

太子参薄层色谱定性鉴别方法研究*

郭承军^{1**} 张宁² 迟名锋¹ 张晓丽¹

(1. 山东省运动康复研究中心, 山东 济南 250101; 2. 山东中医药大学, 山东 济南 250355)

摘要:目的 以太子参所含具有种属特征的环肽类成分为目标, 建立一种可用于太子参药材及复方中太子参定性鉴别的专属性强、耐用性良好的薄层色谱方法, 为新版药典太子参定性鉴别方法的改进提供参考。方法 根据环肽类成分的理化特性及相关文献报道, 筛选具有普适意义的供试品溶液制备方法, 对薄层色谱条件的关键参数如展开剂、酸解的盐酸用量、酸解时间、酸解温度等进行优选, 并应用优选的方法对不同产地太子参药材及常用市售含太子参中成药进行验证。结果 不同产地的太子参药材色谱与太子参对照药材色谱相应的位置上均可检出特征斑点; 而含太子参的部分市售中成药供试品色谱中, 复方太子参颗粒、健胃消食片与儿宝颗粒均检出太子参特征斑点, 肾衰宁胶囊有干扰, 供试品制备方法有待进一步的改进。结论 文中建立的太子参定性鉴别方法得到的薄层色谱图斑点清晰, 分离度高, 专属性强, 耐用性良好, 将为新版药典中太子参药材定性鉴别的改进提供依据。

关键词:太子参; 薄层色谱; 定性鉴别; 太子参环肽

中图分类号:R282.71 **文献标识码:**A **文章编号:**2096-1340(2022)01-0084-04

DOI:10.13424/j.cnki.jsctcm.2022.01.018

太子参为石竹科植物孩儿参 *Pseudostellaria heterophylla* (Miq.) Pax ex Pax et Hoffm. 的干燥块根^[1]。除 1977 年版《中国药典》外, 其它历版均有收载。太子参性甘, 味微苦、平, 归脾、肺经。功能益气健脾、生津润肺, 用于脾虚体倦、食欲不振、病后虚弱、气阴不足、自汗口渴、肺燥干咳等症。现代研究表明, 太子参主要含有氨基酸、多糖、三萜皂苷、环肽等活性成分^[2-5] 以及糠醇为代表的挥发性成分^[6], 具有抗疲劳、抗缺氧、抗应激、抗衰老等药理作用^[7-10]。近年来随着本品在保健品食品领域的应用不断扩大, 市场需求量大增, 栽培地域自山东、江苏、安徽至福建、贵州, 横跨多个气候带, 流通品系也日益增多。但 2020 年版中国药典太子参质量标准项下仍无含量测定项, 定性鉴别是针对氨基酸类化合物的薄层色谱法, 专属性差, 对于复方中太子参的定性鉴别实际意义不大。如何有效加强太子参质量控制, 制定科学的定性定量方法, 已成为当务之急。

太子参环肽类成分是具有科属特征的一类成

分, 并具有较高的水溶性, 太子参药材的质量标准曾于 2010 年版药典中增加了太子参环肽 B 的含量测定, 但于 2015 年版药典又匆匆删掉^[11-12]。有学者^[13-14] 曾为识别植物环蛋白的存在, 研究了环蛋白的薄层层析显色方法。刘训红等^[15] 报道了太子参针对环肽类成分的定性鉴别方法, 但其后的研究文献中再未见相关报道, 刘知远等^[16] 针对太子参的皂苷类成分进行了定性鉴别的方法研究, 但专属性较差。廖金英等^[17] 学者还探讨了应用 HPLC 建立复方中太子参的定性鉴别方法, 但操作复杂, 成本较高。本文在上述研究基础上, 以太子参环肽类成分为目标, 从供试品溶液制备、展开剂优化、显色方法、方法耐用性等方面进行了系统研究, 建立了专属性强、耐用性良好的太子参定性鉴别方法, 并应用建立的方法对不同产地太子参药材及市售含太子参的常用中成药进行了太子参定性鉴别, 取得了满意的结果。现报告如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 ZF-2 型三用紫外分析仪(上海市安亭

* 基金项目: 山东省体育局科研攻关项目(鲁体科计字 2018011)

** 通讯作者: 郭承军, 副主任中药师。E-mail: guochj28@126.com

电子仪器有限公司);JA2603B 型万分之一分析天平(上海精科天美科学仪器有限公司);KQ-5200B 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);HHS-2S 型电子恒温不锈钢水浴锅(上海虞龙仪器设备有限公司);UPR-II-40L 型超纯水机(四川优普超纯科技有限公司);GZX-9240MBE 型电热鼓风干燥箱(上海博迅实业有限公司)。

1.2 试药 硅胶 G 板[规格:10 cm × 20 cm × (0.2 ~ 0.25) mm, 青岛海洋化工厂;批号:20160715];太子参对照药材(批号:121004-201709,中国食品药品检定研究院);太子参药材购自药材公司(样品来源见表 1),均经笔者鉴定为石竹科植物孩儿参 *Pseudostellaria heterophylla* (Miq.) Pax ex Pax et Hoffm. 的干燥块根。复方太子参颗粒(批号:190109,福建闽东力捷迅药业有限公司)、健胃消食片(批号:18070035,江中药业股份有限公司)、儿宝颗粒(批号:20190505,江西博达药业有限公司)、肾衰宁胶囊(批号:20190614,云南雷允上理想药业有限公司),均由市场上购得。其他所用试剂均为分析纯。

表 1 太子参药材来源			
品名	来源	产地	批号
福建太子参	福建天人药业股份有限公司	福建柘荣	180915
贵州太子参	亳州市宏宇中药饮片有限公司	贵州施秉	180825
江苏太子参	安徽道源堂中药饮片有限公司	江苏句容	190520
山东太子参	山东宏济堂药业有限公司	山东临沂	180902

2 方法与结果

2.1 薄层色谱条件 点样量:各 5 ~ 10 μL;薄层板:硅胶 G 预制板;展开剂:三氯甲烷-甲醇(4:1);显色方式:展开、取出、晾干后,悬置于预加入盐酸 3 mL 耐高温玻璃缸(容积约 2 L)内,密封,置已加热至 110 ℃ 的烘箱中,加热酸解 2 h,取出,放冷,挥净盐酸,喷以 0.3% 茚三酮乙醇溶液,105 ℃ 加热至斑点显色清晰,即得。

2.2 供试品溶液制备

2.2.1 制备方法优选 太子参环肽类成分在水、甲醇、正丁醇、乙酸乙酯中均有一定的溶解度,应用不同方法分别制备供试品溶液。

供试品溶液 I:取福建太子参药材粉末 5 g,加甲醇 50 mL 回流提取 1 h,滤过,蒸干,残渣加甲醇

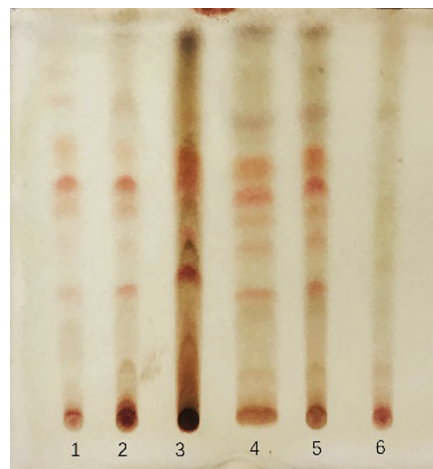
1 mL 使溶解,即得。

供试品溶液 II:取福建太子参药材粉末 5 g,加甲醇 50 mL 回流提取 1 h,滤过,蒸干,残渣加水 20 mL 使溶解并转移至分液漏斗中,用乙酸乙酯振摇提取 2 次,每次 15 mL,合并乙酸乙酯提取液,蒸干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,即得。

供试品溶液 III:取福建太子参药材粉末 5 g,加甲醇 50 mL 回流提取 1 h,滤过,蒸干,残渣加水 20 mL 使溶解并转移至分液漏斗中,用水饱和和正丁醇振摇提取 2 次,每次 15 mL,合并正丁醇提取液,用正丁醇饱和的氨试液洗涤 2 次,每次 15 mL,弃去氨洗液,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,即得。

供试品溶液 IV:取福建太子参药材粉末 5 g,加甲醇 50 mL 回流提取 1 h,滤过,蒸干,残渣加水 20 mL 使溶解并转移至分液漏斗中,用三氯甲烷振摇提取 2 次,每次 15 mL,合并三氯甲烷提取液,蒸干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,即得。

取以上各供试液,按上述薄层条件点样、展开、取出晾干后,酸解,挥干、显色。结果以供试品溶液 III 得到的薄层色谱特征斑点最多,背景干扰少,作为优选供试品溶液制备方法。色谱图见图 1。



1. 供试品溶液 II 5 μL; 2. 供试品溶液 II 8 μL;
3. 供试品溶液 I 5 μL; 4. 供试品溶液 III 8 μL;
5. 供试品溶液 III 5 μL; 6. 供试品溶液 IV 8 μL

图 1 供试品溶液制备方法优选

2.2.2 各供试品溶液制备 不同产地太子参供试品溶液:取不同产地太子参药材,按供试品溶液 III 的制备方法制得各药材供试液。

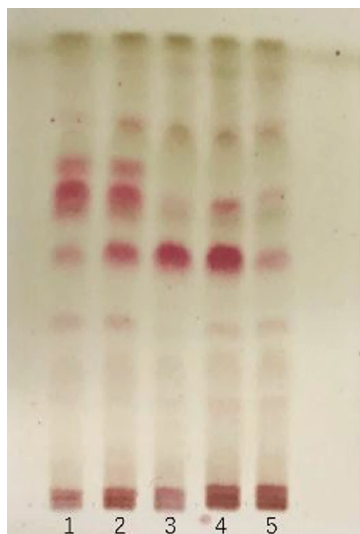
含太子参中成药供试品溶液:取各中成药样

品约相当于太子参原药材 5 g 的量,按供试品溶液Ⅲ的制备方法制得各中成药供试液。

太子参对照药材溶液:取太子参对照药材 5 g,加甲醇 50 mL 回流提取 1 h,滤过,蒸干,残渣加水 20 mL 使溶解并转移至分液漏斗中,用水饱和正丁醇振摇提取 2 次,每次 15 mL,合并正丁醇提取液,用正丁醇饱和的氨试液洗涤 2 次,每次 15 mL,弃去氨洗液,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,即得。

2.3 薄层色谱制备 取以上太子参对照药材溶液、太子参供试液及中成药供试液,按上述薄层条件点样、展开、取出晾干后,酸解,挥干、显色。

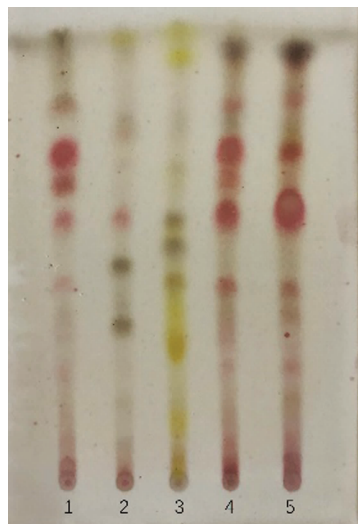
2.4 结果 不同产地的太子参供试品薄层色谱中,在与太子参对照药材色谱相应位置上均显相同颜色的特征斑点,只是部分特征斑点的大小及颜色深浅与太子参对照药材色谱及不同产地太子参的色谱之间均存在较大差异。薄层色谱,见图 2。



1. 太子参对照药材 5 μL ; 2. 福建产太子参 5 μL ;
3. 贵州产太子参 5 μL ; 4. 山东产太子参 5 μL ;
5. 江苏产太子参 5 μL

图2 不同产地太子参药材薄层色谱图

含太子参常用中成药供试品薄层色谱中,市售复方太子参颗粒与健胃消食片供试品色谱在与太子参对照药材色谱相应位置上显同颜色的特征斑点,且与太子参对照药材色谱主斑点一一对应;儿宝颗粒供试品色谱中,可检出一个相同颜色的对应斑点;肾衰胶囊供试品色谱中,有两个相对应的斑点,但颜色不一致,可能因为其他成分的干扰所致。薄层色谱见图 3。



1. 太子参对照药材 5 μL ; 2. 儿宝颗粒 5 μL ;
3. 肾衰宁胶囊 5 μL ; 4. 复方太子参颗粒 5 μL ;
5. 健胃消食片 5 μL

图3 市售含太子参中成药薄层色谱图

3 讨论

本文建立了太子参薄层色谱定性鉴别一种新的方法,同时进行了系统的方法学研究:以复方太子参颗粒与健胃消食片为对象,制备了各样品太子参阴性对照溶液,研究了本方法的专属性,并对供试品溶液的制备方法、薄层条件中展开剂比例、酸解时盐酸用量、酸解温度、酸解时间等关键参数进行了优选和耐用性试验。结果显示,本方法的专属性强,耐用性良好。优选的方法参数为:盐酸用量 1 ~ 2 $\text{mL} \cdot \text{L}^{-1}$,酸解温度 105 $^{\circ}\text{C}$ ~ 120 $^{\circ}\text{C}$,酸解时间 1.5 ~ 2.5 h,茚三酮乙醇液浓度 0.2% ~ 0.3%,均可得到满意的薄层色谱。

由不同产地太子参的薄层色谱可以看出,药材色谱图与产地、栽培品系具有显著相关性,是否可以作为太子参不同产地、栽培品系的鉴别方法尚有待更多的实验数据支持。部分特征斑点大小或缺失的差异,反映出不同生境下各环肽含量的累积差异^[18-21],但不同产地的太子参药材色谱中,在与太子参对照药材色谱相应的位置上均显相同颜色的主斑点,可作为太子参定性鉴别的依据。

本文涉及的含太子参市售中成药现行质量标准中均收录了太子参的定性鉴别,经验证,本文建立的方法得到的色谱图与原方法比较:对于复方太子参颗粒与健胃消食片,本文建立的太子参鉴别方法得到的色谱图斑点更清晰、专属性更强;肾衰宁胶囊供试品色谱图较差,有干扰,能否通过改

进供试品溶液的制备方法得到改善,还需要进一步的研究。

综上所述,本文建立的太子参薄层色谱鉴别方法针对太子参环肽类特征性成分,得到的色谱图斑点清晰、分离度高,专属性强,更由于目标成分具有较高的水溶性,在大部分含太子参的中成药中含量较高,有利于目标成分的检出,为新版药典中太子参药材定性鉴别的修订提供实验依据,也为含太子参中成药的质量标准提高提供参考。

参考文献

- [1] 国家药典委员会编. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京: 中国医药科技出版社, 2020: 69.
- [2] 谭宁华, 赵守训, 陈昌祥, 等. 太子参的化学成分[J]. 云南植物研究, 1991, 13(4): 440-431.
- [3] 王喆星, 徐绥绪, 邱峰, 等. 太子参的化学成分研究[J]. 中草药, 1992, 23(6): 331, 336.
- [4] 王喆星, 徐绥绪, 邱峰, 等. 太子参的化学成分研究(Ⅱ)[J]. 沈阳药学院学报, 1993, 10(1): 63-64.
- [5] 王喆星, 徐绥绪, 张国刚, 等. 太子参化学成分的研究(Ⅳ)[J]. 中国药物化学杂志, 1992, 2(3): 65-67.
- [6] 王喆星, 徐绥绪, 张秀琴. 太子参化学成分的研究(Ⅲ)挥发性成分的分析鉴定[J]. 沈阳药学院学报, 1993, 10(3): 221-222.
- [7] 刘训红, 阚毓铭. 太子参研究概述[J]. 时珍国医国药, 2000, 11(12): 1131-1132.
- [8] 梁晓天. 常用中药基础研究(第一卷)[M]. 北京: 科学出版社, 2003.
- [9] 徐雪琴, 龙全江, 赵剑. 太子参化学成分、药理作用与产地加工技术研究[J]. 现代中药研究与实践, 2014, 28(4): 73-75.

- [10] 秦汝兰. 太子参多糖的提取及抗疲劳作用的研究[J]. 人参研究, 2010, 22(3): 18-19.
- [11] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 一部. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 62.
- [12] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 一部. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 68.
- [13] Zhou J, Tan NH. Application of a new TLC chemical method for detection of cyclopeptides in plants[J]. Chinese Science Bulletin, 2000, 45(20): 1825-1831.
- [14] 许文彦, 唐军, 嵇长久, 等. 植物环蛋白的薄层层析显色反应[J]. 科学通报, 2008, 53(5): 533-536.
- [15] 刘训红, 韩乐, 王丽娟, 等. 太子参药材质量标准研究[J]. 中国药房, 2010, 21(19): 1769-1771.
- [16] 刘知远, 沈廷明. 柘荣太子参的薄层色谱鉴别[J]. 海峡药学, 2008, 20(3): 83-84.
- [17] 廖金英, 黄秋华, 林鑫冰, 等. HPLC 法鉴别复方太子参口服液的研究[J]. 粮食科技与经济, 2018, 43(9): 46-50.
- [18] 邹立思, 傅兴圣, 刘训红, 等. 太子参药材中环肽 A、B 含量分析及其动态研究[J]. 南京中医药大学学报, 2013, 29(2): 175-178.
- [19] 邹立思, 侯娅, 马阳, 等. 江苏地产太子参代谢物的动态积累分析[J]. 南京中医药大学学报, 2019, 35(1): 99-103.
- [20] 马阳, 侯娅, 邹立思, 等. 不同种质太子参的成分分析[J]. 中华中医药杂志, 2015, 30(6): 2149-2152.
- [21] 李文贵, 沈震亚, 李小凤. 不同年份和不同大小太子参的质量研究[J]. 实用中西医结合临床, 2018, 18(10): 178-180.

(收稿日期: 2020-07-03 编辑: 崔春利)