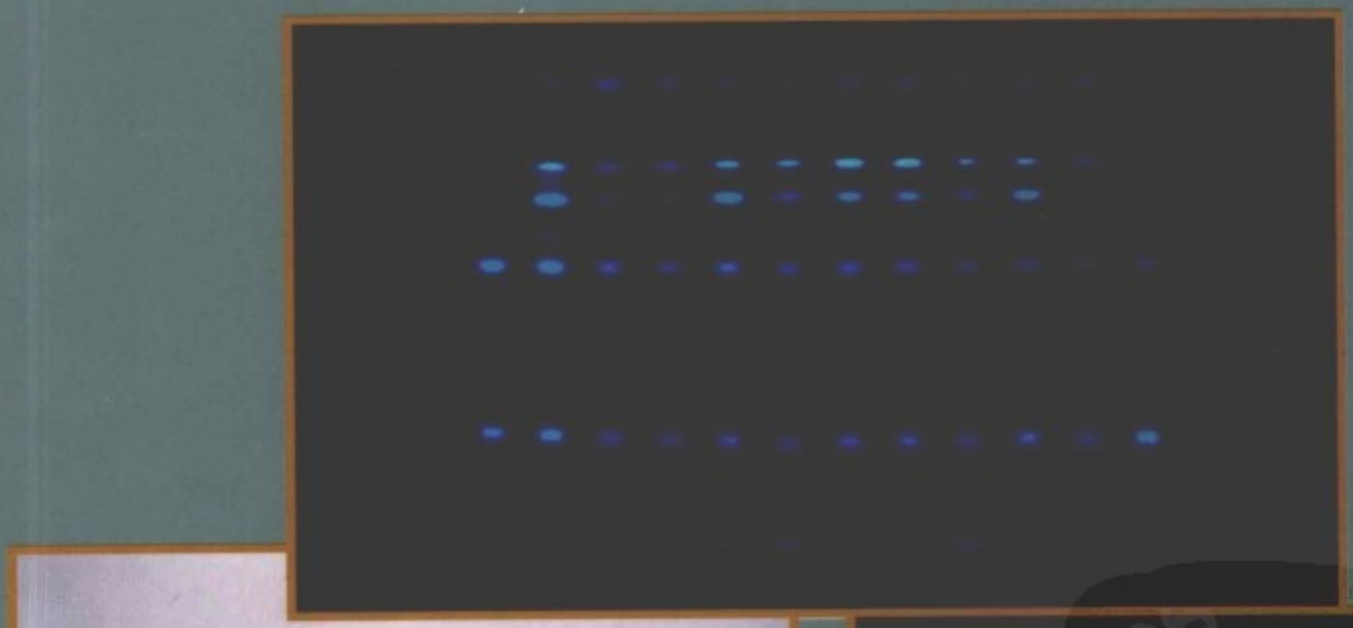
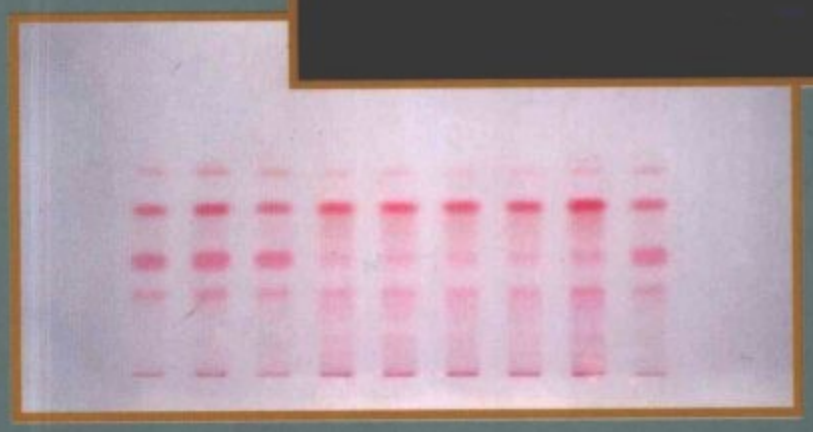
中华人民共和国药典

中药材薄层色谱彩色图集

（第一册）

国家药典委员会







人民卫生出版社

需要全本请访问 www.ertongbook.com

中华人民共和国药典

中药材薄层色谱彩色图集

（第一册）

策划编辑　匡罗均
责任编辑　李　宁
　　匡罗均
封面设计　郭　淼
版式设计　魏红波

ISBN 978-7-117-10635-1
9 787117 106351 >
定　价：450.00 元

中华人民共和国药典

中药材薄层色谱彩色图集

（第一册）

国家药典委员会

编委会主任：周福成

编委会副主任：钱忠直　谢培山

主　　编：谢培山　钱忠直

副 主 编：鲁　静　王峥涛　王　旭　石上梅

常务编委：（按姓氏笔画排序）

王　旭　王峥涛　石上梅　冯　丽　孙文基

李咏雪　张小茜　张清波　季　申　周福成

祝　明　郭　伟　钱忠直　谢培山　鲁　静

编　　委：（按姓氏笔画排序）

于江泳　王京辉　马临科　朱红宏　乔　菲

李蒙蒙　宋宗华　何　轶　张紫佳　林锦峰

郝　博　倪　龙　徐　玲　鲁寅生　赖道万

翟为民　颜玉贞　戴　敬

审　　校：（按姓氏笔画排序）

王　旭　王峥涛　石上梅　冯　丽　张小茜

张立群　张清波　陆惠文　季　申　祝　明

鲁　静

英文审译：鲁　静　王峥涛　石上梅　何　轶

人民卫生出版社

图书在版编目(CIP)数据

中华人民共和国药典中药材薄层色谱彩色图集.(第一册)/国家药典委员会编著. —北京：人民卫生出版社，2009.1

ISBN 978-7-117-10635-1

Ⅰ.中… Ⅱ.国… Ⅲ.中药材-薄层色谱-图集 Ⅳ.R282-64

中国版本图书馆 CIP 数据核字（2008）第 143176 号

中华人民共和国药典

中药材薄层色谱彩色图集

（第一册）

编　　著：国家药典委员会
出版发行：人民卫生出版社(中继线 010-67616688)
地　　址：北京市丰台区方庄芳群园 3 区 3 号楼
邮　　编：100078
网　　址：http://www.pmph.com
E - mail：pmph @ pmph.com
购书热线：010-67605754　010-65264830
印　　刷：北京人卫印刷厂(铭成)
经　　销：新华书店
开　　本：889×1194　1/16　　**印张**：27.25
字　　数：802 千字
版　　次：2009 年 1 月第 1 版　2009 年 1 月第 1 版第 1 次印刷
标准书号：ISBN 978-7-117-10635-1/R・10636
定　　价：450.00 元

版权所有，侵权必究，打击盗版举报电话：010-87613394
（凡属印装质量问题请与本社销售部联系退换）

序

中医中药是我国优秀传统文化的瑰宝，是我国医疗卫生保健事业中重要的保障力量。胡锦涛总书记在党的十七大报告中明确提出，要扶持中医药和民族医药事业发展。这就为传承和发展中医中药提供了一个前所未有的机遇。众所周知，中药是中医防治疾病的主要物质基础，其质量直接影响到中医临床的疗效，也是弘扬中医中药和中药走向世界的瓶颈问题。

《中华人民共和国药典》是保证国家药品质量的一部法典，由国家药典委员会组织编著的《中华人民共和国药典中药材薄层色谱彩色图集》，是《中国药典》的配套丛书之一，将《中国药典》中采用的薄层色谱鉴别中药材的内容，通过图文的形式，科学翔实、形象生动地展现在读者面前。

中药材质量的优劣，直接影响中医的疗效，直接影响中成药的质量和疗效，从而直接关系到人民的用药安全有效和质量可控。薄层色谱鉴别的方法，是中药材真实性鉴别的重要手段之一，具有快速、直观、信息量大的特点，能够从一个方面反映中药材的质量，控制中药材的质量。而采用“对照药材”对照来进行薄层色谱的鉴别，以中药材对照品的整体色谱特征进行对比鉴别，是保证《中国药典》的科学性和可应用性的基本手段，也是该书的重要特色。

该书信息量大、数据翔实，样品全部为最新收集来自不同来源的中药材，具有很强的代表性；所有中药材的薄层色谱图谱均为作者依据薄层鉴别实验所得的原图，应用先进的数码摄影技术采集，同时又对《中国药典》中的薄层鉴别方法进行了详尽的补充和提高，因而保证该书既是《中国药典》中药材薄层色谱鉴别的一部标准图谱，又是一部中药材鉴定科研成果的专著，具有广泛的科学性和实用性。笔者欣喜地注意到，该书所有内容均为原创，图谱逼真、清晰、薄层色谱特征明显，它必将对推动中药的质量控制和研究、应用以及中医药事业的健康发展，提升我国中药监管水平产生重要而深远的影响。

笔者深信，该书对从事药品检验、教学、科研、中成药生产等方面的机构和有关人员是一部很有价值的工具书；鉴于该书在出版中文版本的同时，还同步出版发行英文版本，因而对于促进中药的国际交流以及对于国际上从事中药质量和生产的有关人员亦是一部有价值的参考书，对于国际学术界及药品监管当局了解我国中药研究的科学基础及发展近况也是一个重要介绍，相信必将有助于推动中医药走向世界。

全国人大常委会副委员长
中国药学会理事长
中国工程院院士
中国药品生物制品检定所研究员

2008年8月15日　于北京

需要全本请访问 www.ertongbook.com

前言

本图集由中华人民共和国药典委员会组织中国药品生物制品检定所、上海市药品检验所、浙江省药品检验所、北京市药品检验所、河北省药品检验所、黑龙江省药品检验所、广东省药品检验所、湖北省药品检验所、江苏省药品检验所、珠海科曼中药研究有限公司、上海中药标准化研究中心、西北大学等单位共同完成。于2004年12月正式启动，经审稿、定稿、统稿等程序，历时3年余完成了第一阶段的编纂工作。首先制定了相关的实验规程和编写细则，并对书名、内容、版式及实验规程中的仪器设备、样品收集、实验方法等问题予以明确。所有薄层彩色图谱均为最新制作，各起草单位按高标准完成了工作，多数图谱均经复核，以获得良好的重现性。

本图集将分册出版。本册图集为第一册。

本图集是《中国药典》现行版的配套丛书，为《中国药典》中药材的鉴别提供对照图谱。

本图集采用《中国药典》2005年版规定的方法进行实验，图谱集编纂过程中对部分品种的色谱条件进行了优化，并予以说明，修订部分的内容将在《中国药典》增补本及新版《中国药典》中陆续收录。

图集中使用的对照品、对照药材均由中国药品生物制品检定所提供。

图集中所用的样品由起草单位自行采集，同时也注意收集了中药材专业市场的样品，其中包括陕西万寿路中药材专业市场、广东清平及普宁中药材专业市场、安徽亳州中药材专业市场、河北安国中药材专业市场、江西樟树中药材专业市场等，因此样品来源遍及全国，颇具代表性。所有样品均经专门鉴定。除极个别注明为炮制品外，均为药材，一般为统货。所用药材产地明确者一般标出产地；从中药材市场上收集购买的，则标出购买地。中药材的植物来源，原则上要明确到种，药材为单一植物来源的不标注植物来源，仅标注药材名；《中国药典》规定有多个植物来源的，如原植物来源清楚的，注明所用药材植物来源的拉丁学名；未注明来源的品种，系涵盖《中国药典》收载的各种来源。

本图集所记载的温湿度均为实际操作时的温度及相对湿度，供操作参考。日常检验时，操作人员可根据不同实验室的情况，对温度及相对湿度等实验条件进行适当调整。

本图集正文每品种仅选择性地收载一种薄层板的图谱，其他放在不同薄层板的比较中予以记载，以供参考。

瑞士CAMAG公司给予本图谱集技术支持，并提供了部分薄层色谱设备；本图谱集还得到了香港力扬企业的大力协助，提供了全部MN薄层板等。此外，还得到了烟台市化学工业研究所的积极协助，提供了硅胶薄层板，在此一并表示感谢。同时也感谢香港力扬企业黄凯扬先生的鼎立协助。

目录

总　论

第一章　概述……3
第二章　器材与操作……5
第三章　影响薄层色谱分析的主要因素……8

各　论

八角茴香……17
人　参……20
人参叶……24
三　七……27
三白草……30
三　棱……33
土荆皮……37
大血藤……40
大　枣……43
大　黄……47
山茱萸……50
山　柰……53
山银花……56
山　楂……59
千金子……63
川木香……66
川　芎……71
川楝子……74
干　姜……77
广　枣……81
马钱子……84
天山雪莲……87
天仙子……90
天花粉……93
天　麻……96
天然冰片(右旋龙脑)……101
木　香……104
木　贼……107
木　通……110
五味子……113
五倍子……116
牛　黄……119
牛蒡子……125
牛　膝……128
毛诃子……131
升　麻……135
片姜黄……138
化橘红……141
丹　参……144
乌　药……150
乌　梅……153
巴　豆……156
巴戟天……159
水飞蓟……162
功劳木……165
甘　草……168
甘　遂……171
石菖蒲……175
龙　胆……178
北豆根……182

白　及……185
白　术……188
白　芍……191
白　芷……194
白　蔹……198
瓜蒌皮……203
玄　参……206
半边莲……210
母丁香……213
地肤子……216
地　榆……220
地锦草……224
西红花……227
西洋参……234
百　合……238
当　归……242
肉豆蔻……248
肉　桂……251
竹节参……257
延胡索（元胡）……262
华山参……266
伊贝母……270
血　竭……273
合欢皮……281
合欢花……284
决明子……286
关黄柏……291
灯心草……294
防　己……297
防　风……300
红大戟……303
红　花……306
红　参……309
红景天……312
麦　冬……315
麦　芽……318
远　志……321
赤　芍……324
芫　花……327
花　椒……330
芥　子……333
苍　术……336
苍耳子……339
苏　木……343
苏合香……346
杜仲叶……349
豆　蔻……352
两头尖……355
连钱草……358
连　翘……361
吴茱萸……364
牡丹皮……367
体外培育牛黄……371
何首乌……375
伸筋草……382
佛　手……386
余甘子……389
谷精草……390
辛　夷……393
沙　棘……396
诃　子……399
补骨脂……403
灵　芝……406
阿　胶……409
阿　魏……413
陈　皮……417
鸡血藤……420

中文索引……索引 1
汉语拼音索引……索引 3
拉丁名索引……索引 5

总　论

第一章　概　　述

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。自《中华人民共和国药典》(1990 年版一部)起,薄层色谱鉴别除有化学对照品作为鉴别药材的指标成分对照品以外,鉴于单一化学对照品不能反映药材的整体特征,一些多种植物共存的化学成分没有专属性,以及没有化学对照品鉴别就无法进行的问题,开始增加了“对照药材”,以药材对照品的色谱整体为特征进行对比鉴别,解决了上述存在的问题,并于 1993 年委托药典委员谢培山先生主持试验研究和编写出版了《中华人民共和国药典 1990 年版中药薄层色谱彩色图集》,供实际应用的中药参考资料。在该书的第一章中根据多年的实践经验并参考 Friedrich Geiss 的《Fundamentals of Thin Layer Chromatography (Planar Chromatography)》一书的内容,从实用的角度叙述了薄层色谱实际操作中的各个环节的注意事项,起到了薄层色谱操作规范化的指导作用。但是直至《中国药典》2000 年版,中药薄层色谱鉴别基本是以手工点样、实验室自制薄层板为基础的较为粗放的操作进行试验,由于硅胶材料的质量不高和手工操作的个体差异较大,致使色谱质量仍然不高,分离度、重现性均难以达到满意的效果。自 20 世纪 90 年代以来,国外尤其是欧洲国家在薄层色谱技术及相应的仪器开发上逐步有了很大发展,目前已经达到单元操作计算机自动化,高质量商品预制薄层板(常规板与高效板)代替了自制薄层板,进入一个高层次的仪器化和微机化的阶段。美国药典、欧洲药典等对草药(植物药)均采用薄层色谱鉴别,并有规范化的要求,以保证结果的专属性和可重现性,这对药典的实施是非常重要的。因此,我国药典在中药的薄层色谱鉴别的应用和推广也需要在技术层面有明显的提高。由于本彩色图集的编辑及出版发行滞后于现行版《中国药典》,所以它的编辑出版就具有承前启后的作用,既承接 2005 年版的已经收载的品种薄层色谱鉴别的原方法,也为下一版的修订和增删打下基础。本图集基本采用商品预制薄层板,对现行版《中国药典》中收载的方法如有需要则进行适当的修订或改进。如过去遗留下来的某些品种的展开剂用苯作为展开剂之一,但因为苯的毒性在欧美已禁用,所以必须更改。薄层板的活化、点样、展开、显色、色谱图像的拍摄和制作等均有新的规定。在《中国药典》2005 年版中的某些品种的色谱条件在本图集中进行了修改,修改后的条件将在药典增补本陆续补充公布。

实施薄层色谱鉴别时,通常需要注意下列各项问题:

1. 样品的预处理　供试品溶液的制备一般用溶剂提取法(液液萃取、加热回流、超声提取等),挥发油可直接用溶剂稀释即可。如样品含有较多的杂质,如鞣质、叶绿素、糖、黏液质等,应该采取适当的预处理将供试品溶液“除杂”,以便获得比较“洁净”的薄层色谱图像。尤其某些成分较为复杂的中药材和一些中药制剂,如人参需经过液 - 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溶液及对照药材溶液制备应量化操作,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,但供试品溶液、对照药材溶液、化学对照品溶液均定量制备,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,还可以粗略地进行量化评价,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

需要全本请访问 www.ertongbook.com

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 “量”的差别。

4. 在有条件的情况下，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（指纹图谱）加以鉴别，以提高鉴别的准确性。

5. 注意环境条件对样品色谱行为的影响　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《中国药典》编写体例的限制和我国大多数实验室的客观实际，虽然在《中国药典》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。本图集均记录了各品种薄层色谱操作时的温度和相对湿度，供读者参照，在相近似的环境下操作。

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像。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《中国药典》正文受体例的限制，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。

关于如何界定同一品种的商品药材存在的个体差异的问题。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。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（指纹图谱）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，求大同存小异，做出合理的判断，这就相当于目前中药色谱指纹图谱分析中提出的“相似度”。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，所以《中国药典》中并非所有的品种都设有对照药材。

第二章　器材与操作

一、仪器与材料

（一）薄层板

为了得到有良好的分离度和重现性的色谱，一般均用商品预制板（普通板和高效板）。不同生产厂商的预制板由于硅胶原料和加工、制备过程的差异，质量不可能一致。如有的商品预制板比较适合脂溶性成分的展开，而不适合极性较大成分且需在展开剂中加水的样品；有的硅胶颗粒的细度分布范围较宽，批间质量不一致，造成重现性差；而不同厂商所用高分子有机黏合剂各不相同，也是影响色谱质量和重现性的主要原因之一。所以特别是成分较复杂、色谱斑点很多的样品，对预制板的质量要求比较严格。这种情况与液相色谱柱很相似，所以对商品预制板的选择是应该考虑的重要因素之一，本图集中每一个品种均采用了进口商品普通预制板、进口高效预制板，国产不同厂家的预制板（需要说明的是鉴于文献报道最常用的 Merck 预制板价格较为昂贵，为了尽量降低分析成本，只用了德国 MN 的预制板）及自制板来考察。

（二）点样器材

最常用的也是最方便的点样器是定量点样毛细管（微升毛细管），规格有 0.5μl、1.0μl、2.0μl、5.0μl、10μl 等多种。本图集为了保证色谱的图谱质量，基本上采用半自动或自动的条带状喷雾点样，少数品种是点状点样。实际应用中如无半自动或自动条带状喷雾点样仪，也可手工接触式点状点样或条带状点样，但操作需要细致小心，原点尽量减少溶剂扩散现象，特别是点样量较大时更要注意。

（三）展开箱（展开缸）

应当用薄层色谱专用的展开箱（缸），展开箱有水平式和直立式两种类型；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、可控制展开箱内相对湿度等优点，故推荐使用此种展开箱。大多数中药样品适宜用直立式不饱和或部分饱和（展开前使溶剂蒸气在展开箱内扩散平衡一定时间，然后放入薄层板）展开。如需饱和展开，展开箱内壁放同样大小的滤纸，可促使箱内尽快达到饱和状态。

（四）显色与检测仪器

展开后的薄层板，大多需要用某些试剂（显色剂）使展开后的斑点显色。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的玻璃槽，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，显色后的图像供分析用（需要时可加热）。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 GF_{254} 板在荧光背景下的荧光淬灭暗色斑点。选用紫外光灯应注

意荧光管的功率和滤光片的规格。

二、操作方法

（一）薄层板的准备

预制薄层板如贮藏时间过长，或因贮藏环境条件不良，其表面涂布的硅胶吸附剂（固定相）容易被污染，所以需要在使用前预洗，一般是用甲醇、甲醇 - 二氯甲烷混合溶剂或异丙醇在不密闭的展开缸中上行展开至最前沿，取出晾干，重新活化。通常只要对色谱与本图集的色谱比较没有显著的差异以致影响到对鉴别结果的判断，实验室的手工自制板仍然可以采用，但必须注意保证自制板的质量。如高质量的硅胶、表面光洁、平整的玻璃板、良好的薄层涂布工具和纯熟的手工铺板技巧。如需将硅胶薄层板改性，预制板可浸入改性溶液中数秒钟即应取出（如有条件，可用专用的浸渍缸），晾干，活化后使用。手工自制板可将正文规定的改性溶液代替水加入硅胶中拌浆铺板。其他如纤维素板、聚酰胺板，一般均用商品预制板。

（二）点样

除另有规定外，按规定用微升毛细管分别吸取供试品溶液或对照品溶液，以垂直方向小心接触薄层表面，做点状点样或条带状点样（或用符合要求的手动、半自动、自动点样工具点样，条带状点样最好用专用的半自动或自动点样仪）。点样基线与底边距离，视所用板的大小，可相距 10~15mm（普通板）或 8~10mm（高效板），多数品种采用长度为 10cm 的板，故点样距底边 10~15mm 为宜。样品原点之间的距离视情况为 5、8、10mm；一般采用条带状点样，宽约 8~10mm（普通板）或 5~8mm（高效板），高以不超过 1mm 为宜（预制板或加固的自制板，用专门的条带状点样器械喷雾点样，可保证点样的质量）。如采用点状点样，原点直径应不大于 3mm（高效板原点直径应更小）。点样时应注意尽量不要损伤薄层表面，如为条带状点样，应注意条带的均匀。

（三）展开

点样后的薄层板置入加有展开剂的展开箱（展开缸）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 70~90mm（普通板），必要时可用长度为 15 或 20cm 的板，展距可适当延长至 12~14mm。高效板的适宜展距为 50~70mm。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槽中加入适量的溶剂，密闭放置一定时间后，再将薄层板放入展开箱中展开（最常用）。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。如需在溶剂蒸气饱和状态展开，则在展开缸的内侧加一与缸的内壁同样尺寸的滤纸，用展开溶剂湿润，如法预饱和一定时间后，将载有样品的薄层板迅速放入展开缸中，密闭，展开。如有需要薄层板与展开缸同时饱和的，则将薄层板放在双槽展开缸的没有溶剂的一侧，待饱和后，将展开缸稍倾斜而将展开溶剂从另一槽内流入放有薄层板的槽内，展开，但该方法很少用。

展开剂用的溶剂需使用分析纯并于临用前配制，不可多次反复使用。展开剂如需分层，则放置分层后按要求分取上层或下层，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拖尾。加热显色须注意加热时间和温度，如用含羧甲基纤维素钠的手工自制薄层板代替预制板，注意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，需要特别留意。有的成分加试剂（如挥发油成分或甾醇类成分经香草醛硫酸、硫酸醋酐等试剂显色）后，加热温度高低和时间长短不同或放置时间不同，斑点的显色可能随时间而有所改变。

有的品种可熏以试剂或试液的蒸气（如碘蒸气、氨蒸气）显色。

第三章　影响薄层色谱分析的主要因素

常规薄层色谱由于具有同板同时可以检测多个样品，分析时间短，固定相（吸附剂）相对价廉，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，可同板直观观察相互比较等优点而在中药分析方面被广泛使用。但另一方面，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色谱行为影响很大，被分离的物质色谱行为机制也很复杂；其次是由于分析的全过程是离线多步骤操作，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品溶液的制备

一般认为薄层色谱所用固定相（薄层板）可即用即弃，不怕供试品溶液中杂质的污染，因而样品无需净化精制，这是问题的一个方面；另一方面，在实践中，由于中药的成分复杂，未知成分多，供试品溶液中溶出的物质较多，其中既有待测成分也有其他“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。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，使供试品溶液得以净化，往往是一个重要的有时甚至是关键的步骤。制备样品供试品溶液所用的溶剂一般要求溶解度不宜太大，黏度不宜太高，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，当然待测成分和许多其他“杂质”均被提取出来，供试液的净化就显得更为必要。

例如白头翁的鉴别，若用甲醇直接提取点样，则白头翁皂苷受其所含糖类成分的影响斑点拖尾严重，而将提取液浓缩后以少量水溶解加至 C-18 小柱上，分别用水、30% 甲醇和甲醇洗脱，收集甲醇洗脱液浓缩点样，则主要成分的斑点清晰可辨（见图 1）。又如人参与红参的鉴别中，由于人参皂苷 R_0 具有一个羧基，导致其在色谱分离中的 Rf 值经常发生变化，时常与人参皂苷 Rb_2 或人参皂苷 R_0 重叠在一起，导致图谱分辨率下降。而将提取液通过（中性）Al_2O_3 柱，再用 50% 乙醇洗脱后浓缩点样，则除去人参皂苷 R_0 的色谱图清晰程度和重现性均有提高（见图 2）。

样品供试液净化的方法：

1. 单一溶剂提取法　如浙贝母、平贝母、华山参、洋金花等均利用在碱性介质下用三氯甲烷将其所含的生物碱有选择地提取出而舍弃其他成分。使供试液得以净化。

2. 分段提取法　如丹参可以先用乙酸乙酯提取，供鉴别菲醌类脂溶性成分；药渣继用水提取，供鉴别酚酸类水溶性成分。

3. 液 - 液萃取法　如延胡索的鉴别，将水溶液碱化后用乙醚萃取，将生物碱提出再进行薄层鉴别。



图 1　左：未经 C-18 小柱的白头翁样品；右：经过 C-18 小柱的白头翁样品。(*：白头翁皂苷 C)

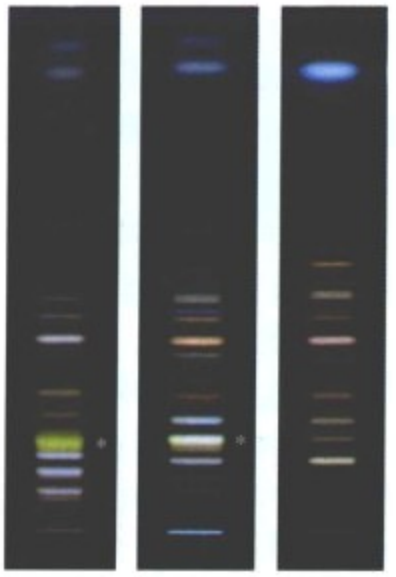


图 2　左：未经 Al_2O_3 小柱的人参样品；中：未经 Al_2O_3 小柱的红参样品；右：经过 Al_2O_3 小柱的红参样品。(*：与其他皂苷斑点位置重叠的人参皂苷 R_O)

4. 固 - 液萃取法　用匿 - 液萃取制备供试品溶液是色谱分析常用的方法，目前常用的有化学键合相小柱，如硅烷化硅胶小柱(C-8，C-18 小柱)、氨基键合相小柱、腈基键合相小柱以及硅胶小柱、氧化铝小柱、聚酰胺小柱及大孔树脂小柱等。本版药典用的较多的是 C-18 小柱；其次有(中性)氧化铝小柱，如青叶胆、黄芪、断血流等。此外，益母草是用活性炭和中性氧化铝混合小柱。用氧化铝须注意颗粒不可太粗或太细(一般可用 100~120 目)，活性能保持在 2~3 级，用适当的玻璃小柱装填，氧化铝吸附力较强，选用时应有针对性。

二、薄层色谱的点样技术

点样是薄层色谱分析的第一步，也是非常关键的一步。它既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，因为不良的点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，如点样容积过大将明显降低分离效率。中药供试品溶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点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 11~12μm，高效预制板 5~7μm)而均匀，明显提高了分离效率，对点样的要求更高了。如常规预制板展距 100mm，原点直径小于 3mm，展开后如斑点直径扩散到 6mm，则斑点容量(或称分离数，SN)为 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 SN=15。但如果点样量不适当地加大，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 SN=6，即使延长展距至 100mm，SN 也仅达到 11，更不可能达到 15[1]。由此可见，即使使用高质量的薄层板，如点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，条带状点样的原点条斑“高度”控制在 1mm 左右的原因。

2. 溶解样品的溶剂均有不同程度的洗脱力，所以在点样的同时，样品在原点位置就呈环形展开，原点直径的扩散促进了这种展开，即所谓“点样环形色谱效应”[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(条带状点样如点样量过大，或速度过快，也会造成类似的效应)。中药成分复杂，难以兼顾，不可能面面俱到，通常在待测成分不甚清楚或待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。有的品种待测成分明确，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. 供试品溶液的溶剂在原点的残留，也会改变展开的选择性，特别是供试品溶液的溶剂极性与展开

需要全本请访问 www.ertongbook.com