三种佛手不同提取部位的薄层色谱分析

龙正海¹,杨再昌²(1.浙江医药高等专科学校,浙江 宁波 315100; 2.贵州省、中科院天然产物化学重点实验室,贵州 贵阳 550004)

摘要:目的 探讨不同佛手品种的鉴别方法。方法 对 3种不同产地佛手醇提取物的石油醚与醋酸乙酯提取部位进行了薄层色谱分析。结果 研究表明,在石油醚 醋酸乙酯(90:10)展开系统中,3种佛手石油醚提取部位的薄层色谱所显示的斑点不相一致,其化学组成差异较大,而醋酸乙酯提取部位在石油醚 醋酸乙酯(85:15)系统的薄层荧光图谱,也显示了三种佛手不同的化学成分。结论 两种提取部位的薄层色谱实验均提示了三种不同产地佛手显著的种间差异性。

关键词:佛手;提取部位;薄层色谱;鉴别

中图分类号: R282.710.3 文献标识码: B 文章编号:1007-7693(2005)05-0408-02

Analysis of various extracts of three species of C itrus medica by TLC

LONG Zheng-hai, YANG Zai-chang² (1. Zhe jiang Pha maceutical College, Ningbo 315100, China; 2. Key Labo m to ny of Chemistry for Natural Products of Guizhou Province and Academy of Sciences, Guiyang 550004, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE In order to discrim inate various species of Citrus medica. METHODS The parts of petroleum ether and EtOAc, which were extracted from the ethanol extracts of three Citrus medica produced in different area, were analyzed by TLC.

RESULTS The results showed that the spectrums of TLC of various Citrus medica were different either in the part of petroleum ether run by the liquid system of petroleum ether. EtOAc (90:10) or the part of EtOAc run by the liquid system of petroleum ether: EtOAc (85:15). CONCLUSION It indicated that the chemical constitutes of Citrus medica are different with various species.

KEY WORDS: Citrus medica; extract; TLC; discrim ination

佛手为芸香科柑桔属植物佛手 Citrus medica L. var. sar codactylis(Noot) Swingle的果实,主产于我国广东、广西、四川、福建、浙江等地。药食两用,其性味辛、苦、酸、温,主要用于治疗肝胃气滞,胸胁胀痛,胃脘痞满,食少呕吐;为传统的名贵中药[1]。我国佛手的栽培品种主要有产自广东的广佛

手、福建的建佛手、四川的川佛手和浙江金华的金佛手。其中浙江金华的金佛手因果形奇异小巧、留香持久而最具欣赏价值,四川的川佛手的平喘效果较好^[2],一般认为主产广东肇庆的广佛手品质最优,为地道药材^[3]。在华东地区以广佛手、金佛手、建佛手最为常用,而且根据以往的研究报道,川

作者简介:龙正海(1963-),贵州省人,高级工程师,主要研究方向:生物技术药学与生物制药。电话:(0574)88222711

佛手与建佛手的薄层色谱没有明显差异^[4],鉴此本实验对这 3种佛手的不同提取部位进行了薄层色谱分析,旨在探讨其 化学成分的异同并寻找科学简便的鉴别方法。

1 材料与方法

1.1 药材

金佛手、建佛手、广佛手分别采集于浙江金华、广东肇庆和福建福安。生药和饮片均进行了性状和显微鉴别,并经宁波市药品检验所胡双丰主任中药师鉴定为芸香科植物佛手 Citrus medica L. var. sa rcodactylis(Noot) Swingle的干燥果实。

1.2 试剂与仪器

硅胶 GF254薄层板 (青岛海洋化工厂);醋酸乙酯 (宜兴市化学试剂三厂);石油醚 (沸程 30~60℃,宜兴市第二化学试剂厂);磷钼酸试剂:3%的磷钼酸乙醇液。 ZF-7C型手提式紫外检测灯 (上海顾村电光仪器厂); B-490型旋转蒸发器 (瑞士进口)。

1.3 佛手石油醚、醋酸乙酯提取部位的薄层色谱鉴别

取 3种佛手各 50g,在 60℃以下烘干 (约 30m in 左右),用剪刀剪碎,分别加入体积分数为 75%的乙醇 200m L,振摇 3m in后回流提取 1h,滤液浓缩至 100m L,再分别用石油醚、醋酸乙酯萃取,浓缩后得到不同的两个提取部位,作为点样样品。用毛细管等量吸取 3种样品溶液点样于薄层板上,以石油醚 醋酸乙酯 (90:10)为展开剂对石油醚提取部位展开,以石油醚 醋酸乙酯 (85:15)为展开剂对醋酸乙酯提取部位展开,以石油醚 醋酸乙酯 (85:15)为展开剂对醋酸乙酯提取部位展开,展距为 12cm,吹干,先在 254nm 紫外灯下观察,标出荧光点位置,然后用磷钼酸试剂喷在薄层板上,120℃烘烤至显色,测定各点的 Rf值。

2 结果

2.1 三种佛手石油醚提取部位的薄层色谱

三种佛手石油醚提取部位在石油醚 醋酸乙酯 (90:10) 展开系统的实验结果说明:金佛手有 A, B, C, E, F, G, H, I共 8个斑点;建佛手有 A, C, D, G, H, I六个斑点;广佛手只有 A, C, E, H四个斑点。A, C, H是三种佛手的共有斑点,各斑点所显颜色和位置一致, B, F则为金佛手独有的特征性斑点。

2.2 三种佛手醋酸乙酯提取部位的薄层色谱

三种佛手醋酸乙酯提取部位在石油醚 醋酸乙酯 (85: 15)系统展开后其薄层板在 254nm 紫外线下直接观察 ,结果显示 :金佛手、建佛手各有三个斑点 ,广佛手只有两个斑点 ;斑点 D为三种佛手所共有 ,在紫外线下观察呈亮蓝色 ; E, C, A分别是金佛手、建佛手、广佛手各自的一个特征性斑点。

3 讨论

通过对三种佛手不同提取部位进行薄层色谱分析表明,金佛手、建佛手、广佛手的化学组成差异较大。其中石油醚提取部位的薄层染色图谱显示金佛手的化学成分相对比较复杂,共有8个不同的组分,广佛手组分最少,只有4个组分斑点,建佛手则位于二者之间,共有6个成分。实验证明利用石油醚提取在石油醚醋酸乙酯(90:10)系统展开后,不论是在紫外灯下直接观察还是通过磷钼酸试剂染色均能对这三种佛手进行鉴别。

佛手醋酸乙酯提取部位的薄层荧光图谱也显示了三种佛手不同的化学成分,它们既有各自的特征性组分斑点,又有一个呈亮蓝色的共同荧斑。两种提取部位的薄层色谱分析均提示了不同产地的佛手除了具有相同的主要成分外,每一种佛手都具有其独特的化学组成,进一步证实了佛手种间的差异性,且这种差异还足以用于对形状和显微特征都非常接近的三种佛手进行品种鉴别,其方法也比较可靠便捷。

根据金晓玲等的研究报道,建佛手与川佛手乙醇提取物的薄层色谱在环己烷 醋酸乙酯展开系统中均显示位置完全对应的 6个相同斑点,薄层图谱几乎没有差异[4],冯飞的报道结果也说明两者的差别较小[5]。故本实验仅分析了华东地区三种常用佛手的薄层层析特征,而分析结果则显示了这三种常用佛手更为显著的种间差异性。

佛手不同产地各品种间的性状和显微特征差异不明显,仅以外观性状难以区分质量的优劣^[6],因此薄层色谱、红外光谱^[7] 紫外光谱^[8]等方法的应用已经受到广泛关注。佛手主要含有香豆素类和黄酮类化合物及 ^B 谷甾醇 胡萝卜甙等成分^[9],目前中国药典尚未收载香豆素类化合物的对照品,在实验中作者曾用橙皮苷作为黄酮类对照品进行了分析,结果发现其斑点颜色和位置与三种佛手的共有斑点有较大差别;估计共同组分中含有香叶木甙的可能性较大^[10]。进一步从佛手中分离纯化,自制佛手内酯、香叶木甙和 5,7二甲氧基香豆素^[11]等成分的对照品并进行含量测定,将是有待研究的重要课题。

参考文献

- [1]《全国中草药汇编》编写组.全国中草药汇编(下册)[M].北京:人民卫生出版社,1983:337.
- [2] 黄泰康.常用中药成分与药理手册[M].北京:中国医药科技出版社,1994:1074.
- [3] 张贵君.常用中药鉴别大全[M].哈尔滨:黑龙江科学技术出版社,1993:432.
- [4] 金晓玲,张颖,徐丽珊,等.佛手的薄层色谱鉴别[J].特产研究,2001,(2):40.
- [5] 冯飞.对佛手薄层色谱鉴别的探讨[J].肇庆医药,1994,(1):
- [6] 袁旭江,林励.中药佛手不同品种间的研究及其存在问题 [J].广州中医药大学学报,2002,19(1):73.
- [7] 田进国,娄红祥,任健,等.30种药材对照品红外光谱的研究 [J].中国药科大学学报,1996,27(1):24.
- [8] 张全龙.真伪佛手紫外光谱鉴别[J].时珍国医国药,1999,10 (6):444.
- [9] 松野隆男.柑橘类成分研究[J].药学杂志(日),1959,79(4): 540.
- [10] 郑虎占,董泽宏,佘靖.中药现代研究与应用(第三卷)[M]. 北京:学苑出版社,1998;2395.
- [10] 高幼衡,刁远明,彭新生,等.HPLC法测定广佛手中 5,7二甲 氧基香豆素含量 [J].中药新药与临床药理,2003,14(4):250.

收稿日期:2005-03-28