

doi:10.11751/ISSN.1002-1280.2020.04.09

绵马贯众药材的快速多信息薄层鉴别方法研究

赵丽丽, 缪雪荣, 兰新财, 安丽娜*

(浙江金大康动物保健品有限公司, 浙江金华 301016)

[收稿日期] 2019-10-15 [文献标识码] A [文章编号] 1002-1280 (2020) 04-0052-04 [中图分类号] S859.79

[摘要] 为建立快速多信息薄层鉴别方法, 采用薄层色谱, 分别以三氯甲烷-乙酸乙酯-浓氨试液(10:1:0.1)、环己烷-乙酸乙酯-甲酸(12:2:0.2)、三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液(4:2:4:0.5)和三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液(1:2:4:0.5)为展开剂, 通过紫外光灯 365 nm、254 nm、日光和灯光检视, 共检出绵马贯众脂溶性、中极性和水溶性成分斑点 18 个。该方法简便、快捷、实用, 可多指标、快速控制绵马贯众药材的质量, 辨别其真伪。

[关键词] 绵马贯众; 多信息; 薄层色谱法

Study on Rapid Multi-information Identification Method of Thin-layer Chromatography for Dryopteridis Crassirhizomatis Rhizoma

ZHAO Li-li, MIAO Xue-rong, LAN Xin-cai, AN Li-na*

(Zhejiang Jindakang Animal Health Co., Ltd, Jinhua, Zhejiang 321016, China)

Corresponding author: AN Li-na, E-mail: anlinalove@163.com

Abstract: In order to establish a rapid and multi information identification method, a TLC method was used, a mixture of trichloromethane, ethyl acetate and strong ammonia solution (10:1:0.1), cyclohexane, ethyl acetate and formic (12:2:0.2), trichloromethane, ethyl acetate, methanol and strong ammonia solution (4:2:4:0.5), chloroform, ethyl acetate, methanol and concentrated ammonia (1:2:4:0.5) was used as the developer solution respectively, spots of Dryopteridis Crassirhizomatis Rhizoma were viewed under UV 365 nm, UV 254 nm, the daylight and the lights respectively. A total of 18 component spots of the liposoluble, the intermediate polar and water-soluble from Dryopteridis Crassirhizomatis Rhizoma were observed. This method is simple, rapid and practical, which could control the quality of the medicinal materials quickly and identify the authenticity.

Key words: Dryopteridis Crassirhizomatis Rhizoma; multi-information; thin-layer chromatography

绵马贯众为中国药典历版所收载品种, 为鳞毛蕨科植物粗茎鳞毛蕨的干燥根茎和叶柄残基, 具有

清热解毒、驱虫之功效。现代研究表明: 绵马贯众还具有抗肠虫^[1]、抗菌、抗病毒^[2]、抗肿瘤^[3]、抗生

作者简介: 赵丽丽, 工程师, 从事兽药研发工作。

通讯作者: 安丽娜。E-mail: anlinalove@163.com

育^[4]、止血等作用,临床常用于虫积腹痛和疮疡^[5]。其主要成分包括绵马酸类、黄绵马酸类、绵马三萜、鞣质等,其中绵马酸类化合物为间苯三酚或二元间苯三酚的衍生物,从结构分析既有脂溶性又有中性、水溶性成分。目前,绵马贯众药材收载于中国药典 2015 年版一部,其薄层鉴别方法繁琐、费时,需要特制的薄层板,薄层操作步骤限制条件多,显色剂极少应用,在薄层鉴别的普及应用方面受到了很大限制,普及检测率降低,耗时 3 h 多,不利于简便、快捷、多信息的质量监督。

本文对绵马贯众药材进行了专题多信息快速薄层鉴别研究,以期对绵马贯众药材及其不同工艺制备的复方制剂提供简便、快捷、低成本、高效率的多信息鉴别方法。

1 仪器、药品与试剂

1.1 仪器 ZF-1 型三用紫外分析仪,上海宝山顾村电光仪器厂;YQ-520 型超声波清洗器,上海易净超声波仪器有限公司;AB135-S 系列天平,梅特勒托利多仪器有限公司;DHG-9070 型电热恒温鼓风干燥箱,上海精宏实验设备有限公司。

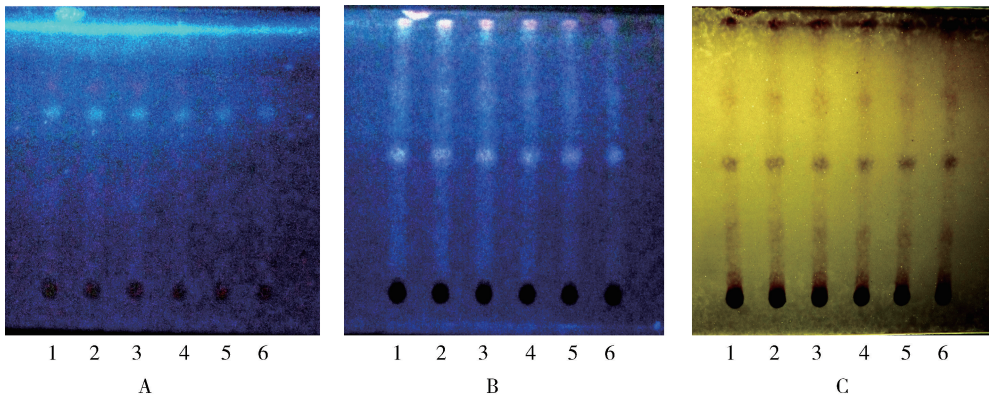
1.2 药品及试剂 绵马贯众药材由浙江金大康动

物保健品有限公司提供;绵马贯众对照药材(批号:121034-200302)购自中国食品药品检定研究院。甲醇、三氯甲烷、乙酸乙酯等均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 溶液配制 对照药材溶液的制备:取绵马贯众对照药材 0.2 g,研细,加甲醇 2 mL,超声处理 20 min,上清液作为对照药材溶液。供试品溶液的制备:取绵马贯众药材 0.2 g,研细,加甲醇 2 mL,超声处理 20 min,上清液作为供试品溶液。

2.2 绵马贯众药材脂溶性成分薄层鉴别(1) 吸取供试品溶液和对照药材溶液各 6 μL,分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-浓氨试液(10:1:0.1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯 365 nm 下检视;供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色荧光主斑点(图 1A);再喷以 10% 硫酸乙醇溶液,105℃ 加热至斑点显色清晰,置紫外光灯 365 nm 下检视,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色荧光主斑点(图 1B);再置暗室内透过灯光检视,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的主斑点(图 1C)。



A:365 nm 下薄层色谱图;B:显色后 365 nm 下薄层色谱图;C:显色后灯光下薄层色谱图;1:绵马贯众对照药材;2-6:绵马贯众药材
A:the TLC under 365 nm;B:the colour reaction of TLC under 365 nm;C:the colour reaction of TLC under daylight lamp
1:the reference of Dryopteridis Crassirhizomatis Rhizome;2-6:Dryopteridis Crassirhizomatis Rhizome

图 1 绵马贯众药材脂溶性成分(1)薄层色谱图

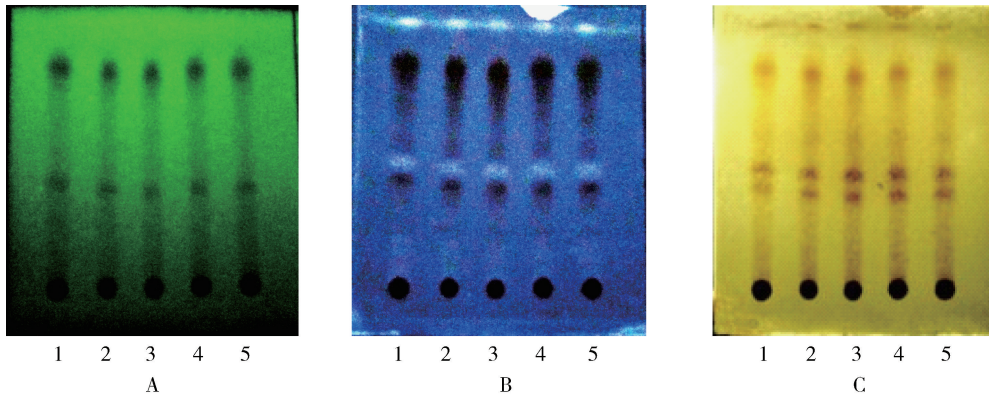
Fig 1 The TLC on liposoluble component of Dryopteridis Crassirhizomatis Rhizome

2.3 绵马贯众药材脂溶性成分薄层鉴别(2) 吸取 2.1 项下的供试品溶液和对照药材溶液各 6 μL,

分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯-甲酸(12:2:0.2)为展开剂,展开,取出,

晾干,置紫外光灯 254 nm 下检视;供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色主斑点(图 2A);再喷以 10 % 硫酸乙醇溶液,105 ℃ 加热至斑点显色清晰,置紫外光灯 365 nm 下检视,供

试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色荧光主斑点(图 2B);再置暗室内透过灯光检视,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的主斑点(图 2C)。



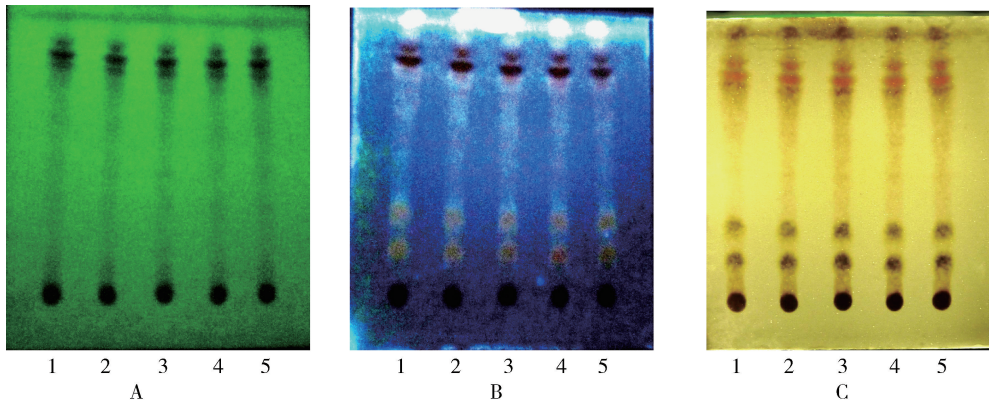
A:254 nm 下薄层色谱图;B:显色后 365 nm 下薄层色谱图;C:显色后灯光下薄层色谱图;1:绵马贯众对照药材;2-5:绵马贯众药材
A:the TLC under 365 nm;B:the colour reaction of TLC under 365 nm;C:the colour reaction of TLC under daylight lamp
1:the reference of Dryopteridis Crassirhizomatis Rhizome;2-5:Dryopteridis Crassirhizomatis Rhizome

图 2 绵马贯众药材脂溶性成分(2) 薄层色谱图

Fig 2 The TLC on liposoluble component of Dryopteridis Crassirhizomatis Rhizome

2.4 绵马贯众药材中极性成分的薄层鉴别 吸取 2.1 项下的供试品溶液和对照药材溶液各 6 μL,分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液(4:2:4:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯 254 nm 下检视;供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,

显相同颜色主斑点(图 3A);再喷以 10 % 硫酸乙醇溶液,105 ℃ 加热至斑点显色清晰,置紫外光灯 365 nm 下检视,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色荧光主斑点(图 3B);再置暗室内透过灯光检视,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的主斑点(图 3C)。

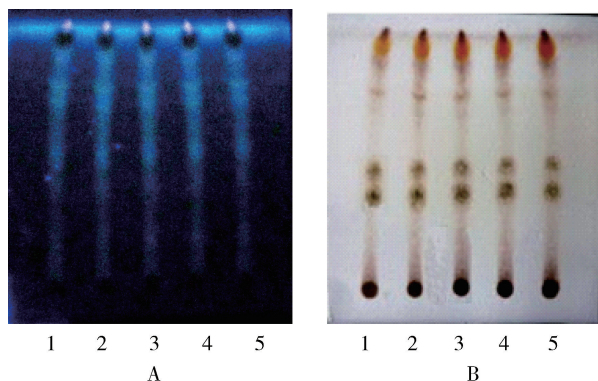


A: 254 nm 下薄层色谱图;B: 显色后 365 nm 下薄层色谱图;C: 显色后灯光下薄层色谱图;1. 绵马贯众对照药材;2~5. 绵马贯众药材
A: the TLC under 365 nm;B: the colour reaction of TLC under 365 nm;C: the colour reaction of TLC under daylight lamp
1. the reference of Dryopteridis Crassirhizomatis Rhizome;2-5 Dryopteridis Crassirhizomatis Rhizome

图 3 绵马贯众药材中极性成分薄层色谱图

Fig 3 The TLC on intermediate polar component of Dryopteridis Crassirhizomatis Rhizome

2.5 绵马贯众药材水溶性成分的薄层鉴别 吸取 2.1 项下的供试品溶液和对照药材溶液各 6 μ L, 分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上, 以三氯甲烷 - 乙酸乙酯 - 甲醇 - 浓氨试液 (1 : 2 : 4 : 0.5) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯 365 nm 下检视; 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同荧光主斑点 (图 4A); 再喷以 10 % 硫酸乙醇溶液, 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰, 日光下检视, 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的主斑点 (图 4B)。



A:365 nm 下薄层色谱图;B:显色后灯光下薄层色谱图

1:绵马贯众对照药材;2-5:绵马贯众药材

A:the TLC under 365 nm;B:the colour reaction of TLC under

daylight lamp;1:the reference of Dryopteridis Crassirhizomatis Rhizome;

2-5: Dryopteridis Crassirhizomatis Rhizome

图 4 绵马贯众药材水溶性成分薄层色谱图

Fig 4 The TLC on water - soluble component of Dryopteridis Crassirhizomatis Rhizome

3 讨论与结论

本文通过对 70% 甲醇、甲醇和乙酸乙酯作为提取溶剂时各薄层图谱进行比较,发现当用甲醇作提取溶剂时,对绵马贯众药材中脂溶性成分和水溶性成分均有较好的溶解效果,排除水溶性薄层背景干扰的同时获得了清晰的薄层色谱图。

本方法克服了中国药典中绵马贯众药材薄层鉴别方法需要特制薄层板,且制备薄层板、展开和检视时间过长、斑点扩散、集聚性差等问题,建立了只需药材和对照药材各 0.2 g、提取溶剂 4 mL、展开剂 40 mL,整个过程时间不足 1 h,操作简单的多信息薄层鉴别方法。

本文建立的绵马贯众药材薄层鉴别方法,大大提高了检测效率,节省了检测时间,降低了检测成本,同时减少了环境污染。多个信息斑点的获得,为快速鉴别绵马贯众药材的真伪提供了数据支撑,为有效控制绵马贯众药材质量提供了依据。

参考文献:

- [1] 许正敏, 李智山, 温茂兴, 等. 贯众对犬钩蚴作用的体外实验观察[J]. 中国病原生物学杂志, 2009, 4(5): 3.
Xu Z M, Li Z S, Wen M X, *et al.* Experimental observations on effect of rhizome cyrtomii fortunei for hookworm larvae of canine *in vitro* [J]. Journal of Pathogen Biology, 2009, 4(5): 3.
- [2] 刘金成, 张 娟. 贯众的药理研究[J]. 黑龙江医药, 2008, 21(4): 78 - 79.
Liu J C, Zhang J. Pharmacological research on Guanzhong[J]. Heilongjiang Medicine Journal, 2008, 21(4): 78 - 79.
- [3] 李德华, 郝晓阁, 薛惟健. 贯众有效部位的抗肿瘤作用[J]. 中草药, 1986, 17(6): 14.
Li D H, Hao X G, Xue H J. Anti - tumor effect of effective parts of Guanzhong[J]. Chinese Traditional and Herbal Drugs, 1986, 17(6): 14.
- [4] 陈 绮, 王 洁, 刘桂敏, 等. 贯众抗生育有效部位的药理研究[J]. 天津医药, 1980, 8(8): 488.
Chen Q, Wang J, Liu G M, *et al.* Pharmacological study on the effective parts of Guanzhong antifertility [J]. Tianjin Medicine Journal, 1980, 8(8): 488.
- [5] 中华人民共和国药典委员会. 中华人民共和国药典 2015 年版一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015:330 - 331.
Chinese Pharmacopoeia Committee. Chinese Pharmacopoeia, Volume I, 2015 [S]. Beijing: The Medicine Science and Technology Press of China, 2015:330 - 331.

(编辑:李文平)