

• 论 著 •

复方片仔癀含片薄层色谱质量标准提升研究

陈淑清 张基荣 吴 蕙 曾振坤 王 旭 徐 伟 许 文^{通讯作者}

福建中医药大学药学院 福建福州 350122

【摘要】目的 为提升复方片仔癀含片的质量标准, 简便、高效鉴定复方片仔癀含片质量。**方法** 采用薄层色谱法 (TLC) 技术研究复方片仔癀含片蟾蜍菊、肿节风、玄参、甘草和片仔癀药材特征斑点。其中蟾蜍菊采用乙酸丁酯-甲酸-水 (7:2.5:2.5) 展开剂展开, 紫外光灯 (365nm) 下检视; 肿节风采用甲苯-乙酸乙酯-甲酸 (9:4:1) 展开剂展开, 紫外光灯 (365nm) 下检视; 玄参采用二氯甲烷-甲醇-水 (20:4:1) 展开剂展开, 喷以 5% 香草醛硫酸溶液显; 甘草采用乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水 (15:1:1:2) 展开剂展开, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 105℃ 下加热显色, 紫外光 (365nm) 下检视; 片仔癀采用三氯甲烷-甲醇-水 (65:35:10) 展开剂展开, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 105℃ 加热显色。**结果** 采用 TLC 法鉴别了复方片仔癀含片蟾蜍菊、肿节风、玄参、甘草和片仔癀, 其 Rf 值均在斑点清晰, 分离度好, 专属性强。**结论** 建立了复方片仔癀含片的薄层色谱鉴别方法, 为复方片仔癀含片化学质量标准提升奠定基础。

【关键词】 复方片仔癀含片; 蟾蜍菊; 肿节风; 玄参; 甘草; 片仔癀; 薄层色谱法

【中图分类号】 R927.1

【文献标识码】 A

【文章编号】 1009-4393 (2025) 16-002-04

【基金项目】 资质项目: 福建省科技厅引导性项目 (2022Y0037), 福建省大学生创新创业训练计划项目 (S202210393010)

复方片仔癀含片系由漳州片仔癀药业公司 (国药准字 B20050066) 研发制成的中成药, 方由蟾蜍菊、肿节风、玄参、麦冬、甘草、片仔癀六味药材辅以薄荷脑组成, 可清热解毒, 利咽止痛, 生津止痛, 用于风热上攻、脾胃热盛所致的急、慢性咽喉炎^[1]。蟾蜍菊性凉, 有清热泻火、解毒之功; 入肺胃经, 可疏散肺热, 清泻胃热, 入肝经, 可清肝明目, 凉血止血, 常用于治疗风热外感, 喉咙肿痛之症^[2, 3]。肿节风性平, 味苦、辛, 有清热解毒之功; 归心、肝两经, 亦可疏散风热, 活血止痛^[4]。两药相合相须为用, 可增强清宣肺热, 清热解毒之功, 可治风热上炎所致的咽喉肿痛及目赤肿痛。玄参性微寒, 有清热解毒之功; 味甘、苦、咸, 入肺、胃、肾经, 可凉血散结, 滋阴生津, 用于治疗热入营血、热病伤阴之症^[5]。麦冬性微寒, 味甘、微苦, 归心、肺、胃三经, 有养阴润肺、益胃生津之功, 用于治疗胃阴不足, 津伤口渴之症^[6]。两药配伍, 可以清热养阴生津, 治疗热病伤津等症。诸药相辅相成, 可清热解毒, 利咽止痛, 生津润喉, 加之甘草以调和药性, 使其泻热而不伤津^[7]。

薄层色谱 (Thin-layer chromatography, TLC) 能够快速筛选有助于识别中药材、中药饮片及中药复方制剂等的化学成分, 能够高效辨别其真伪、质量优劣等^[8], 且其专属性较强。目前针对复方片仔癀含片全方的薄层鉴别研究较少, 林小燕等^[9] 采用 TLC 法鉴定蟾蜍菊及甘草两味药材, 连环^[1] 建立 TLC 法鉴定异嗪皮啶及甘草、麦冬两味药材。这些研究仅对复方片仔癀含片中蟾蜍菊、麦冬和甘草三味中药进行薄层鉴别, 并未对复方片仔癀含片中的其他中药进行薄层显色鉴别, 其对复方片仔癀含片的质量评价不够全面, 且鉴别的方法有待优化, 因此, 亟需提升复方片仔癀含片的薄层鉴别方法, 为复方片仔癀含片的综合质量评价提供依据, 促进其化学及生物质量标准的研究。

1 仪器与试剂

EX225DZH/AD 型十万分之一分析天平, 美国 OHAUS 公司; AR224CN 电子分析天平, 奥豪斯仪器有限公司; CASCADA III. I-10 实验室水纯化系统, 颇尔富迪生物分析仪器 (上海) 有限公司; KQ-500DE 型超声机, 昆山市超声仪器有限公司;

5814(R) 冷冻离心机, 德国 Eppendorf 公司; RV-10 旋转蒸发器, 广州 IKA 有限公司; AST-4 全自动点样器, 瑞士 CAMAG 公司; TLC Visualizer 2 紫外薄层扫描仪, 瑞士 CAMAG 公司。

对照品异嗪皮啶 (批号: 110736-202044)、甘草苷 (批号: 111610-201607)、三七皂苷 R1 (批号: 110745-201921) 购自中国食品药品检定研究院; 对照品异绿原酸 B (批号: MUST-22010705)、哈巴俄苷 (批号: MUST-22030411)、人参皂苷 Rb1 (批号: MUST-12091102)、人参皂苷 Rg1 (批号: MUST-19022811) 购自成都曼思特生物科技有限公司; 对照药材肿节风 (批号: 121048-202006)、玄参 (批号: 121008-202110)、甘草 (批号: 120904-201519)、三七 (批号: 120941-201810) 购自中国食品药品检定研究院。

二氯甲烷、乙酸乙酯、乙酸丁酯、石油醚、无水乙醇购自上海泰坦科技股份有限公司, 冰醋酸、硫酸、三氯甲烷、正己烷购自西陇科学股份有限公司, 甲苯购自衡阳市凯信化工试剂有限公司, 甲酸购自天津福晨化学试剂有限公司, 正丁醇购自上海联试化工试剂有限公司, 丙酮、氢氧化钠购自国药集团化学试剂有限公司, 无水硫酸钠购自天津福晨化学试剂有限公司, 香草醛购自上海阿拉丁生化科技股份有限公司, 以上试剂均为分析纯; 甲醇、氨水为色谱纯, 购自上海安谱实验科技股份有限公司。

复方片仔癀含片 (批号分别为 2104035、2201003 和 2204058) 由漳州片仔癀药业股份有限公司提供, 单味药材饮片蟾蜍菊 (批号 Q2304020)、肿节风 (批号 Q2304011)、玄参 (批号 11323-230201-0200)、麦冬 (批号 Q2304010)、甘草 (批号 Q2304003) 及片仔癀均由漳州片仔癀药业股份有限公司提供, 并经福建中医药大学药用植物实验室范世明正高级实验师鉴定, 符合《中国药典》一部相关饮片规定, 用于制备阴性样品。

2 方法与结果

2.1 蟾蜍菊的 TLC 鉴别

2.1.1 复方片仔癀含片供试品溶液制备

精密称取复方片仔癀含片 2g, 过 2 号筛, 加甲醇 25mL, 超声 30min, 滤过, 浓缩到 2mL, 即得供试品溶液。

2.1.2 对照品溶液制备

取异绿原酸 B 对照品适量, 加甲醇定容到 2mL 容量瓶, 制得异绿原酸 B 浓度为 $0.545\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的对照品溶液。

取蟛蜞菊药材 2.0g, 按照“2.1.1”项下制备的方法, 同步制备蟛蜞菊对照药材溶液。

2.1.3 阴性对照制备

制备不含蟛蜞菊药材的阴性对照样品, 按照“2.1.1”项下片仔癀含片供试品溶液制备的方法, 同步制备不含蟛蜞菊的阴性对照溶液。

2.1.4 薄层色谱条件

吸取复方片仔癀含片供试品溶液、异绿原酸 B 对照品溶液、蟛蜞菊对照药材溶液及阴性对照溶液各 $10\mu\text{L}$, 分别在同一硅胶 H 薄层板上点样, 取乙酸丁酯-甲酸-水 (7:2.5:2.5) 的上层溶液为展开剂, 展开后取出晾干, 置紫外光灯 (365nm) 下检视。

2.1.5 结果与分析

按照“2.1.4”项下方法点样、展开和检视, 结果如图 1 所示, 复方片仔癀含片供试品与异绿原酸 B 对照品、蟛蜞菊对照药材的相应位置上, 显相同颜色的荧光斑点, 没有出现明显的拖尾或重叠现象, 分离效果良好, 斑点清晰, 且阴性无干扰。

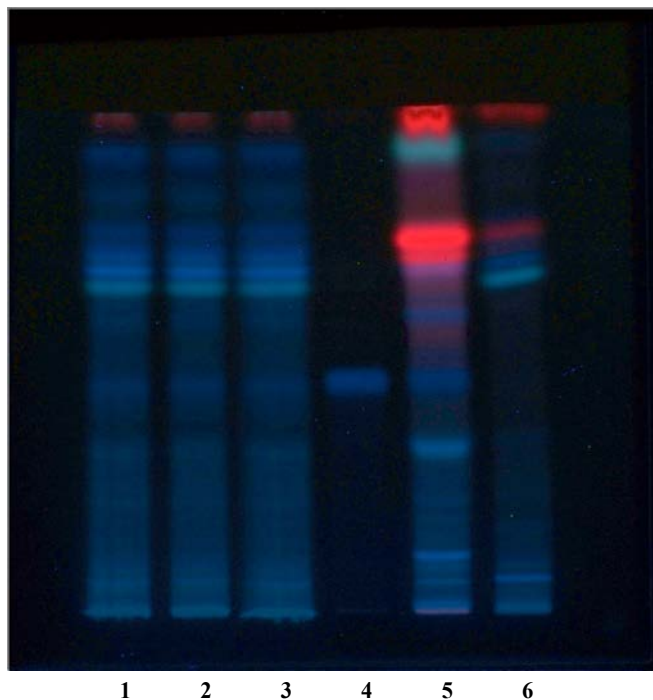


图 1: 复方片仔癀含片蟛蜞菊薄层色谱图

(注: 1~3: 不同批次复方片仔癀含片供试品溶液; 4: 异绿原酸 B 对照品溶液; 5: 蟛蜞菊药材溶液; 6: 缺蟛蜞菊阴性对照溶液)

2.2 肿节风 TLC 鉴别

2.2.1 复方片仔癀含片供试品溶液制备

精密称取复方片仔癀含片样品 10g, 置于锥形瓶中, 加入约 25mL 水, 超声 10min, 提取液转移至分液漏斗中, 用 25mL 水分次洗涤锥形瓶, 洗液并入同一分液漏斗中, 用二氯甲烷振摇萃取 5 次, 每次 20mL, 合并二氯甲烷提取液, 回收溶剂并蒸干, 用甲醇溶解残渣并转移至 10mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 2500rpm 离心 15min, 取上清液, 即得。

2.2.2 对照品溶液制备

取异嗪皮啉对照品适量, 加甲醇定容到 2mL 容量瓶, 制得异嗪皮啉浓度为 $0.525\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的对照品溶液。

取肿节风对照药材 2g, 按照“2.2.1”项下制备方法, 同步制备肿节风对照药材溶液。

2.2.3 阴性对照制备

制备不含肿节风的阴性对照样品, 按照“2.2.1”项下制备方法, 同步制备不含肿节风阴性对照溶液。

2.2.4 薄层色谱条件

精密吸取上述复方片仔癀含片供试品溶液、肿节风对照药材溶液及阴性对照溶液各 $5\mu\text{L}$, 异嗪皮啉对照品 $2\mu\text{L}$, 分别在同一硅胶 G 薄层板上点样, 以甲苯-乙酸乙酯-甲酸 (9:4:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光 (365nm) 下检视。

2.2.5 结果与分析

按“2.2.4”项下方法点样、展开和检视, 结果如图 2 所示, 供试品在与异嗪皮啉对照品、肿节风对照药材的相应位置上显相同颜色的荧光斑点, 没有出现明显的拖尾或重叠现象, 分离效果良好, 斑点清晰, 且阴性无干扰。

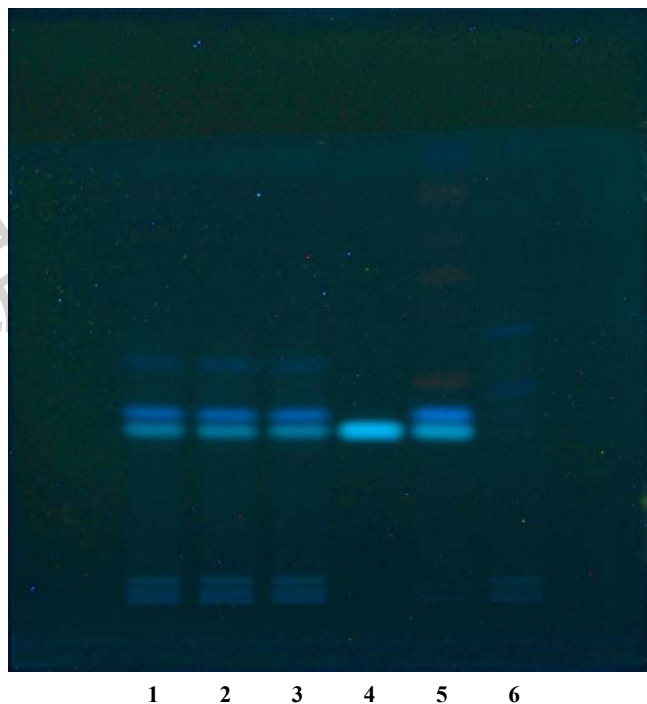


图 2: 复方片仔癀含片肿节风薄层色谱图

(注: 1~3: 不同批次复方片仔癀含片供试品溶液; 4: 异嗪皮啉对照品溶液; 5: 肿节风对照药材溶液; 6: 缺肿节风阴性对照溶液)

2.3 玄参 TLC 鉴别

2.3.1 复方片仔癀含片供试品溶液制备

取复方片仔癀含片粉末 30g, 置于锥形瓶中, 加入 75mL 甲醇, 浸泡 1h, 超声 30min, 滤过, 蒸干滤液, 用 25mL 水溶解残渣, 用水饱和的正丁醇振摇萃取 2 次, 每次 30mL, 合并正丁醇液, 蒸干, 残渣加甲醇 3mL 溶解, 作为供试品溶液。

2.3.2 对照品溶液制备

取哈巴俄苷对照品适量, 加甲醇定容到 2mL 容量瓶, 制得哈巴俄苷浓度为 $0.860\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的对照品溶液。

取玄参对照药材 0.5g, 按照“2.3.1”项下制备方法, 同

步制备玄参对照药材溶液。

2.3.3 阴性对照制备

制备不含玄参的阴性对照样品，按照“2.3.1”项下制备方法，同步制备不含肿节风阴性对照溶液。

2.3.4 薄层色谱条件

照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取上述复方片仔癀含片供试品溶液 12 μ L，哈巴俄苷对照品、玄参对照药材及阴性对照溶液各 5 μ L，分别在同一硅胶 G 薄层板上点样，以二氯甲烷-甲醇-水（20:4:1）的下层溶液为展开剂，置于用展开剂预饱和 15min 的展开缸内，展开，取出，晾干，喷以 5% 香草醛硫酸溶液，热风吹至斑点显色清晰。

2.3.5 结果与分析

按“2.3.4”项下方法点样、展开和显色，结果如图 3 所示，供试品在与哈巴俄苷对照品、玄参对照药材的相应位置上显相同颜色的斑点，没有出现明显的拖尾或重叠现象，分离效果良好，斑点清晰，且阴性无干扰。

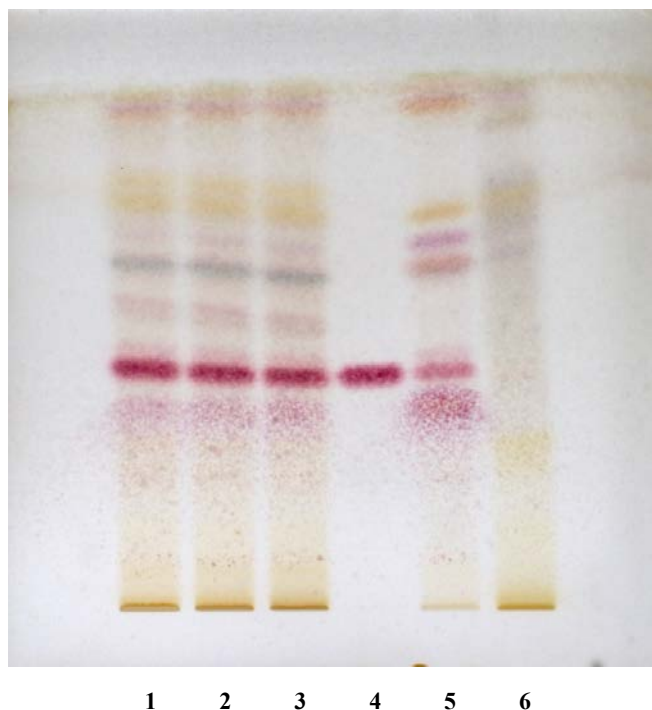


图 3：复方片仔癀含片玄参薄层色谱图

（注：1～3：不同批次复方片仔癀含片供试品溶液；4：哈巴俄苷对照品溶液；5：玄参对照药材溶液；6：缺玄参阴性对照溶液）

2.4 甘草 TLC 鉴别

2.4.1 复方片仔癀含片供试品溶液制备

取复方片仔癀含片样品 15g，研细，加石油醚 50mL，超声 10min，滤过，滤渣挥尽石油醚，加入 30mL 甲醇，超声 15min，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20mL，超声溶解，滤过，滤液用水饱和的正丁醇振荡萃取 2 次，每次 15mL，合并正丁醇提取液，用正丁醇饱和的水 10mL 洗涤，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇 1mL 溶解，作为供试品溶液。

2.4.2 对照品溶液制备

取甘草苷对照品适量，加甲醇定容到 2mL 容量瓶，制得甘草苷浓度为 0.540mg·mL⁻¹ 的对照品溶液。

取甘草对照药材 0.25g，按照“2.4.1”项下制备方法，同步制备甘草对照药材溶液。

2.4.3 阴性对照制备

制备不含甘草的阴性对照样品，按照“2.4.1”项下制备方法，同步制备不含甘草阴性对照溶液。

2.4.4 薄层色谱条件

吸取上述复方片仔癀含片供试品溶液、阴性对照溶液各 12 μ L，甘草苷对照品、甘草对照药材各 5 μ L，分别在使用 1% 氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上点样，以乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水（15:1:1:2）为展开剂，薄层板置展开缸中预平衡 10min，展开，取出，晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，在 105℃ 加热至斑点显色清晰，在紫外光（365nm）下检视。

2.4.5 结果与分析

按“2.4.4”项下方法点样、展开、显色和检视，结果如图 4 所示，供试品在与甘草苷对照品、甘草对照药材的相应位置上显相同颜色的荧光斑点，没有出现明显的拖尾或重叠现象，分离效果良好，斑点清晰，且阴性无干扰。

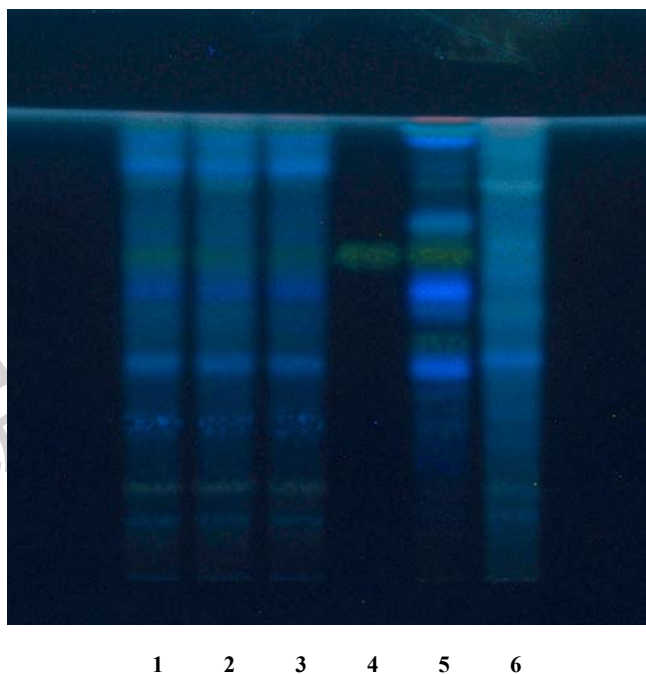


图 4：复方片仔癀含片甘草薄层色谱图

（注：1～3：不同批次复方片仔癀含片供试品溶液；4：甘草苷对照品溶液；5：甘草对照药材溶液；6：缺甘草阴性对照溶液）

2.5 片仔癀 TLC 鉴别

2.5.1 复方片仔癀含片供试品溶液制备

取复方片仔癀含片，研细，取 3g，置具塞锥形瓶中，加甲醇 10mL，超声 15min，放置 30min，取上清液作为供试品溶液。

2.5.2 对照品溶液制备

取人参皂苷 Rb1，三七皂苷 R1 及人参皂苷 Rg1 对照品适量，加甲醇定容到 2mL 容量瓶，制得人参皂苷 Rb1，三七皂苷 R1 及人参皂苷 Rg1 浓度分别为 0.595，0.795 和 0.930mg·mL⁻¹ 的对照品溶液。

取三七对照药材 0.5g，按照“2.5.1”项下制备方法，同步制备三七对照药材溶液。

2.5.3 阴性对照制备

制备不含片仔癀的阴性对照样品，按照“2.5.1”项下制备方法，同步制备不含片仔癀阴性对照溶液。

2.5.4 薄层色谱条件

吸取上述复方片仔癀含片供试品溶液、对照品溶液、三七对照药材溶液及阴性对照溶液各 3 μL，分别在同一硅胶 G 薄层板上点样，以在 10℃ 以下放置过夜的三氯甲烷-甲醇-水（65:35:10）的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，在 105℃ 加热至斑点显色清晰。

2.5.5 结果与分析

按“2.5.4”项下方法点样、展开和显色，结果如图 5 所示，供试品在与对照品、对照药材的相应位置上显相同颜色的斑点，没有出现明显的拖尾或重叠现象，分离效果良好，斑点清晰，且阴性无干扰。

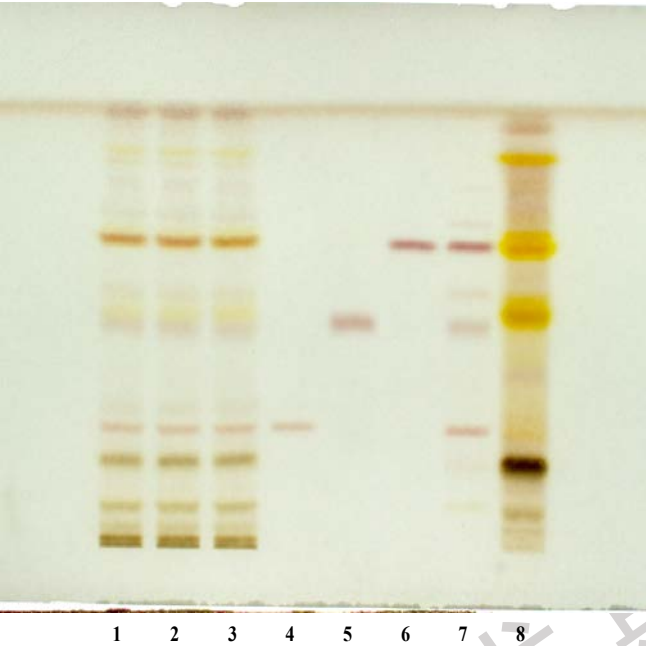


图 5：复方片仔癀含片片仔癀薄层色谱图

（注：1～3：不同批次复方片仔癀含片供试品溶液；4：人参皂苷 Rb1 对照品溶液；5：三七皂苷 R1 对照品溶液；6：人参皂苷 Rg1 对照品溶液；7：三七对照药材溶液；8：缺片仔癀阴性对照溶液）

3 讨论

本研究对复方片仔癀含片的蟾蜍菊、肿节风、玄参、甘草和片仔癀药材进行薄层鉴别项的化学质量标准提升研究，其在原来质量标准上新增蟾蜍菊中异绿原酸 B 对照品及片仔癀的鉴别，并在原有薄层鉴别基础上引入对照品或者对照药材，比如，在异嗪皮啉 TLC 鉴定项引入肿节风对照药材；在玄参

TLC 鉴定项引入哈巴俄苷对照品；在甘草 TLC 鉴定项引入甘草苷对照品。在蟾蜍菊、肿节风、玄参、甘草及片仔癀薄层色谱中，复方片仔癀含片供试品与对照药材、对照品的相应位置上显相同颜色斑点，没有出现明显的拖尾或重叠现象，分离效果良好，斑点清晰，且无阴性干扰。

本研究对供试品溶液制备方法及展开剂条件进行优化，如：使用二氯甲烷代替三氯甲烷，降低体系毒性；在玄参 TLC 鉴别，参照《中国药典》（2020 版），展开剂使用三氯甲烷-甲醇-水（12:4:1）的下层溶液，实验中发现其 R_f 值过大，因此，进行展开剂条件的优化，最终确定为二氯甲烷-甲醇-水（20:4:1）的下层溶液为玄参 TLC 鉴别的展开剂。本研究填补了目前无简便有效薄层色谱方法鉴别复方片仔癀含片中玄参等中药的空白。

本研究建立了 TLC 法鉴别了复方片仔癀含片蟾蜍菊、肿节风、玄参、甘草和片仔癀药材，可为复方片仔癀含片化学质量标准提升奠定基础。

参考文献：

[1] 连环. 复方片仔癀含片的薄层色谱鉴别[J]. 海峡药学, 2011, 23(10):67-68.

[2] 李兴. 蟾蜍菊化学成分及抗肿瘤活性研究[D]. 河北医科大学, 2008.

[3] THAO N P, BINH P T, LUYEN N T, et al. alpha-Amylase and alpha-Glucosidase Inhibitory Activities of Chemical Constituents from Wedelia chinensis (Osbeck.) Merr. Leaves[J]. J Anal Methods Chem, 2018,2018: 2794904.

[4] 张力丹, 于畅, 庞欣怡, 等. 肿节风及其复方制剂临床应用研究进展[J]. 亚太传统医药, 2023, 19(03):252-255.

[5] 戴瑶瑶, 闫滨滨, 颜雨豪, 等. 玄参中环烯醚萜类化合物的研究进展[J]. 中草药, 2023, 54(09):2993-3003.

[6] 万梅绪, 原景, 张燕欣, 等. 麦冬提取物及其有效成分的药理作用研究进展[J]. 药物评价研究, 2023, 46(08):1819-1826.

[7] 李彦承, 贺爽, 周正灿, 等. 中药方剂配伍中“使药”作用探究[J]. 世界中医药, 2023, 18(02):163-169.

[8] KOWALSKA T, SAJEWICZ M. Thin-Layer Chromatography (TLC) in the Screening of Botanicals-Its Versatile Potential and Selected Applications[J]. Molecules, 2022,27(19):6607.

[9] 林小燕. 薄层色谱法鉴别复方片仔癀含片中的蟾蜍菊与甘草[J]. 海峡药学, 2001(03):63-64.

（上接第 1 页）
< 0.05，具有统计学意义，见表 2。

表 2：两组患者临床治疗效果对比（n=44）

	显效	有效	无效	有效率
对照组	17	21	6	86.36%
治疗组	31	11	2	95.45%

3 讨论

哮喘作为一种慢性气道炎症疾病，其在发作时，一旦出现气喘、发绀、呼吸困难等表现^[2]，患者多合并有呼吸衰竭，极大的增加了患者的病死率。虽然哮喘患者经药物治疗后，病情大多能够得到控制，但是仍有部分患者的治疗效果不佳，导致气道痉挛加重，甚至导致患者出现昏迷、呼吸肌衰竭等情况。本次通过给予患者无创呼吸机辅助通气，有效的缓解

了患者的缺氧状态，快速为患者提供呼吸支持，极大的提高了重症哮喘患者的早期抢救效果。本次研究研究结果表明，给予重症哮喘合并呼吸衰竭的患者机械通气，能够快速提高患者的血氧含量，平稳患者的生命体征状态，降低缺氧对机体造成的损伤，进而提高患者的预后和生活质量。在常规治疗的基础上，给予重症哮喘合并呼吸衰竭患者急诊机械通气进行救治，能够快速缓解患者的临床症状，稳定患者生命体征，降低患者的病死率，为临床治疗争取宝贵时间。

参考文献：

[1] 陈岩. 重症哮喘合并呼吸衰竭应用急诊治疗的临床分析[J]. 当代医学, 2016, 22(24):33-34.

[2] 党瑞志. 机械通气治疗重症哮喘合并呼吸衰竭患者 40 例效果观察[J]. 当代医学, 2014, 20(34):19-20.