醇相应减少, 最后制成 3ml, 点样量减为 2 μ l; 供试液制备加入适量水研磨后抽滤, 然后用甲醇提取残渣, 目的是除去成药中糖对色谱的干扰。

3. 图谱中样品 2~4 与 5~7, 色谱整体观察, 不尽一致, 为不同厂家的产品。

厚朴的薄层鉴别

供试液制备 取[鉴别](3)项下剩余的甲醇提取液, 蒸干, 加稀盐酸溶液 40ml 使溶解, 用氯仿提取 3 次, 每次 20ml, 合并氯仿液, 用 2% 氢氧化钠溶液提取 3 次, 每次 20ml, 合并碱液, 加盐酸调节至 pH1~2, 用氯仿提取 3 次, 每次 20ml, 合并氯仿液, 水洗, 氯仿液用无水硫酸钠脱水后, 蒸干, 残渣加甲醇溶解, 使成 2ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取厚朴酚与和厚朴酚对照品, 加甲醇分别制成每 1ml 含 2mg 和 1mg 的溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶 GF254 自制板; 厚度: 500 μ m

点样 供试液与对照液分别点样 3 μ l

展开剂 氯仿-苯-醋酸乙酯 (5 : 4 : 1)

展开方式 上行展开; 展距: 8cm

显色 置紫外光灯 (254nm) 下检视; 再喷以 5% 香草醛硫酸溶液, 热风吹至斑点显色清晰。

色谱识别 供试品色谱中可检出与厚朴酚(上), 和厚朴酚(下)相对应的荧光淬灭斑点 (UV254nm), 喷以 5% 香草醛硫酸溶液热风加热后, 日光下, 呈相同颜色的斑点。

注意事项 相对湿度控制在 70% 以上为好。

备注 不同厂家的样品, 厚朴酚与和厚朴酚的含量不同; 此外, 可见光色谱尚显示不同厂家的商品互有差异, 可能与所投原料药材有关。

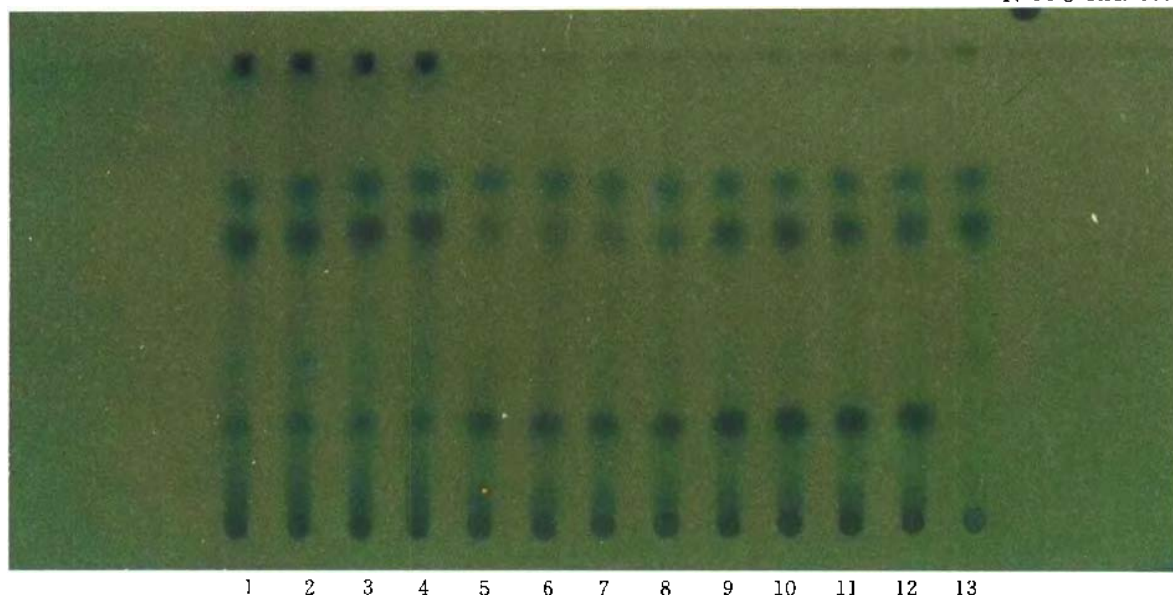


图2 100(显色前, 荧光淬灭色谱)

样品:
1~12. 舒肝丸;
13. 和厚朴酚
+ 厚朴酚。

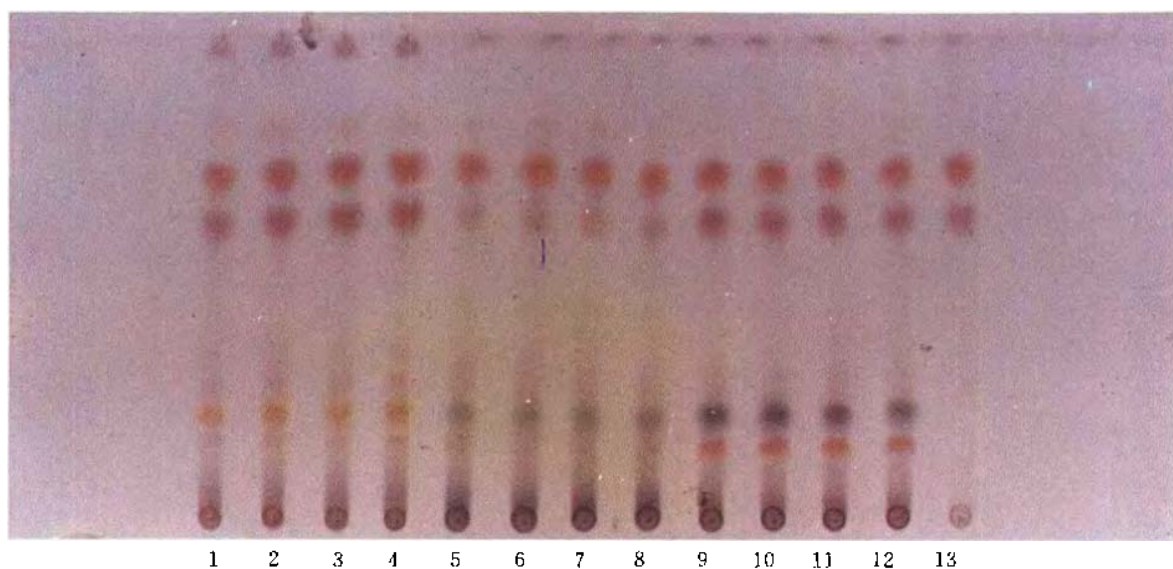


图2—101(显色后, 可见光色谱)

厚朴的薄层鉴别*

供试液制备 取[鉴别](3)项下剩余的甲醇提取液, 蒸干, 加稀盐酸溶液40ml使溶解, 用氯仿提取3次, 每次20ml, 合并氯仿液, 用2%氢氧化钠溶液提取3次, 每次20ml, 合并碱液, 加盐酸调节至pH1~2, 用氯仿提取3次, 每次20ml, 合并氯仿液, 水洗, 氯仿液用无水硫酸钠脱水后, 蒸干, 残渣加甲醇溶解, 使成2ml, 作为供试品溶液。

对照液制备 取厚朴酚与和厚朴酚对照品, 加甲醇分别制成每1ml含2mg和1mg的溶液, 作为对照品溶液。

薄层板 硅胶GF254加1%氢氧化钠溶液自制板; 厚度: 500 μm

点样 供试液与对照液分别点样3 μl

展开剂 苯-醋酸乙酯(9:1.5)

展开方式 上行展开; 展距: 8cm

T: 29℃ RH: 88%

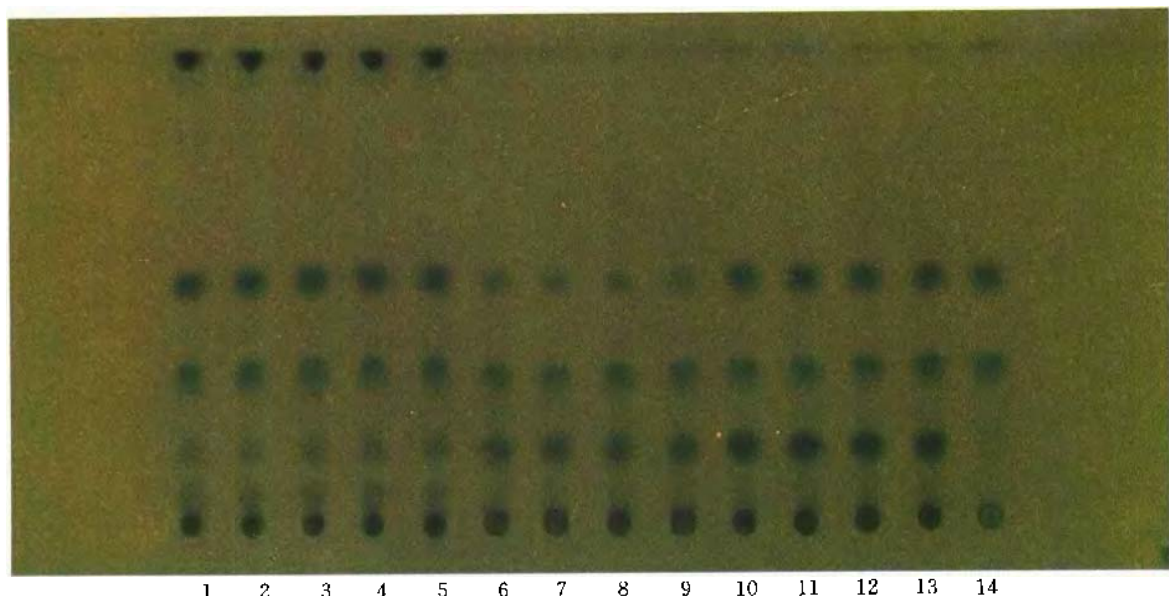


图 2—102(显色前, 荧光淬灭色谱)

T: 29℃ RH: 88%

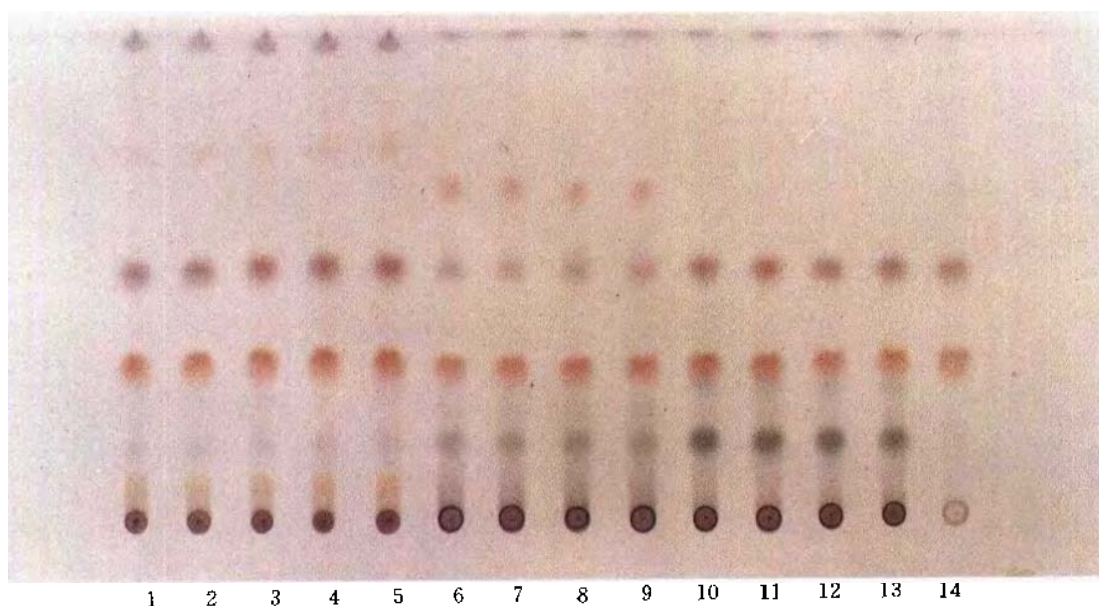


图 2—103(显色后, 可见光色谱)

样品:
1~13. 舒肝丸;
14. 和厚朴酚
+厚朴酚。

- 显 色** 置紫外光灯(254nm)下检视;再喷以5%香草醛硫酸溶液,热风
吹至斑点显色清晰。
- 色谱识别** 供试品色谱中可检出与厚朴酚(下),和厚朴酚(上)相对应的荧
光淬灭斑点(UV254nm),喷以5%香草醛硫酸溶液热风加热后,
日光下,呈相同颜色的斑点。
- 注 意 事 项** 相对湿度控制在70%以上为好。
- 备 注** 本版药典所收载的薄层条件所得的色谱,Rf值偏高,改用本图
谱的层析条件后,不但可使厚朴酚与和厚朴酚的Rf值适中,而
且提高了它们的分离度。

大青叶的薄层鉴别

供试液制备 取本品16g,加水50ml溶解,滤过,滤液用乙醚40ml、30ml振荡提取2次,合并乙醚液,浓缩至0.5ml,作为供试品溶液。

对照液制备 取靛玉红对照品,加乙醚制成每1ml含0.1mg的溶液,作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G白制板;厚度:500 μ m

点样 供试液与对照液分别点样15 μ l

展开剂 苯-丙酮(4:1)

展开方式 上行展开;展距:5~7cm

显色 置日光下检视。

色谱识别 供试品色谱中,在与靛玉红对照品相应的位置上,显相同的紫红色斑点。

注意事项 1. 供试液制备中的乙醚抽提过程,较易乳化,应小心振荡。

2. 因乙醚沸点低,供试液也可改用氯仿直接提取、浓缩到一定体积,作为供试液。

3. 相对湿度对色谱的影响不明显。

备注 此项鉴别是本版药典沿用的1985年版的试验条件。

样品:

1. 靛玉红;

2~7. 感冒退热冲剂。

感冒退热冲剂

Ganmao Tuire Chongji

T: 25℃ RH: 80%

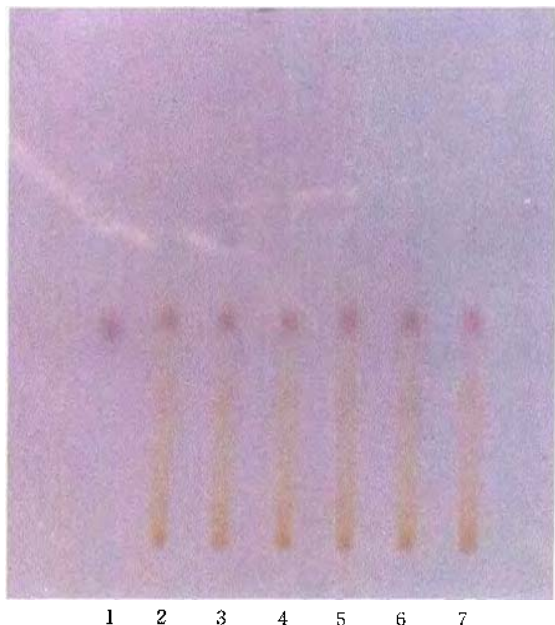


图2—104

大黄的薄层鉴别

供试液制备 取本品粉末0.5g,加甲醇50ml,超声处理20分钟,滤过,取滤液5ml,蒸干,残渣加水10ml使溶解,再加盐酸1ml,置水浴上加热30分钟,立即冷却,用乙醚提取两次,每次10ml,合并乙醚液,蒸干,残渣加氯仿溶解,使成1ml,作为供试品溶液。

对照液制备 取大黄对照药材0.1g,同法制成对照药材溶液。

薄层板 硅胶H加0.3%羧甲基纤维素钠水溶液的自制板;厚度:300 μ m

点样 供试液与对照药材溶液分别点样4 μ l

展开剂 石油醚(30~60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液

展开方式 上行展开;展距:7cm

显色 置紫外光灯(365nm)下检视;再置氨蒸气中熏数分钟后,日光下检视。

色谱识别 紫外光灯(365nm)下,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同的五个橙黄色荧光主斑点,经氨蒸气熏后,置日光下检视,斑点变为红色。

注意事项 展开剂要新鲜配制,不要反复使用。

备注 1. 供试品色谱中,五个橙黄色荧光斑点自下而上依次为:芦荟大黄素*, 大黄酸, 大黄素, 大黄素甲醚, 大黄酚。

2. 本展开剂在配制时有不易察见的分层现象,故规定用上层溶液。

3. 药典正文未设化学对照品。

槟榔四消丸

Binglang Sixiao Wan

T: 29℃ RH: 32%

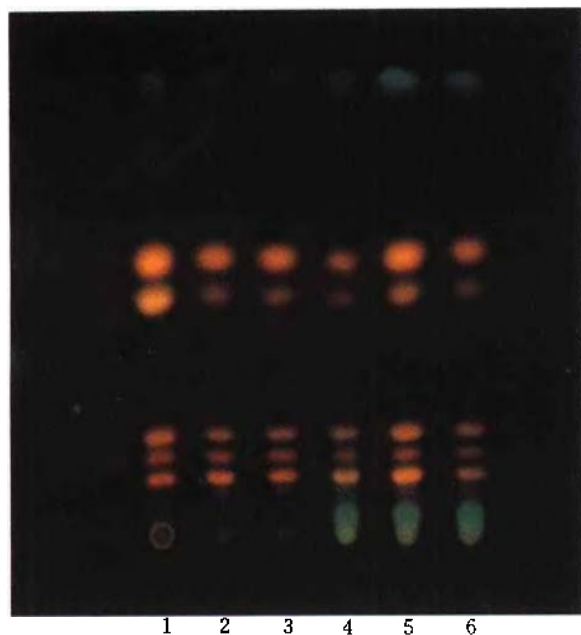


图 2—105(荧光色谱)

样品:

1. 芦荟大黄素*+大黄酸+大黄素+大黄素甲醚+大黄酚*
- 2~3. 大黄对照药材;
- 4~6. 槟榔四消丸。

麝香保心丸

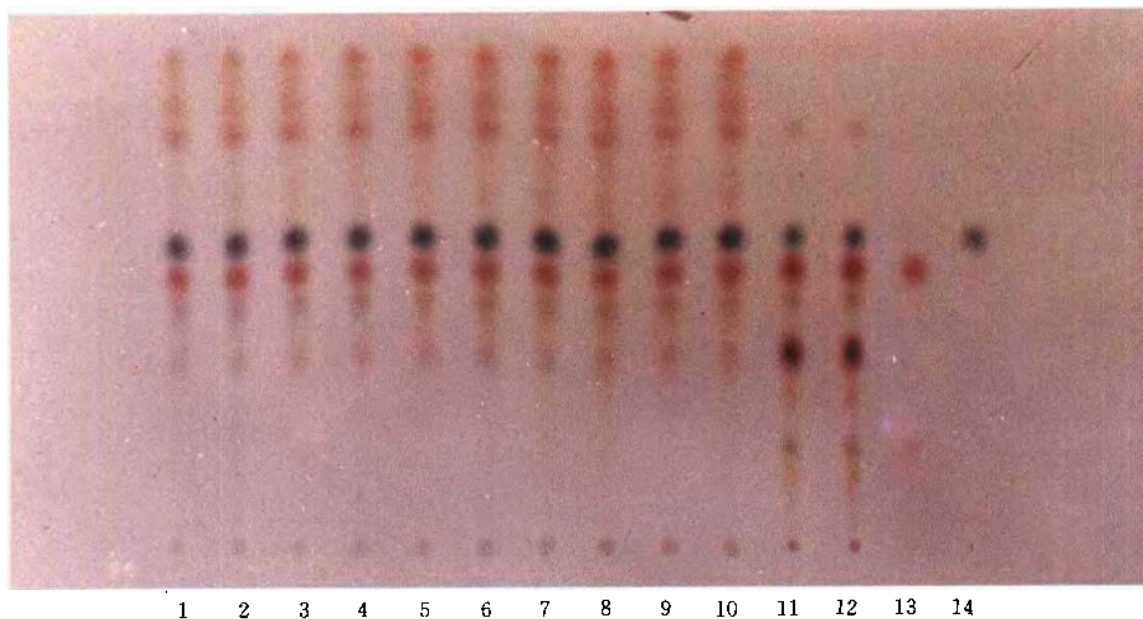
Shexiang Baoxin Wan

蟾酥的薄层鉴别

供试液制备 取本品40丸，研碎，加石油醚(30~60℃)40ml，浸渍30分钟，时时振摇，弃去石油醚液，残渣挥干，加氯仿40ml，超声处理20分钟，滤过，滤液加于已处理好的中性氧化铝柱(100~120目，3g，内径10mm)上，用甲醇20ml洗脱，洗脱液蒸干，残渣加氯仿溶解，使成0.5ml，作为供试品溶液。

对照品溶液 取华蟾酥毒基和脂蟾毒配基对照品，加氯仿分别制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。

T: 25℃ RH: 47%



样品:

- 1~10, 麝香保心丸;
- 11~12, 蟾酥对照药材*;
13. 华蟾酥毒基*;
14. 脂蟾毒配基。

图 2—106(可见光色谱)

样品:

- 1~10. 麝香保心丸;
11~12. 蟾酥对照药材*;
13. 华蟾酥毒基*;
14. 脂蟾毒配基。

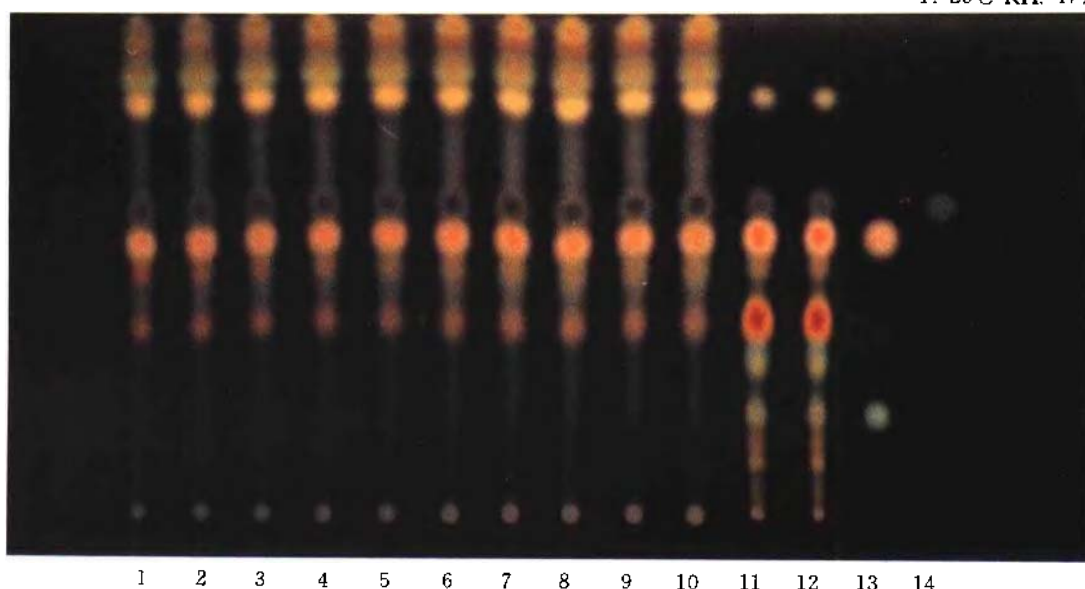


图2 —107(荧光色谱)

- 薄层板** 硅胶G自制板; 厚度: $500\mu\text{m}$
- 点样** 供试品溶液点样 $6\mu\text{l}$, 对照品溶液点样 $1\mu\text{l}$
- 展开剂** 环己烷-氯仿-丙酮(4 : 3 : 3)
- 展开方式** 展开箱用展开剂预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 8cm
- 显色** 喷以硫酸乙醇溶液(1→10), 105°C 加热数分钟, 至斑点显色清晰; 置日光和紫外光灯(365nm)下检视。
- 色谱识别** 供试品色谱中, 在与脂蟾毒配基对照品相应的位置上, 显相同的蓝绿色斑点; 紫外光灯(365nm)下, 显土黄色荧光斑点。
- 注意事项** 展开温度在 30°C 以下, 控制相对湿度在47%以下为好(尽量在低温, 低湿度下展开)。
- 备注**
1. 显色后日光下也可观察色谱, 但点样量宜适当加大。
 2. 除脂蟾毒配基外, 本图谱还增加了华蟾酥毒基对照品和蟾酥对照药材, 供参照用。
 3. 本图谱增加了用中性氧化铝处理样品供试液一步, 目的是减少拖尾, 使图谱更清晰。

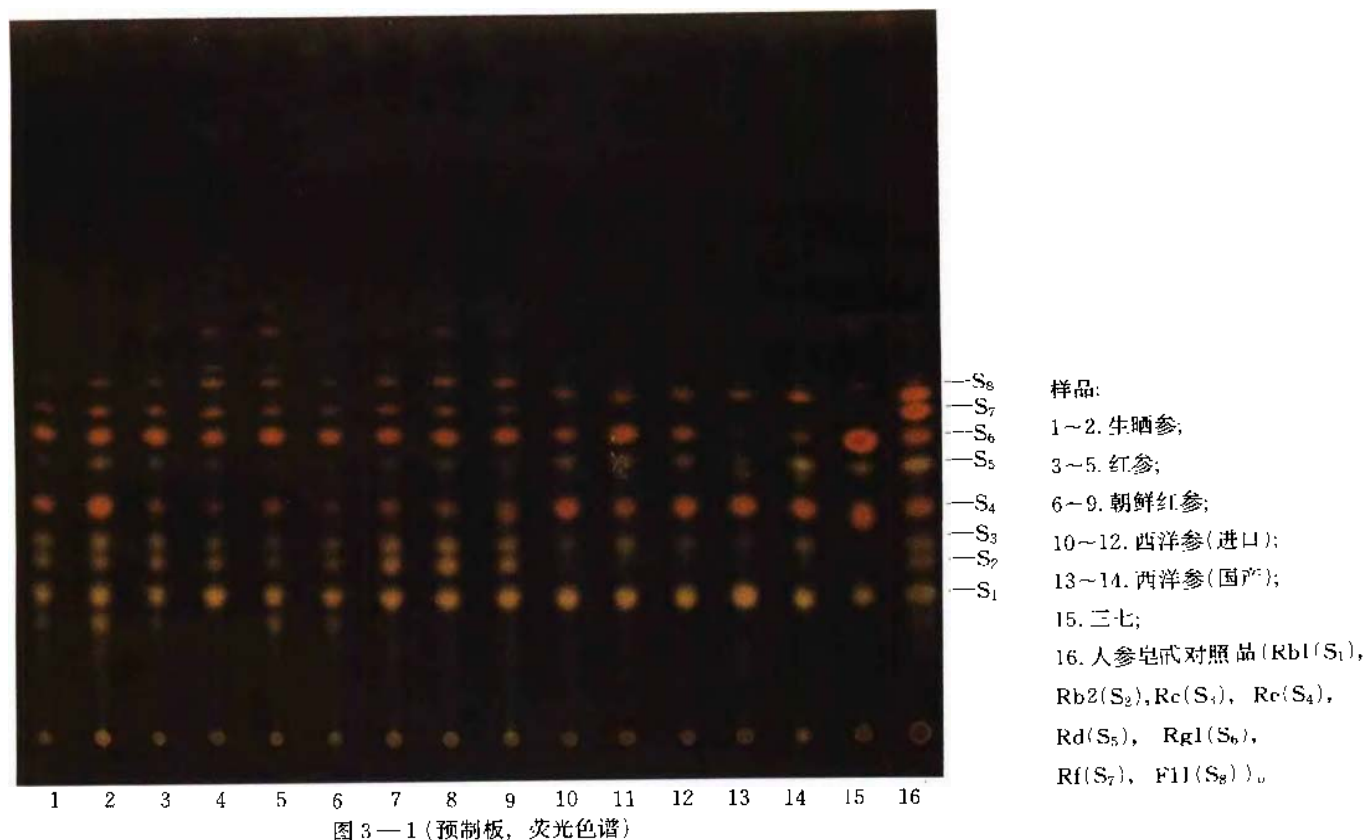
第三章 综合图谱

- 供试液制备** 见各品种[鉴别]项下“供试液制备”。
- 对照液制备** 取人参皂甙Rb1, Rb2, Rc, Re, Rd, Rg1, Rf对照品和伪人参皂甙F11对照品, 加甲醇制成每1ml各含2mg的混合溶液, 作为对照品溶液。
- 薄层板** 硅胶60预制板(Merck)
- 点样** 供试液与对照液分别点样 $1\mu\text{l}$
- 展开剂** 氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(15 : 40 : 22 : 10) 10°C 以下放置后的下

人参 三七
西洋参

	层溶液
展开方式	展开箱用展开剂预平衡15分钟; 上行展开; 展距: 12~14cm
显色	喷以硫酸乙醇溶液(1→10), 105℃加热数分钟至斑点显色清晰, 置紫外光灯(365nm)下检视荧光光谱。
色谱识别	1. 人参皂甙Rf为人参含有, 西洋参不含, 可作为人参与西洋参的区别依据之一; 人参皂甙Rf位于Rg1的上方, 如用文献报道的氯仿-甲醇-水(65:35:10)的下层溶液展开, 则Rf位于Rg1的下方。 2. 西洋参含的人参皂甙F11, 人参不含, 可作为西洋参的鉴别特征; 用本文的展开剂, F11位于人参皂甙Rf之上方, 人参在相应的位置没有斑点。 3. 生晒参与红参之区别, 在于Rg1以上的“微量皂甙”, 红参较生晒参明显。 4. 三七色谱较简单, 最明显的是Rb1, Re, Rg1三个主斑。需注意的是Re斑点与三七皂甙R1重叠, 二者的分离见(图1—4)。
备注	1. 本图谱设定的人参皂甙对照品较多, 供实际鉴别时的参考。 2. 操作注意点见“人参”[鉴别]项下“注意事项”。

T: 25℃ RH: 47%



大黄及含大黄的成药

供试液制备	见各品种[鉴别]项下“供试液制备”。
对照液制备	取大黄对照药材0.1g, 按“大黄”[鉴别]项下方法制备, 作为对照药材溶液; 另取芦荟大黄素*, 大黄酸, 大黄素, 大黄素甲醚, 大黄酚对照品, 加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液, 作为对照品溶液。
薄层板	硅胶H加0.3%羧甲基纤维素钠溶液的自制板; 厚度: 300 μm

点 样 供试品溶液和对照药材溶液与对照品溶液分别点样4 μ l

展 开 剂 石油醚(30~60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15: 5 : 1)放置后的上层溶液

展 开 方 式 上行展开; 展距: 7cm

显 色 置紫外光灯(365nm)下检视; 再用氨蒸气熏后, 在日光下检视。

色 谱 识 别 紫外光灯(365nm)下, 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同的五个橙黄色荧光主斑点; 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同的橙黄色荧光斑点, 经氨蒸气熏后, 置日光检视, 斑点变为红色。

备 注 在部分成药样品的色谱中, 除大黄的五个蒽醌成分的斑点外, 尚有其它荧光斑点, 为处方中的其它成分。

T: 34℃ RH: 61%

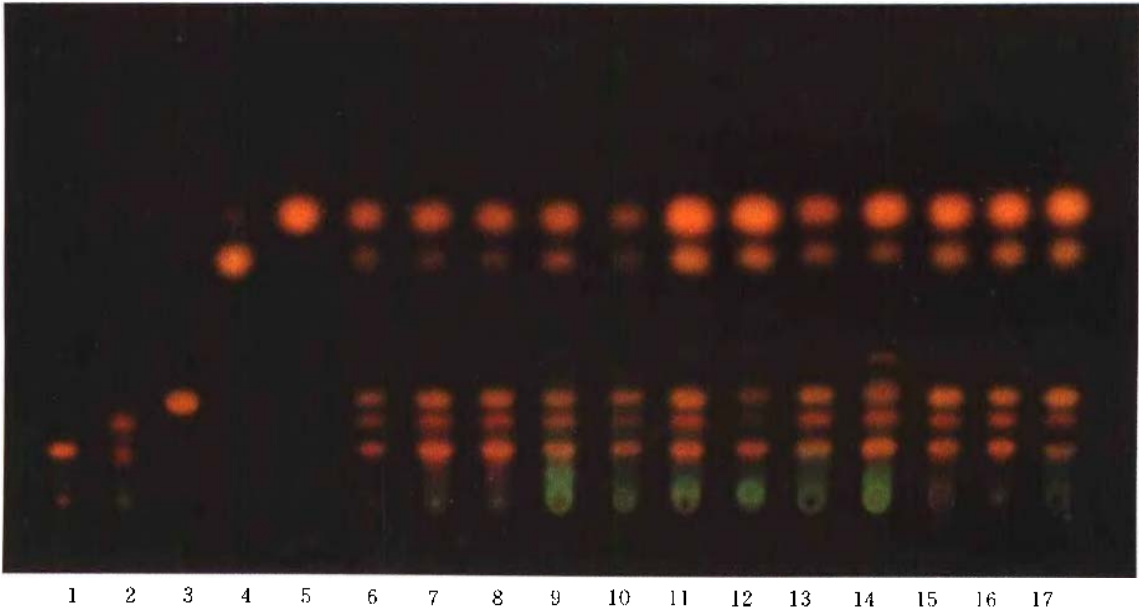


图 3—2 (荧光色谱)

- | | | | | | |
|------------|-----------|-------------------|------------|------------|------------|
| 样品: | 3. 大黄酒; | 6. 大黄(掌叶大黄)对照药材; | 9. 小儿化毒散; | 12. 枳实导滞丸; | 15. 一捻金; |
| 1. 芦荟大黄素*; | 4. 大黄素甲醚; | 7. 大黄(唐古特大黄)对照药材; | 10. 槟榔四消丸; | 13. 牛黄上清丸; | 16. 牛黄解毒片; |
| 2. 大黄酸; | 5. 大黄酚*; | 8. 大黄流浸膏; | 11. 木香槟榔丸; | 14. 清宁丸; | 17. 牛黄解毒丸。 |

供试液制备 见各品种[鉴别]项下“供试液制备”。

对照液制备 取贝母素甲, 贝母素乙, 西贝母碱对照品, 加氯仿制成每1ml各含0.5mg的溶液, 作为对照品溶液。

薄 层 板 硅胶G加2%NaOH自制板; 厚度: 500 μ m

点 样 供试品溶液与对照品溶液分别点样2~4 μ l

展 开 剂 氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(40: 40: 15: 10)10℃以下放置后的下层溶液

展 开 方 式 上行展开; 展距: 8cm

显 色 依次喷以稀碘化铋钾试液和亚硝酸钠乙醇试液, 置日光下检视。

色 谱 识 别 观察完整的色谱, 不同品种贝母互有差异, 相互参照对比, 可作为不同贝母鉴别的参考。

备 注 用同一展开剂不能适合不同品种贝母分离的需要, 所以只供在相同条件下相互对比参考; 不同贝母各自的展开剂参照本图集中相应的图谱。

贝母类

T: 20℃ RH: 65%

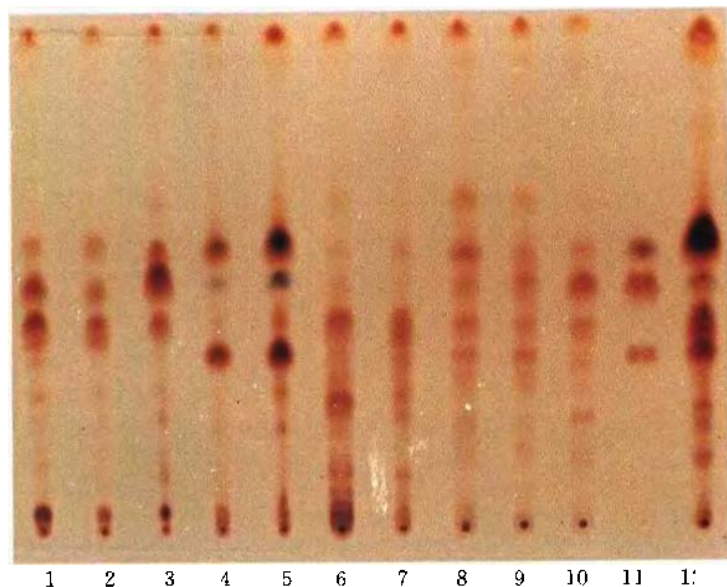


图3-3

样品:

- 1~3. 伊贝母;
- 4~5. 浙贝母;
- 6~7. 平贝母;
8. 川贝母(松贝);
9. 川贝母(青贝);
10. 川贝母(炉贝);
11. 贝母素甲(下)+贝母素乙(中)+西贝母碱(上);
12. 湖北贝母。

白芍 赤芍及 含白芍的成药

- 供试液制备** 见各品种[鉴别]项下“供试液制备”。
- 对照液制备** 取芍药甙对照品，加乙醇制成每1ml含2mg的溶液，作为对照品溶液。
- 薄层板** 硅胶G自制板; 厚度: 500 μm
- 点样** 供试品溶液分别点样2~6 μl ; 对照品溶液点样2 μl
- 展开剂** 氯仿-醋酸乙酯-甲醇-甲酸(40:5:10:0.2)
- 展开方式** 上行展开; 展距: 7cm
- 显色** 喷以5%香草醛硫酸溶液，热风吹至斑点显色清晰，日光下检视。
- 色谱识别** 供试品色谱中，在与芍药甙对照品相应的位置上，显相同的蓝紫色斑点。
- 备注** 作为芍药式的鉴别，在不同的样品中均能检出。原料药材白芍

T: 29℃ RH: 76%

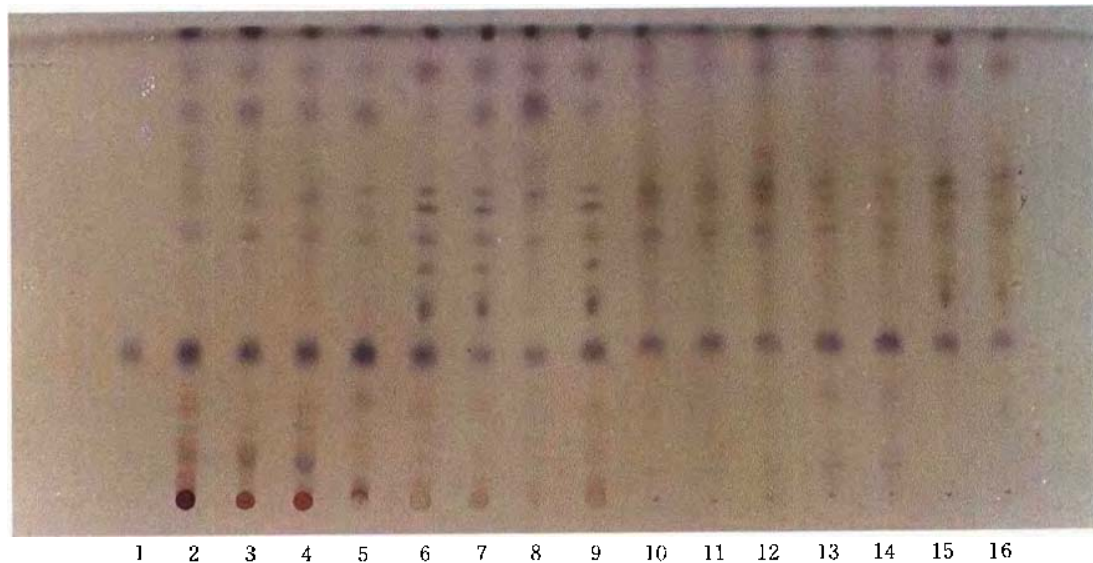


图3-4

样品:

1. 芍药甙;
- 2~5. 赤芍;
- 6~9. 白芍;
- 10~12. 八珍益母丸;
- 13~14. 十全大补丸;
- 15~16. 乌鸡白凤丸。

与赤芍的完整色谱有所不同，见图样品2~5与6~9。在成药样品中因组方复杂，必须采用样品预处理，净化供试液的步骤，致使部分成分有所损失，但尚能保持一部分芍药类药材的特征。

供试液制备 见各品种[鉴别]项下“供试液制备”。

对照液制备 取丹皮酚对照品，加丙酮制成每1ml含2mg的溶液，作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G自制板；厚度：500 μm

点样 供试品溶液点样10~15 μl；对照品溶液点样5 μl

展开剂 环己烷-醋酸乙酯（3：1）

展开方式 上行展开；展距：5~7cm

显色 喷以盐酸酸性的5%三氯化铁乙醇溶液，热风吹至斑点显色清晰，日光下检视。

色谱识别 供试品色谱在与丹皮酚对照品相应的位置上，显相同颜色的斑点。

备注 见“牡丹皮”[鉴别]项下“备注”。

含牡丹皮的成药

T: 24℃ RH: 60%

- 样品:
- 1. 丹皮酚;
 - 2. 六味地黄丸;
 - 3. 麦味地黄丸;
 - 4. 杞菊地黄丸;
 - 5. 知柏地黄丸;
 - 6. 桂附地黄丸。

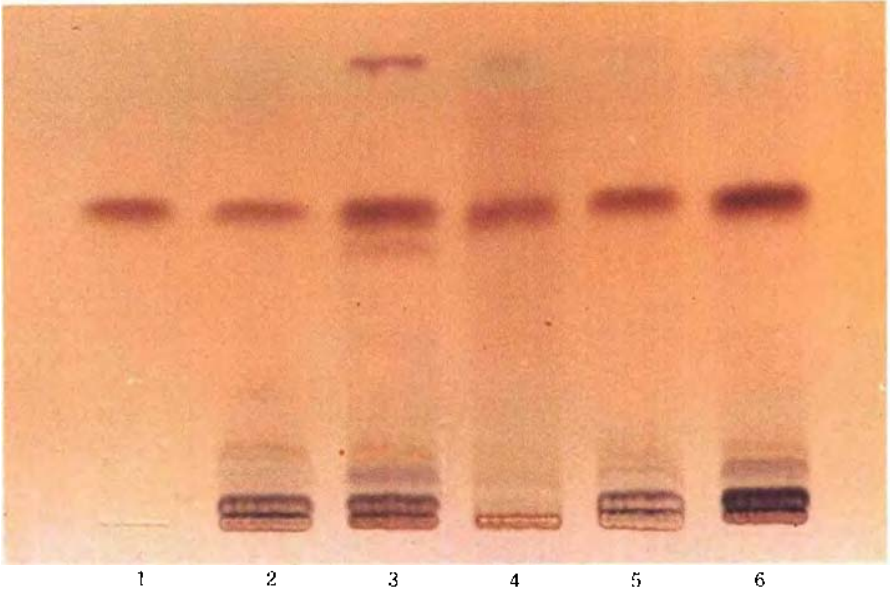


图3—5

供试液制备 见各品种[鉴别]项下“供试液制备”。

对照液制备 取大黄素甲醚，大黄素对照品，加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G加0.5%氢氧化钠溶液自制板；厚度：300 μm

点样 见各品种[鉴别]项下“点样”。

展开剂 甲苯-醋酸乙酯-甲酸（15：2：1）

展开方式 展开箱用展开剂预平衡15分钟；上行展开；展距：7cm

显色 置紫外光灯（365nm）下检视；再置氨蒸气中熏数分钟后，日光下检视。

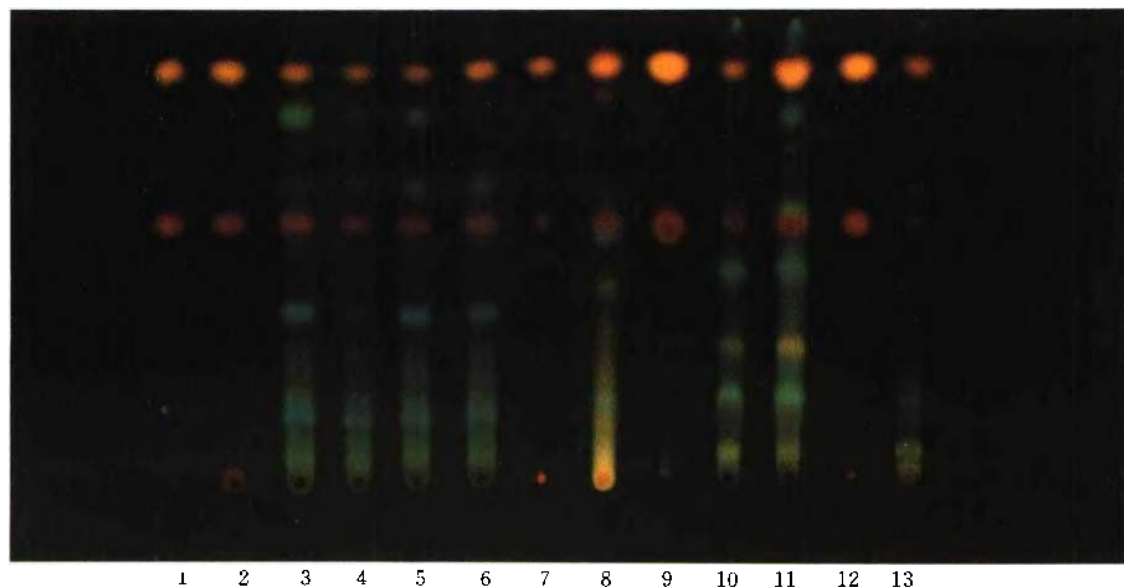
色谱识别 紫外光灯（365nm）下，供试品色谱中，在与大黄素（下）及大黄素甲醚（上）对照品相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点；氨熏后，斑点日光下变为红色。

注意事项 展开剂中的甲酸，有时含有一定的水，影响分离效果，故配制后常须放置约半小时待分层，取上部溶液使用为宜。

备注 成药样品的色谱除何首乌的两个蒽醌成分的主斑外，因处方不同，尚有各自不同的荧光斑点，可作为不同品种的辅助鉴别特征。

含何首乌的成药

T: 30℃ RH: 80%



样品:
1. 大黄素(下)
+ 大黄素甲醚(上);
2. 7. 9. 12. 何首乌;
3~6. 养血生发胶囊;
8. 首乌丸;
10~11. 更年期;
13. 血脂宁。

图 3—6

陈皮及含陈皮的成药

供试液制备 见各品种[鉴别]项下“供试液制备”。

对照液制备 取橙皮甙对照品，甲醇制成饱和溶液，作为对照品溶液。

薄层板 硅胶G加0.5%氢氧化钠溶液的自制板；厚度：300 μm

点样 供试品溶液与对照品溶液分别点样2 μl

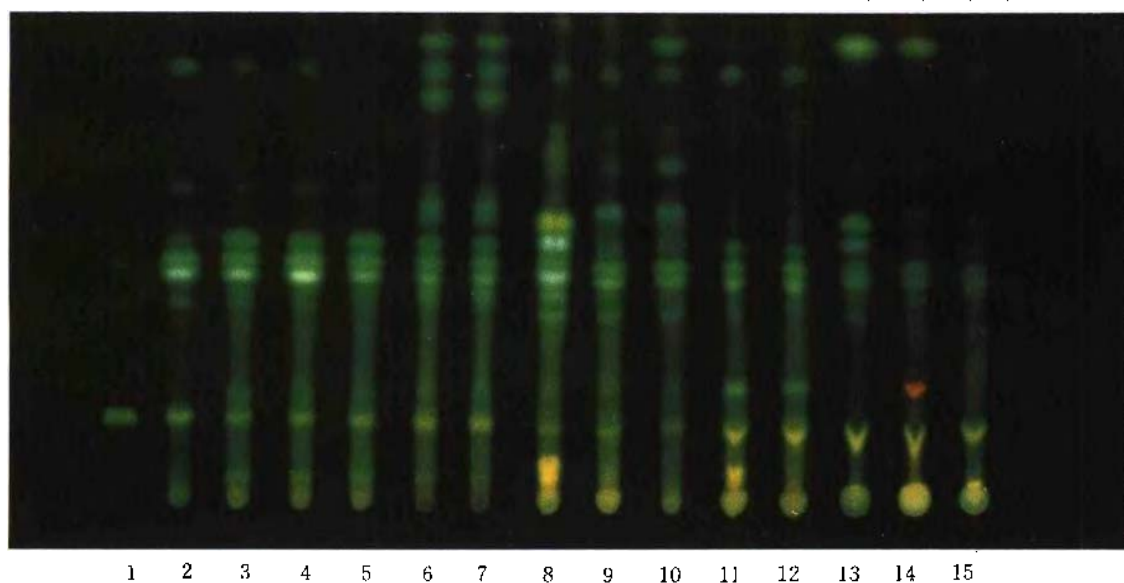
展开剂 S-1，醋酸乙酯-甲醇-水(100:17:13)
S-2，甲苯-醋酸乙酯-甲酸-水(20:10:1:1)上层溶液

展开方式 上行两次展开；展距：第一次：3cm；第二次：8cm

显色 喷以3%三氯化铝乙醇溶液后，置紫外光灯(365nm)下检视。

色谱识别 供试品色谱除观察色谱下部的橙皮甙斑点外，在色谱的中部尚有明显的三个蓝白色荧光主斑，为主要鉴别特征。

T: 31℃ RH: 第一次: 74% 第二次: 74%



样品:
1. 橙皮甙;
2. 陈皮对照药材*;
3~5. 蛇胆陈皮散;
6~7. 国公酒;
8~10. 香砂六君丸;
11~12. 保和丸;
13~15. 舒肝丸。

图 3—7

备 注 不同品种的成药，有的陈皮的特征色谱很易鉴别，如样品3～5及6～7；有的品种不太明显，尤其同一品种的成药，不同厂家的产品也有差异，如样品8～10及13～15，这也反映了各自投料及工艺的差别。

供试液制备 见各品种[鉴别]项下“供试液制备”。

对照液制备 取盐酸小檗碱，硫酸黄连碱，硫酸表小檗碱，非洲防己碱，药根碱，盐酸巴马汀对照品，加甲醇制成每1ml各含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。

薄 层 板 硅胶G白制板；厚度：500 μm

点 样 供试品溶液与对照液分别点样1～2 μl

展 开 剂 苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(6 : 3 : 1.5 : 1.5 : 0.5)；另槽中加入与展开剂等体积浓氨试液

展 开 方 式 展开箱预平衡15分钟；上行展开；展距：8cm

显 色 置紫外光灯(365nm)下检视。

色 谱 识 别 中国药典黄连项下收载有味连，雅连，云连三种，总体分析，黄连可见4～5个主要的黄色荧光斑点，自下而上，分别为1，非洲防己碱+药根碱(量少)；2，巴马汀；3，小檗碱；4，表小檗碱(云连不含，雅连含量低)；5，黄连碱(味连含量高)。黄柏主要检出巴马汀及小檗碱，可与黄连区别。

黄连 黄柏及含黄连 黄柏的成药

T: 27℃ RH: 32%

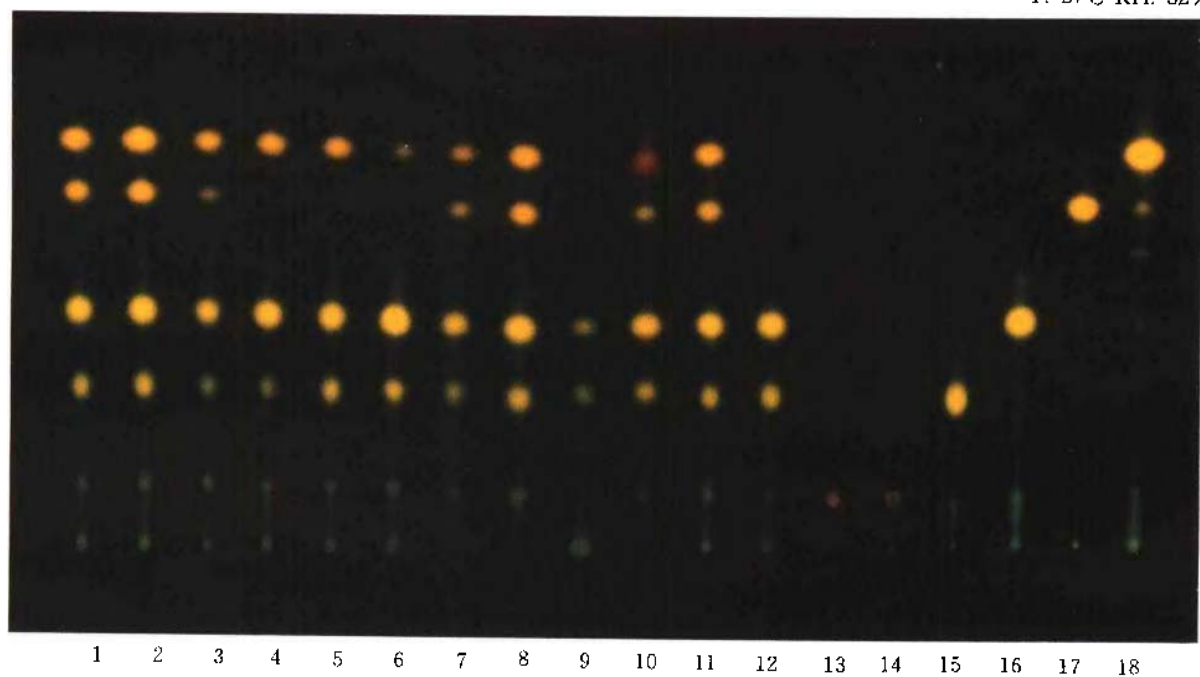


图3—8

样品:	5. 黄连(野连);	10. 木香槟榔丸;	15. 巴马汀;
1. 黄连(味连);	6. 黄连(日本黄连);	11. 香连丸;	16. 小檗碱;
2. 黄连;	7. 小儿化毒散;	12. 黄柏;	17. 表小檗碱;
3. 黄连(雅连);	8. 万应锭;	13. 非洲防己碱;	18. 黄连碱。
4. 黄连(云连);	9. 大补阴丸;	14. 药根碱;	

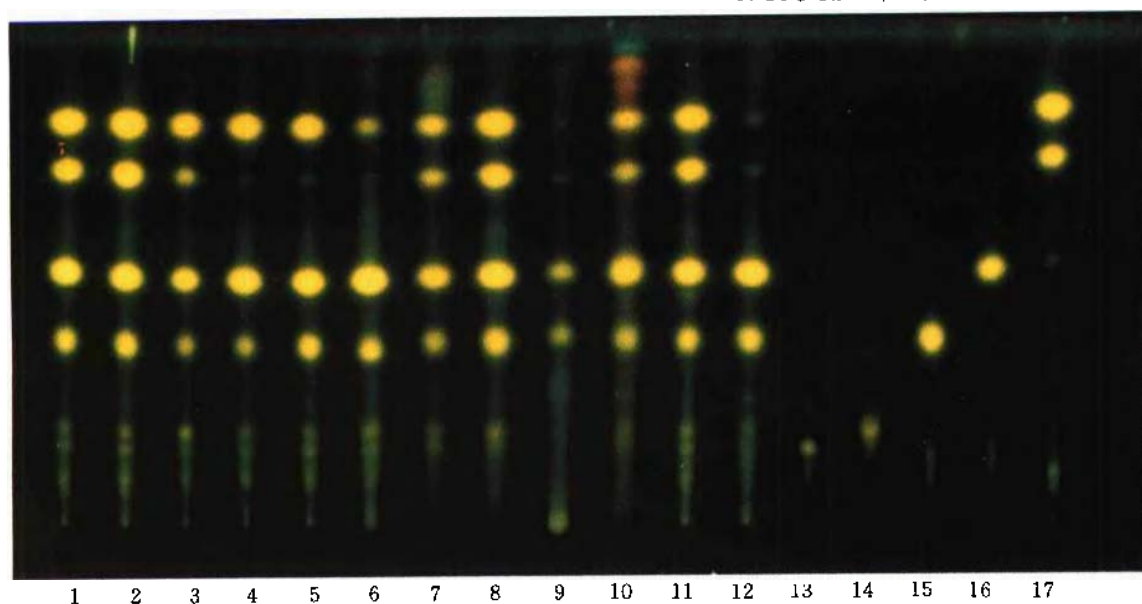


图3—9

样品:	6. 黄连(日本黄连);	12. 黄柏;
1. 黄连(味连);	7. 小儿化毒散;	13. 非洲防己碱;
2. 黄连;	8. 万应锭;	14. 药根碱;
3. 黄连(雅连);	9. 大补阴丸;	15. 巴马汀;
4. 黄连(云连);	10. 木香槟榔丸;	16. 小檗碱;
5. 黄连(野连);	11. 香连丸;	17. 表小檗碱+黄连碱。

- 注 意 事 项**
1. 展开时的温度在20~30℃范围内, 温度太高或太低, 均使整个色谱的R_f值偏高。
 2. 相对湿度控制在47%以下为好。
 3. 要求用新鲜浓氨试液配制展开剂和预饱和层析缸; 足够的氨蒸气是分离质量的关键因素之一。

备 注 本图谱的展开剂, 尚不能将非洲防己碱与药根碱分开, 需用两次展开见(图3—9)。溶剂系统如下:

S 1, 醋酸乙酯-甲醇-浓氨试液(5 : 5 : 0.5); 展距: 8cm

S-2, 苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-水(6 : 3 : 1.5 : 1.5 : 0.25); 另槽中加入与展开剂等体积浓氨试液, 预平衡15分钟; 展距: 8cm

靛蓝和靛玉红类

供试液制备	见各品种[鉴别]项下“供试液制备”。
对照液制备	取靛蓝、靛玉红对照品, 加氯仿制成每1ml各含1mg的溶液, 作为对照品溶液。
薄 层 板	硅胶G自制板; 厚度: 500 μm
点 样	见各品种[鉴别]项下“点样”。
展 开 剂	苯-氯仿-丙酮(5 : 4 : 1)
展 开 方 式	上行展开; 展距: 5~7cm
显 色	日光下检视。
色 谱 识 别	供试品色谱在与靛蓝(上), 靛玉红(下)对照品相应的位置上,

样品:

1. 靛玉红;
2. 靛蓝;
3. 靛玉红 + 靛蓝;
- 4~7. 青黛;
- 8~11. 大青叶;
- 12~14. 蓼大青叶;
- 15~17. 感冒退热冲剂。

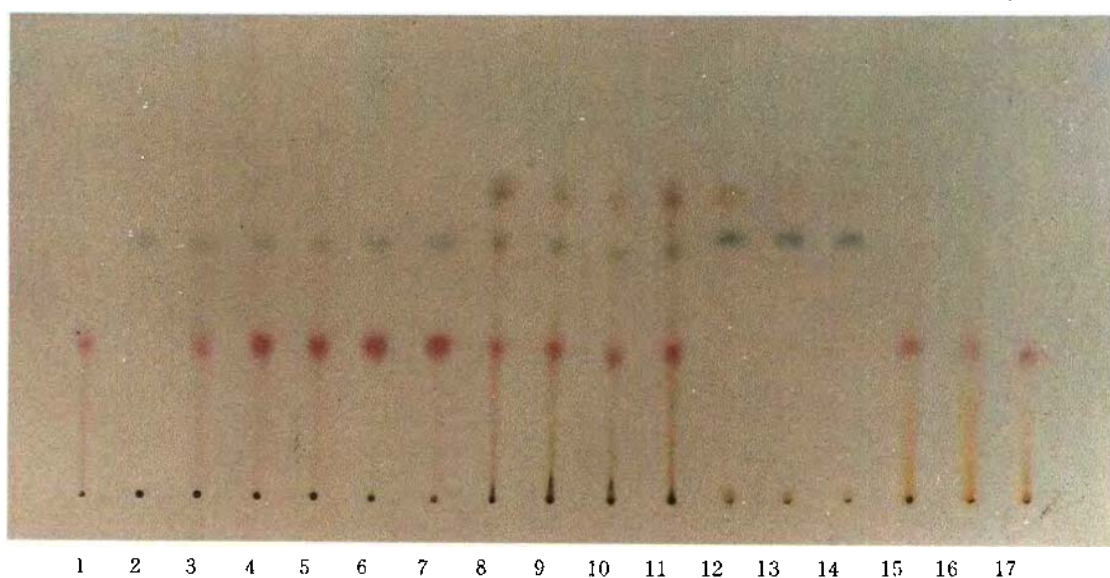


图 3—10

分别显一个蓝色斑点和一个紫红色斑点。蓼大青叶未检出靛玉红。

备 注 展开后，靛蓝斑点放置时间久易褪色。

中文索引

[一画]

一捻金(人参).....	78
一捻金(大黄).....	

[二画]

二妙丸(苍术).....	80
二妙丸(黄柏).....	81
十全大补丸(白芍).....	82
八珍丸(甘草).....	83
八珍丸(白芍).....	84
八珍益母丸(白芍).....	85
人参.....	18
九味羌活丸(川芎).....	86
九味羌活丸(苍术).....	87

[三画]

三七.....	19
三妙丸(苍术).....	88
三妙丸(黄柏).....	88
大山楂丸(山楂).....	89
大补阴丸(黄柏).....	89
大青叶.....	21
大黄.....	22
大黄流浸膏(大黄).....	90
万氏牛黄清心丸(黄连).....	91
万应锭(黄连).....	93
万应锭(熊胆).....	92
山豆根.....	24
山楂.....	26
川贝母.....	26
广藿香.....	28
小儿化毒散(大黄).....	94
小儿化毒散(黄连).....	94
马钱子.....	29

[四画]

天仙子.....	29
开胸顺气丸(厚朴).....	95
木香槟榔丸(大黄).....	97
五味子.....	30
牛黄.....	31
牛黄上清丸(大黄).....	98
牛黄上清丸(黄连).....	99
牛黄解毒丸(大黄).....	100
牛黄解毒片(大黄).....	100
乌鸡白凤丸(白芍).....	101
六一散(甘草).....	102
六应丸(冰片、丁香酚、蟾酥).....	104
六应丸(蟾酥).....	105
六味地黄丸(山茱萸).....	107
六味地黄丸(牡丹皮).....	106

[五画]

平贝母.....	34
甘草.....	35
左金丸(黄连).....	108
戊己丸(白芍).....	109
戊己丸(黄连、白芍、吴茱萸).....	109
归脾丸(当山).....	110
白术.....	37
白芍.....	39

[六画]

西洋参.....	40
伊贝母.....	41
华山参.....	43
华佗再造丸(川芎).....	111
延胡索.....	44
导赤丸(大黄).....	113
导赤丸(黄连).....	112
防风通圣丸(大黄).....	114

[七画]

麦味地黄丸(山茱萸).....	115
杞菊地黄丸(山茱萸).....	116
苍术.....	46
芦荟.....	48
赤芍.....	49
更年安片(何首乌).....	116
牡丹皮.....	50
何首乌.....	51
龟龄集(人参).....	117
补骨脂.....	52
陈皮.....	53

[八画]

青风藤.....	54
青黛.....	55
苦参.....	55
国公酒(佛手).....	119
国公酒(陈皮).....	119
知柏地黄丸(黄柏).....	120
定坤丹(人参).....	121
参冬白术散(人参、甘草).....	122

[九画]

枳术丸(白术).....	124
枳术丸(枳实).....	123
枳实.....	58
枳实导滞丸(大黄).....	125
茴香橘核丸(木香).....	126
厚朴.....	59

香连丸(黄连).....	126
香砂六君丸(木香).....	127
香砂六君丸(陈皮).....	128
香砂养胃丸(木香、枳实、厚朴).....	128
保和丸(陈皮).....	130
独活.....	61
洋金花.....	62
首乌丸(何首乌).....	130
首乌丸(补骨脂).....	131
养血生发胶囊(何首乌).....	131

[十画]

珠子参.....	62
秦皮.....	63
桂附地黄丸(山茱萸).....	133
桂附地黄丸(桂枝).....	132
桂附理中丸(甘草).....	133
桂附理中丸(桂枝).....	134
桂枝.....	64
浙贝母.....	65

[十一画]

黄芪.....	66
黄连.....	70
黄柏.....	71

蛇胆陈皮散(陈皮).....	135
清宁丸(大黄).....	136
淫羊藿.....	72
断血流.....	73
断血流片.....	136

[十二画]

葛根.....	74
舒肝丸(陈皮).....	138
舒肝丸(厚朴).....	139
湖北贝母.....	74

[十三画]

感冒退热冲剂(大青叶).....	141
------------------	-----

[十四画]

槟榔四消丸(大黄).....	141
蓼大青叶.....	75
罂粟壳.....	76

[十九画]

蟾酥.....	77
---------	----

[二十一画]

麝香保心丸(蟾酥).....	142
----------------	-----

汉语拼音索引

Baishao 白芍.....	39
Baizhu 白术.....	37
Baohe Wan 保和丸.....	130
Bazhen Wan 八珍丸.....	83
Bazhen Yimu Wan 八珍益母丸.....	85
Binglang Sixiao Wan 槟榔四消丸.....	141
Buguzhi 补骨脂.....	52
Cangzhu 苍术.....	46
Chansu 蟾酥.....	77
Chenpi 陈皮.....	53
Chishao 赤芍.....	49
Chuanbeimu 川贝母.....	26
Dabuyin Wan 大补阴丸.....	89
Dahuang 大黄.....	22
Dahuang Liujiangao 大黄流浸膏.....	90
Daochi Wan 导赤丸.....	112
Daqingye 大青叶.....	21
Dashanzha Wan 大山楂丸.....	89
Dingkun dan 定坤丹.....	121
Duanxueliu 断血流.....	73
Duanxueliu Pian 断血流片.....	136
Duhuo 独活.....	61
Ermiao Wan 二妙丸.....	80

Fangfeng Tongsheng Wan 防风通圣丸.....	114
Gancao 甘草.....	35
Ganmao Tuire Chongji 感冒退热冲剂.....	141
Gegen 葛根.....	74
Gengnian'an Pian 更年安片.....	116
Guanghuoxiang 广藿香.....	28
Guifu Dihuang Wan 桂附地黄丸.....	132
Guifu Lizhong Wan 桂附理中丸.....	133
Guilingji 龟龄集.....	117
Guipi Wan 归脾丸.....	110
Guizhi 桂枝.....	64
Guogong Jiu 国公酒.....	119
Heshouwu 何首乌.....	51
Houpu 厚朴.....	59
Huangbai 黄柏.....	71
Huanglian 黄连.....	70
Huangqi 黄芪.....	66
Huashanshen 华山参.....	43
Huatuo Zaizao Wan 华佗再造丸.....	111
Hubei Beimu 湖北贝母.....	74
Huixiang Juhe Wan 尚香橘核丸.....	126
Jiuwei Qianghuo wan 九味羌活丸.....	86
Kaixiong Shunqi Wan 开胸顺气丸.....	95

Kushen 苦参	55	Shiquan Dabu Wan 十全大补丸	82
Liaodaqingye 藜大青叶	75	Shouwu Wan 首乌丸	130
Liuwei Dihuang Wan 六味地黄丸	106	Shugan Wan 舒肝丸	137
Liuying Wan 六应丸	104	Tianxianzi 天仙子	29
Liuyi San 六一散	102	Wanshi Niu Huang Qingxin Wan 万氏牛黄清心丸	91
Luhui 芦荟	48	Wanyingding 万应锭	92
Maiwei Dihuang Wan 麦味地黄丸	115	Wuji Baifeng Wan 乌鸡白凤丸	101
Maqianzi 马钱子	29	Wuji Wan 戊己丸	109
Mudanpi 牡丹皮	50	Wuweizi 五味子	30
Muxiang Binglang Wan 木香槟榔丸	97	Xianglian Wan 香连丸	126
Niu Huang 牛黄	31	Xiangsha Liujun Wan 香砂六君丸	127
Niu Huang Jiedu Pian 牛黄解毒片	100	Xiangsha Yangwei Wan 香砂养胃丸	128
Niu Huang Jiedu Wan 牛黄解毒丸	100	Xiao'er Huadu San 小儿化毒散	94
Niu Huang Shangqing Wan 牛黄上清丸	98	Xiyangshen 西洋参	40
Pingbeimu 平贝母	34	Yangjinhua 洋金花	62
Qiju Dihuang Wan 杞菊地黄丸	116	Yangxue Shengfa Jiaonang 养血生发胶囊	131
Qingdai 青黛	55	Yanhusuo 延胡索	44
Qingfengteng 青风藤	54	Yibeimu 伊贝母	41
Qingning Wan 清宁丸	136	Yingsuqiao 罂粟壳	76
Qinpi 秦皮	63	Yinianjin 一捻金	78
Renshen 人参	18	Yinyanghuo 淫羊藿	72
Sanmiao Wan 三妙丸	88	Zhebeimu 浙贝母	65
Sanqi 三七	19	Zhibai Dihuang Wan 知柏地黄丸	120
Shandougen 山豆根	24	Zhishi 枳实	58
Shanzha 山楂	26	Zhishi Daozhi Wan 枳实导滞丸	125
Shedan Chenpi San 蛇胆陈皮散	135	Zhizhu Wan 枳术丸	123
Shenling Baizhu San 参苓白术散	122	Zhuzhishen 珠子参	62
Shexiang Baoxin Wan 麝香保心丸	142	Zuojin Wan 左金丸	108

拉丁名索引

Aloe 芦荟	48	Herba Pogostemonis 广藿香	28
Bulbus Fritillariae Cirrhosae 川贝母	26	Indigo Naturalis 青黛	55
Bulbus Fritillariae Pallidiflorae 伊贝母	41	Pericarpium Citri Reticulatae 陈皮	53
Bulbus Fritillariae Thunbergii 浙贝母	65	Pericarpium Papaveris 罂粟壳	76
Bulbus Fritillariae Ussuriensis 平贝母	34	Radix Angelicae Pubescentis 独活	61
Calculus Bovis 牛黄	31	Radix Astragali 黄芪	66
Caulis Sinomenii 青风藤	54	Radix et Rhizoma Rhei 大黄	22
Cortex Fraxini 秦皮	63	Radix Ginseng 人参	18
Cortex Magnoliae Officinalis 厚朴	59	Radix Glycyrrhizae 甘草	35
Cortex Moutan 牡丹皮	50	Radix Notoginseng 三七	19
Cortex Phellodendri 黄柏	71	Radix Paeoniae Alba 白芍	39
Extractum Rhei Ligidum 大黄流浸膏	90	Radix Paeoniae Rubra 赤芍	49
Flos Daturae 洋金花	62	Radix Phytololainae 华山参	43
Folium Isatidis 大青叶	21	Radix Polygoni Multiflori 何首乌	51
Folium Polygoni Tinctorii 蓼大青叶	75	Radix Puerariae 葛根	75
Fructus Aurantii Immaturus 枳实	58	Radix Sophorae Flavescens 苦参	55
Fructus Crataegi 山楂	26	Radix Sophorae Tonkinensis 山豆根	24
Fructus Psoraleae 补骨脂	52	Ramulus Cinnamomi 桂枝	64
Fructus Schisandrae 五味子	30	Rhizoma Atractylodis 苍术	46
Herba Clinopodii 断血流	73	Rhizoma Atractylodis Macrocephalae 白术	37
Herba Epimedii 淫羊藿	72	Rhizoma Coptidis 黄连	70

Rhizoma Corydalis 延胡索	44
Rhizoma Panacis Majoris 珠子参	62
Semen Hyoscyami 天仙子	29

Semen Strychni 马钱子	29
Venenum Bufonis 蟾酥	77