

瞿麦药材及其配方颗粒的薄层色谱鉴别研究

王君义¹, 王祥培², 吴红梅^{1*}

¹贵州中医药大学药学院, 贵州 贵阳

²贵州民族大学民族医药学院, 贵州 贵阳

收稿日期: 2023年10月2日; 录用日期: 2023年11月3日; 发布日期: 2023年11月13日

摘要

目的: 通过建立瞿麦药材及其配方颗粒的薄层鉴别方法, 评价不同批次瞿麦药材之间的质量差异与瞿麦配方颗粒之间的质量差异, 为瞿麦及其配方颗粒的质量控制提供参考依据。方法: 以瞿麦对照药材为对照品, 以丁醇-二甲酮-醋酸-水(2:3:1:26)为展开剂, 聚酰胺薄膜为固定相, 显色后置紫外光灯(365 nm)下检视。结果: 瞿麦药材及其对照药材薄层色谱均出现7个对应的蓝色荧光斑点, 瞿麦配方颗粒发现蓝色荧光斑点9个。结论: 采用薄层色谱法研究瞿麦药材及其配方颗粒之间的质量差异, 得到的薄层色谱图斑点清晰、背景干扰弱、专属性强、重现性高, 可为瞿麦药材及其配方颗粒的质量控制提供参考依据。

关键词

瞿麦, 配方颗粒, 薄层鉴别, 质量差异

Study of TLC Identification of *Dianthus susperbus* L. Medicinal Materials and Its Formula Granules

Junyi Wang¹, Xiangpei Wang², Hongmei Wu^{1*}

¹School of Pharmacy, Guizhou University of Traditional Chinese Medicine, Guiyang Guizhou

²School of Chinese Ethnic Medicine, Guizhou Minzu University, Guiyang Guizhou

Received: Oct. 2nd, 2023; accepted: Nov. 3rd, 2023; published: Nov. 13th, 2023

Abstract

Objective: To evaluate the quality difference between different batches of *Dianthus susperbus* L.

*通讯作者。

and the quality difference between *Dianthus susperbus* L. formula granules by establishing a thin-layer identification method for *Dianthus susperbus* L. and its formula granules, to provide a reference for the quality control of *Dianthus susperbus* L. and its formulation granules. Methods: The *Dianthus susperbus* L. control was used as the reference substance, with butanol-dimethone-acetate-water (2:3:1:26) as the unfolding phase and polyamide film as the stationary phase. After color development was examined under ultraviolet light (365 nm). Results: TLC detected seven corresponding blue fluorescent spots in *Dianthus susperbus* L. and its control, and nine blue fluorescent spots in *Dianthus susperbus* L. formula particles. Conclusion: Using TLC to study the quality difference between *Dianthus susperbus* L. and its formula particles, the obtained TLC images have clear spots, weak background interference, strong specificity and high reproducibility, which can provide a reference for the quality control of *Dianthus susperbus* L. and its formula particles.

Keywords

Dianthus susperbus L., Formula Particles, Thin Layer Identification, Quality Difference

Copyright © 2023 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

瞿麦为石竹科草本植物石竹 *Dianthus chinensis* L.或瞿麦 *Dianthus superbus* L.的干燥地上部分[1]味苦,性寒,具有凉血、止痛、解毒的功效。主要含花色苷、水杨酸甲酯、丁香油酚、维生素 A 样物质、皂苷、糖类等[2],用于血热性刺痛,肝热,痧症,产后发热[3] [4]。当前,随着野生药用植物资源不断减少,用药成本显著增加中药材物种混淆和代用的问题也日益严重,而瞿麦作为一种多基原药材就存在着品种混乱质量不稳定的问题,如部分地区以东北出产的石竹科植物东北石竹全草作瞿麦药用,少数地区以兴安石竹、线形瞿麦作瞿麦药用,甚至有用禾本科植物燕麦混充瞿麦用药的情况[5]因此对于瞿麦药材的质量评价就显得尤为重要。瞿麦配方颗粒是瞿麦的单方制剂,由瞿麦饮片经水提、浓缩、干燥、制粒、定量分装而成[6] [7],具有免煎易服、携带方便、便于调剂等优点[8] [9]但是瞿麦颗粒虽由瞿麦药材制备而来,但其成品却不具备中药饮片的外形,瞿麦药材所特有的“性状”及“显微鉴别”也不复存在[10] [11] [12]。为从整体上宏观地判断瞿麦药材的品质,并确保其单方制剂瞿麦配方颗粒的均一、有效、可控,由此笔者采用操作简便、快速、效果直观可见的薄层色谱法展开了研究[13] [14]。本研究收集了九批瞿麦药材和九批瞿麦配方颗粒,通过薄层色谱法比较了不同批次瞿麦药材之间与不同批次瞿麦配方颗粒之间薄层色谱的差异性,并对薄层色谱条件的优化进行了探索,为瞿麦的快速鉴别及其配方颗粒的质量控制和评价提供了参考依据。

2. 仪器与试药

2.1. 仪器

聚酰胺薄膜(浙江省台州市路段四甲生化塑料厂);点样毛细管(上海欣鹏玻璃仪器有限公司);FA2204N 型电子天平(上海菁海仪器有限公司);WFH-203B 型暗箱式紫外分析仪(杭州齐威仪器有限公司);KQ-100E 型超声波提取器(昆山市超声仪器有限公司)。DFT-50A 型 50 克手提式高速粉碎机(温岭市林大机械有限公司)。

2.2. 试药

瞿麦对照药材购于中国食品鉴定研究院, 其余试剂均为分析纯, 水为纯净水, 9 批瞿麦和 9 批瞿麦配方颗粒的样品信息见表 1。

Table 1. Sample information

表 1. 样品信息

序号	样品名	批号(来源)
S1	瞿麦药材	J2018080503-01
S2	瞿麦药材	J2018050401-01
S3	瞿麦药材	J2018050403-01
S4	瞿麦药材	J2018040102-01
S5	瞿麦药材	J2018070303-01
S6	瞿麦药材	J2018050402-01
S7	瞿麦药材	J2018100101-01
S8	瞿麦药材	J2018080501-01
S9	瞿麦药材	J2018070302-01
S10	瞿麦对照药材	中国食品药品检定研究院
S11	瞿麦对照药材	中国食品药品检定研究院
S12	瞿麦配方颗粒	广东一方制药有限公司
S13	瞿麦配方颗粒	广东一方制药有限公司
S14	瞿麦配方颗粒	广东一方制药有限公司
S15	瞿麦配方颗粒	广东一方制药有限公司
S16	瞿麦配方颗粒	广东一方制药有限公司
S17	瞿麦配方颗粒	广东一方制药有限公司
S18	瞿麦配方颗粒	广东一方制药有限公司
S19	瞿麦配方颗粒	广东一方制药有限公司
S20	瞿麦配方颗粒	广东一方制药有限公司

3. 方法与结果

3.1. 2020 版《中华人民共和国药典》方法和结果

各取瞿麦药材粉末 1 g, 加甲醇 10 ml, 超声处理 20 分钟, 滤纸滤过, 滤液浓缩至 0.5 ml, 作为供试品溶液, 另取瞿麦对照药材及其配方颗粒各 1 g, 同上述方法制备瞿麦对照药材溶液和配方颗粒溶液。参照薄层色谱法(《中国药典》2020 版通则 0502)试验, 分别吸取上述溶液各 1 μ L 点于同一聚酰胺薄膜上, 以丁醇 - 二甲酮 - 醋酸 - 水(2:2:1:16)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以三氯化铝试液, 紫外光灯(365 nm)下检视。

结果显示: 9 批瞿麦药材和 1 批瞿麦配方颗粒供试品色谱图谱中, 在与瞿麦对照药材色谱相应位置处显同一颜色、数量的荧光斑点各一个, 详见图 1。

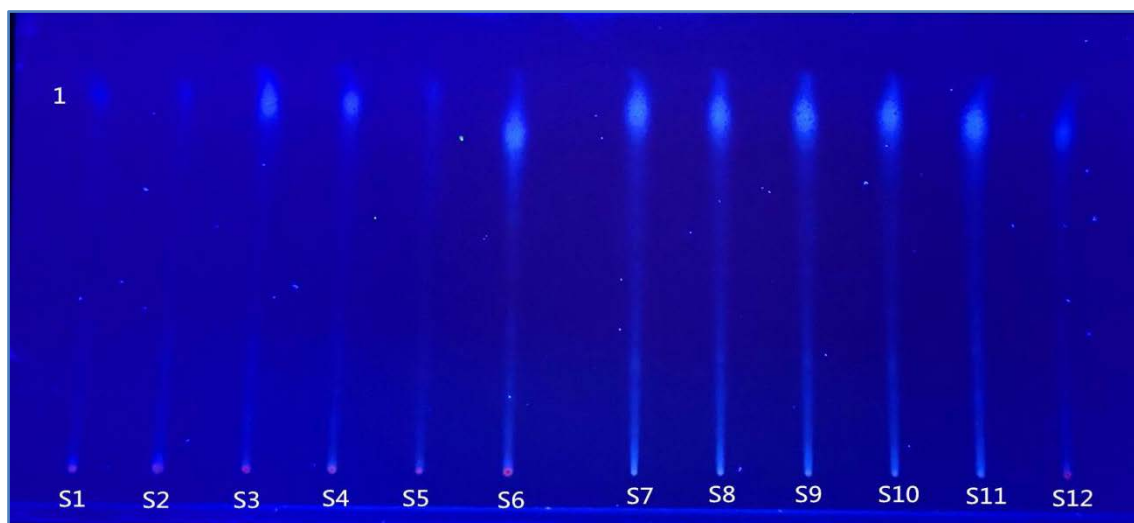


Figure 1. TLC of *Dianthus superbus* L. under Pharmacopoeia of the People's Republic of China (Note: S10~S11: *Dianthus superbus* L. Medicinal material control substance; S1~S9: *Dianthus superbus* L. Medicinal materials for testing; S12: *Dianthus superbus* L. formula granule)

图 1. 《中国药典》项下瞿麦的薄层色谱图(注: S10~S11: 瞿麦对照药材; S1~S9: 瞿麦药材供试品; S12: 瞿麦配方颗粒供试品)

3.2. 优化方法及结果

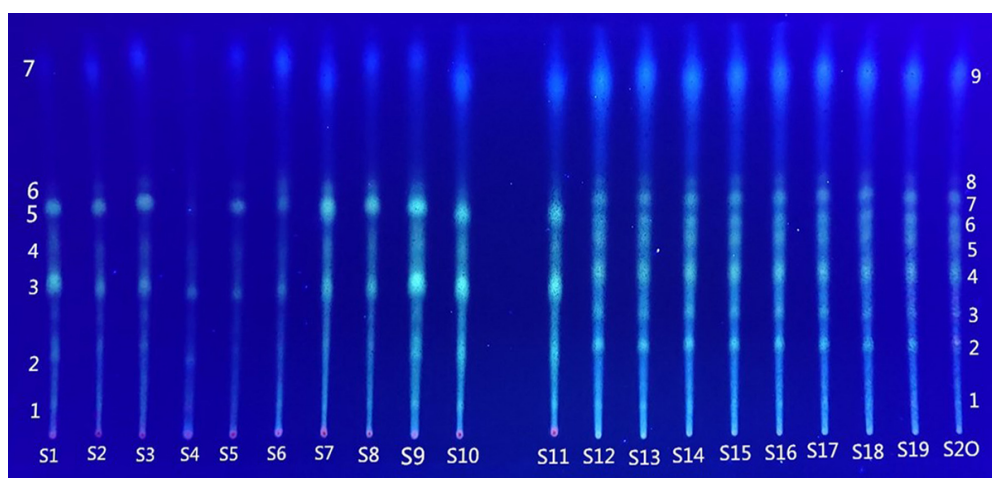


Figure 2. Optimized TLC of *Dianthus superbus* L. and *Dianthus superbus* L. formula granule (Note: S10~S11: *Dianthus superbus* L. Medicinal material control substance; S1~S9: *Dianthus superbus* L. Medicinal materials for testing; S12~S20: *Dianthus superbus* L. formula granule)

图 2. 优化的瞿麦药材及瞿麦配方颗粒薄层色谱图(注: S10~S11 瞿麦对照药材; S1~S9 瞿麦药材; S12~S20 瞿麦配方颗粒)

供试品溶液和对照品溶液制备方法同“3.1”项下,分别吸取制备得到的供试品溶液和对照品溶液各 0.5 μL 点于同一聚酰胺薄膜上(10 cm \times 20 cm),以以丁醇 - 二甲酮 - 醋酸 - 水(2:3:1:26)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以氯化铝试液,热风吹干,置紫外光灯(365 nm)下检视。再分别吸取瞿麦药材与瞿麦对照药材溶液,瞿麦对照药材与配方颗粒两组溶液各 0.5 μL ,分别点于两张聚酰胺薄膜上(10 cm \times 10 cm),以以丁醇 - 二甲酮 - 醋酸 - 水(2:3:1:26)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以氯化铝试液,热风吹干,置紫外光灯(365 nm)下检视。

色谱结果显示：通过对瞿麦的薄层色谱条件进行优化后，瞿麦药材、配方颗粒在与瞿麦和对照药材对应位置处，显示相同颜色不同数量的荧光斑点，图中显示瞿麦药材、瞿麦对照药材薄层色谱图各有对应斑点数 7 个，瞿麦配方颗粒出现特征斑点数 9 个，部分特征斑点可与瞿麦对照药材产生对应，该方法瞿麦药材、瞿麦配方颗粒与瞿麦对照药材的部分斑点清晰，分离度较好具有良好的对应关系，详见图 2、图 3 和图 4。

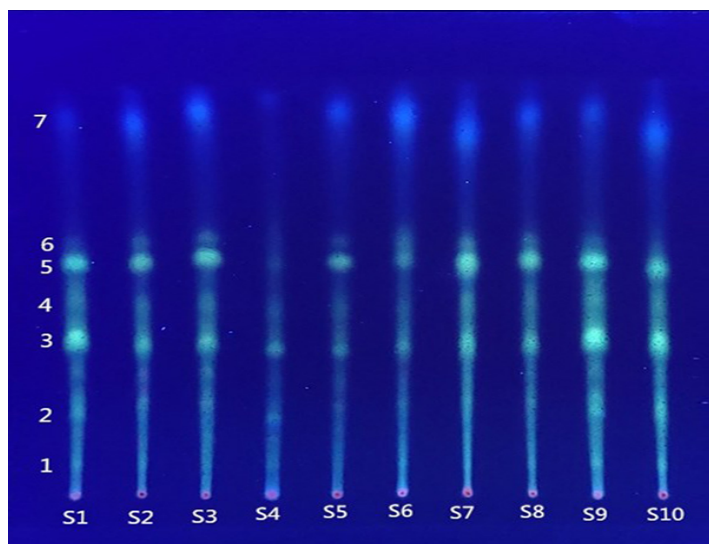


Figure 3. Optimized TLC of *Dianthus superbis* L. (Note: S10: *Dianthus superbis* L. Medicinal material control substance; S1~S9: *Dianthus superbis* L. Medicinal materials for testing)

图 3. 优化的瞿麦药材薄层色谱图(注：S10 瞿麦对照药材；S1~S9 瞿麦药材)

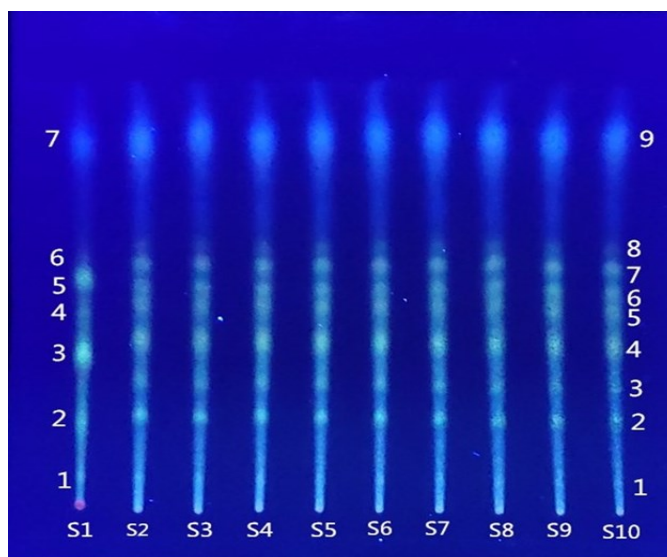


Figure 4. Optimized TLC of *Dianthus superbis* L. formula granule (Note: S1 *Dianthus superbis* L. Medicinal material control substance; S2~S10 *Dianthus superbis* L. formula granule)

图 4. 优化的瞿麦配方颗粒薄层色谱图(注：S1 为瞿麦对照药材；S2~S10 为瞿麦配方颗粒)

4. 讨论

本研究前期参照《中国药典》瞿麦项下薄层色谱条件，对样品进行测定，结果发现，瞿麦药材、对

照药材、配方颗粒三者的薄层色谱图只有一个特征斑点化学信息显示较少，于是对该方法展开条件的优化进行了探索。本研究考察了多个展开系统条件：1) 以丁醇 - 二甲酮 - 醋酸 - 水(2:3:1:20)为展开系统，该色谱条件下特征斑点分离度较好，但圆整度较差，并且背景干扰严重，2) 以丁二酮 - 二甲酮 - 醋酸 - 水(3:3:1:25)为展开系统，结果：特征斑点模糊，分离度差，最终发现以丁醇 - 二甲酮 - 醋酸 - 水(2:3:1:26)为展开剂，得到的薄层色谱图斑点信息多且清晰，分离效果较好，可用于瞿麦的定性鉴别。在本次试验过程中还考察了环境温度对薄层结果的影响，试验结果表明当展开温度低于 9℃以下或高于 15℃以上时斑点较小，颜色较淡，当温度处于 9℃~15℃时展开的斑点较多，分离效果较好。

此外本次研究结果显示在药典所记载的 TLC 方法下同一色谱图的同一位置处瞿麦药材与瞿麦对照药材有相同颜色且 Rf 值一致的特征斑点可初步鉴定本次试验所用瞿麦药材为正品。但各批次的瞿麦药材特征斑点大小与颜色深浅存在明显的差异，说明了不同批次之间瞿麦药材的化学成分存在着明显的差异，通过药典所记载的方法可以实现对不同批次瞿麦进行初步的鉴别及质量评价。

而在优化后的薄层色谱条件下不同批次瞿麦药材的荧光斑点数量不一，大多数批次药材有 7 个斑点，其中斑点 3、4、5、6、7 为其共有斑点。不同来源瞿麦药材斑点的大小、颜色深浅、位置、数量和 Rf 值有所差异，可能是由于不同批次的药材中的成分差异所导致。其中，不同药材批次间结果差异较大的是 S4 批次，S4 批次斑点整体较小、2 号斑点位置较低且 5 号斑点颜色较淡，无明显 6 号斑点，此现象可能为 S4 批次来源的瞿麦部分有效成分含量较低，质量较差所导致。另一方面 S3、S4、S5、S7 批次的 1 号斑点不明显，S5 批次的 2 号斑点不清晰，S9 批次的斑点较大颜色较深与其他批次亦有不同。本次研究的结果表明不同批次的瞿麦药材化学成分含量不同，质量有所差异，而药材质量的差异可能受到药材的产地、气候、海拔、温度、采收加工及药品储存等各个因素的影响，本次研究结果反映出通过薄层色谱法可快速判断出药材的真伪，但如果需要对药材的质量进行进一步的评价仍需要更加精密与准确的方法。

本研究按照《中国药典》瞿麦项下薄层色谱条件对瞿麦药材及瞿麦配方颗粒进行了测定，结果显示瞿麦药材及配方颗粒均具有特征斑点，但瞿麦配方颗粒特征斑点颜色相对于瞿麦对照药材较浅，表明该批瞿麦颗粒的有效成分含量可能相对较低。而色谱条件经优化后，从薄层色谱图可看出中药配方颗粒共有斑点 9 个，斑点位置、大小、颜色深浅一致，颗粒间无显著差异，化学成分较均一，而瞿麦药材与配方颗粒二者除斑点 1、斑点 2 在相同位置处显相同颜色外，其它斑点在数量、位置及 Rf 值上差异较大。瞿麦药材有荧光斑点 7 个，中药配方颗粒有荧光斑点 9 个。结果显示瞿麦配方颗粒具有瞿麦药材的 7 个特征斑点，但部分斑点的颜色存在着明显的差异，并且 Rf 值略有差异，这表明瞿麦配方颗粒的化学成分与瞿麦药材的化学成分存在着一定的差异，这可能与配方颗粒的生产加工过程有关。

中药配方颗粒在制造过程中需经水提、浓缩、干燥、制粒四个步骤，每个步骤都可能对化学成分及含量产生影响。张仁霞[15]等对 6 个不同厂家的阿胶配方颗粒进行了测定，并对阿胶配方颗粒所使用的辅料进行了检测，结果表明 6 个不同厂家的阿胶配方颗粒红外光谱图均有一定的差异，各厂家的制备工艺不统一，所以各家添加的辅料品种和添加量也有所不同，厂家所使用不同的辅料对于阿胶配方颗粒的鉴别产生了一定的干扰。朱倩[16]等对青皮配方颗粒的制备工艺与进行了研究，研究结果表明青皮的煎煮时间与加水倍数对于青皮配方颗粒的橙皮苷含量与出膏率均有较大的影响。因此，配方颗粒质量除了受到原材料品质的影响以外，其制备工艺也是影响其质量的重要因素，所以为更好地保证中药配方颗粒质量的稳定性应当确保各批次的中药配方颗粒制备工艺尽量统一。综上所述，本次研究结果表明瞿麦药材不同批次之间化学成分存在一定的含量差异，但都为正品瞿麦，反映出 TLC 可有效地对瞿麦真伪进行鉴别，并实现对瞿麦质量的初步评价。而瞿麦配方颗粒，在制剂前后化学成分变化较大，对于配方颗粒的质量控制仍需要更加精确的方法与更为细致的研究。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020: 65.
- [2] 罗建光, 陈霞, 孔令义, 等. 瞿麦的化学成分研究[J]. 中药材, 2011, 14(9): 134.
- [3] 朱亚民. 内蒙古植物药志[M]. 第1卷. 呼和浩特: 内蒙古人民出版社, 2000: 340-341.
- [4] 内蒙古自治区卫生厅. 内蒙古蒙药材标准[S]. 赤峰: 内蒙古科学技术出版社, 1987: 170-171.
- [5] 北京药品生物制品检定所. 中药鉴别手册[M]. 北京: 科学出版社, 1974: 542.
- [6] 刘晖晖, 李盛青, 詹若挺, 等. 中药配方颗粒发展现状与临床推广应用面临的主要问题分析[J]. 世界科学技术-中医药现代化, 2011, 13(1): 9-17.
- [7] 张伟, 孙叶芬, 金传山, 等. 中药配方颗粒研究现状与展望[J]. 中草药, 2022, 53(22): 7221-7233.
- [8] 李远辉, 李慧婷, 李延年, 等. 高品质中药配方颗粒与关键制造要素[J]. 中草药, 2017, 48(16): 3259-3266.
- [9] 孙叶芬. 基于质量标志物的白芍配方颗粒产业化工艺优化研究[D]. [硕士学位论文]. 合肥: 安徽中医药大学, 2023.
- [10] 郝亚冬, 马堃, 温瑞卿, 等. 现行中药配方颗粒国家标准的探讨[J]. 中国实验方剂学杂志, 2023, 29(15): 158-164.
- [11] 涂瑶生, 毕晓黎, 罗文汇. 中药配方颗粒的质量控制研究[J]. 世界科学技术(中医药现代化), 2011, 13(1): 41-46.
- [12] 尚姝, 祁进, 杨立伟, 等. 中药配方颗粒质量标准研究要点浅析[J]. 中国药品标准, 2022, 23(6): 567-570.
- [13] 邓哲, 荆文光, 刘安. 薄层色谱法在当前中药质量标准中的应用探讨[J]. 中国实验方剂学杂志, 2019, 25(7): 201-206.
- [14] 秦红霖, 李永申. 特征图谱技术在中药质量分析中的应用[J]. 中国实用医药, 2014, 9(7): 253-255.
- [15] 余欣彤, 黎桃敏, 施文婷, 等. 干燥方式对板蓝根浸膏粉 HPLC 及物理指纹图谱的影响[J]. 现代中药研究与实践, 2022, 36(1): 66-71.
- [16] 朱倩, 时向利, 张江艳. 青皮配方颗粒制备工艺和质量标准研究[J]. 化工设计通讯, 2022, 48(9): 200-202.