

# 竹根七中菝葜皂苷元薄层色谱鉴别方法改进

曾琦, 万红才

(黔南州检验检测院, 贵州 都匀 558000)

**【摘要】目的:** 对竹根七中菝葜皂苷元薄层色谱法 (TLC) 鉴别方法进行改进。**方法:** 将样品加入 30 ml 乙醚, 进行 30 min 的超声处理, 然后挥发掉乙醚。接着, 残留物加入 30 ml 乙酸乙酯, 再次超声 30 min。过滤, 将滤液蒸干后, 残渣用 2 ml 甲醇溶解, 作为待测样品。将菝葜皂苷元对照品配制成浓度为 0.5 mg/ml 的溶液, 取上述待测样品溶液和对照品溶液各 2~5  $\mu$ l, 分别点样在同一块硅胶 G 板上, 使用氯仿-丙酮 (95:5) 为展开剂进行展开。取出后晾干, 并喷洒 10% 硫酸乙醇溶液, 在 105 $^{\circ}$ C 加热, 直到斑点显色清晰。在 365 nm 紫外灯下观察。**结果:** 采用薄层色谱法 (TLC) 检测到菝葜皂苷元, 专属性强, 斑点清晰。**结论:** 此方法可用于竹根七中菝葜皂苷元的薄层色谱 (TLC) 鉴别, 表现出较强的专属性, 并且具有良好的重复性和稳定性。

**【关键词】** 竹根七; 菝葜皂苷元 薄层色谱法 (TLC)

**【中图分类号】** R284 **【文献标识码】** A **【文章编号】** 1008-4983 (2025) 03-0253-04

## Improvement of thin - layer chromatography (TLC) Identification method for sarsasapogenin in Disporopsis pernyi

ZENG Qi, WAN Hong - cai

(Qiannan Prefecture Institute of Inspection and Testing, Duyun, Guizhou 558000, China)

**【Abstract】Objective:** To improve the thin - layer chromatography (TLC) identification method for sarsasapogenin in Disporopsis pernyi. **Methods:** The sample was mixed with 30 ml of diethyl ether and subjected to ultrasonic treatment for 30 min, after which the diethyl ether was evaporated. The residue was then treated with 30 ml of ethyl acetate and ultrasonicated again for 30 min. The mixture was filtered, and the filtrate was evaporated to dryness. The resulting residue was dissolved in 2 ml of methanol to prepare the test solution. A reference solution of sarsasapogenin was prepared at a concentration of 0.5 mg/ml. Aliquots of 2 - 5  $\mu$ l of both the test solution and the reference solution were spotted separately onto the same silica gel G plate. The plate was developed using a mixture of chloroform and acetone (95:5) as the mobile phase. After development, the plate was air - dried and sprayed with 10% sulfuric acid in ethanol. It was then heated at 105 $^{\circ}$ C until clear spots appeared and observed under UV light at 365 nm. **Results:** Sarsasapogenin was successfully detected by thin - layer chromatography (TLC) with high specificity and clear, distinct spots. **Conclusion:** This improved method is suitable for the TLC identification of sarsasapogenin in Disporopsis pernyi, demonstrating high specificity, good reproducibility, and stability.

**【Key words】** Disporopsis pernyi; sarsasapogenin; thin - layer chromatography (TLC)

竹根七是一种属于百合科的植物, 学名为深裂竹根七 (*Disporopsis pernyi* (Hua) Diels)。及竹根七 *Disporopsis fuscopicta* Hance 的干燥根茎, 又名大玉竹。根据《陕西中草药》<sup>[1]</sup> 的记载, 此药物能够祛除风湿、清热降火、

缓解疼痛、调节月经并活血, 还可以滋养阴虚, 主要用于治疗风湿性关节炎、腰腿疼痛、跌打损伤、过劳引起的不适、月经不调以及骨蒸劳热。《中药大辞典》<sup>[2]</sup> 中则提到其具备清热解毒、祛风除湿、活血止痛的作用, 适

作者简介: 曾琦 (1987 -), 女, 主管药师, 主要从事药品检验工作。

通信作者: 万红才 (1977 -), 男, 副主任药师, 主要从事药品检验工作。

合治疗白喉、咽喉肿痛、风湿麻痹、跌打损伤、胃痛、痢肿疮毒，以及蛇毒和狂犬咬伤。竹根七在贵州省黔南分布广泛，具有养阴润燥，生津止渴。用于热病口燥咽干，干咳少痰，心烦心悸，消渴，为我省少数民族常用药物<sup>[3]</sup>，根据相关文献报道，竹根七中含较丰富的菝葜皂苷元<sup>[4]</sup>，且具有较高的药理活性。然而目前对贵州省民族药材竹根七研究仅有其性状和显微鉴别两项控制指标，收载于《贵州省中药材、民族药材质量标准》（2003版）<sup>[3]</sup>，并没有相关的有效成分提取工艺及含量测定研究。为有效控制竹根七药材质量，现选择菝葜皂苷元为对照对竹根七进行TLC鉴别<sup>[5]</sup>。相关文献对菝葜皂苷元的提取方法较繁琐<sup>[3]</sup>，经改进后提取较简单，展开效果良好，斑点清晰。该方法简便易操作，专属性强，结果

重复性较好。

### 1 仪器与试剂

仪器 SK250LHC 超声波清洗器（上海科导仪器有限公司）。梅特勒 AG135 电子天平。试药菝葜皂苷元（批号：110744-201711，含量：94.8%，中检院），样品 S1 购于都匀市三街草药店，样品 S2 购于都匀市东山赶集市场，样品 S3 采于都匀市幸福村，样品 S4 采于贵定县岩下村，样品 S5 采于麻江县谭家村。硅胶 G 预制板（批号：20160926），青岛海洋化工分厂；硅胶 G（青岛海洋化工有限公司生产，批号：00081110）；其余试剂均为分析纯。样品采集信息见表 1，均经贵州中医药大学魏升华教授鉴定。样品洗净后晒干，粉碎，过 2 号筛，放入干燥器中常温保存。

表 1 竹根七样品采集信息

序号	样品编号	采集地	采集时间
1	S1	贵州省都匀市三街草药店	2021 年 3 月
2	S2	贵州省都匀市东山市场	2021 年 6 月
3	S3	贵州省都匀市幸福村	2021 年 9 月
4	S4	贵州省贵定县岩下村	2020 年 4 月
5	S5	贵州省麻江县谭家村	2021 年 4 月
6	S6	贵州省都匀市沙井村	2021 年 5 月
7	S7	贵州省都匀市马家村	2021 年 1 月
8	S8	贵州省都匀市沙井村	2021 年 8 月
9	S9	贵州省都匀市邦水村	2021 年 9 月
10	S10	贵州省都匀市大河村	2021 年 9 月

## 2 方法与结果

2.1 菝葜皂苷元鉴别（原标准提取）取本品粉末 5 g，加 50 ml 乙醇，超声处理 45 min 后过滤，滤液加入 5 ml 浓盐酸，加热回流 2 h，冷却后用 40% 氢氧化钠溶液调至中性，浓缩至 1~2 ml，残留物加 50 ml 热水溶解，用石油醚（60~90℃）提取 3 次，50 ml/次，合并石油醚层，蒸干，残渣用 0.5 ml 甲醇溶解，得供试品溶液；另取菝葜皂苷元对照品，甲醇配制成每 1 ml 含 0.5 mg 的溶液，得对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版四部通则 0502）试验，分别吸取上述 2 种溶液各 5 μl，点于同一硅胶 G 薄层板，以三氯甲烷-丙酮（95:5）作展开剂展开，取出晾干，喷 10% 硫酸乙醇溶液，加热至斑点显色清晰，在 105℃ 灯下观察，供试品色谱在与对照品色谱相应的位置上显相同颜色的荧光斑点（图 1）。

菝葜皂苷元对照品，甲醇配制成每 1 ml 含 0.5 mg 的溶液，得对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版四部通则 0502）试验，分别吸取上述 2 种溶液各 5 μl，点于同一硅胶 G 薄层板，以三氯甲烷-丙酮（95:5）作展开剂展开，取出晾干，喷 10% 硫酸乙醇溶液，加热至斑点显色清晰，在 105℃ 灯下观察，供试品色谱在与对照品色谱相应的位置上显相同颜色的荧光斑点（图 1）。

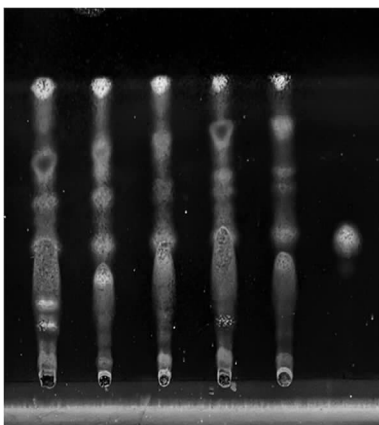


1 号点为样品 1；2 号点为样品 2；3 号点为菝葜皂苷元对照品

图 1 原标准提取方法薄层色谱图

2.2 为考察提取方法,分别称取5 g本品粉末,按以下步骤进行处理:(1)加入30 ml 甲醇,在水浴中回流2 h,然后将滤液蒸发浓缩至2 ml,作为样品溶液;(2)加入30 ml 甲醇,超声处理30 min,滤液蒸发浓缩至2 ml,作为样品溶液;(3)加入30 ml 乙酸乙酯,超声处理30 min,滤液蒸干,残渣再用2 ml 甲醇溶解,作为样品溶液(见图2);(4)加入30 ml 乙醚,超声处理30 min,挥发

干乙醚,残渣加入30 ml 乙酸乙酯,超声30 min,滤液蒸干,残渣再用2 ml 甲醇溶解,作为样品溶液。取用菝葜皂苷元对照品制成浓度为0.5 mg/ml的对照溶液,将每种样品溶液及对照溶液各取2  $\mu$ l,分别点于同一块硅胶G板上,以三氯甲烷-丙酮(95:5)混合溶剂作为展开剂,进行展开。取出后,晾干并喷洒10%硫酸乙醇溶液,在105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰,在365 nm紫外灯下观测。



1 2 3 4 5 6

1号点为样品1;2号点为样品2;3号点为样品3;4号点为样品4;5号点为样品5;6号点为菝葜皂苷元对照品

图2 提取方法(3)薄层色谱图

实验结果显示:方法(1)和(2)未能显现主斑点,无法识别;方法(3)操作简单,主斑点清晰,但干扰较大;方法(4)同样操作简便,不仅能够缩短原有标准的提取时间,提高效率,而且所用溶剂毒性较低,薄层色谱图展开适中,斑点清晰,干扰较少,因此选择方法(4)作为供试品溶液的制备方案。

2.3 不同展开系统用提取法(4)按样品S1-5制备供试品溶液,分别吸取供试品溶液和对照品溶液2  $\mu$ l点样于硅胶G薄层板上,分别在(1)乙酸乙酯-甲醇-甲酸-水(8:1.5:1.5:0.5),(2)甲苯-丙酮(9:1),(3)三氯甲烷-甲醇-乙酸乙酯(14:1:1),(4)三氯甲烷-丙酮(9.5:0.5)展开系统展开,取出,晾干,喷10%硫酸乙醇溶液,加热至斑点显色清晰,置365 nm紫外灯下观察。

实验结果显示:系统(1)(2)(3)样品与对照品完全未分离,系统分离效果非常差,斑点不清晰;而在系统(4)中,主要斑点非常清晰,分离效果良好,干扰较少。因此,选择系统(4)纳入正文。

2.4 耐用性考察按照国家药典委员会《中药分析方法验证指导原则实施细则》的相关要求,分别进行耐用性考察。(1)温度考察:进行低温(4 $^{\circ}$ C),室温(25 $^{\circ}$ C),高温(40 $^{\circ}$ C)考察,分离结果均好。(2)相对湿度考察:进行低湿度(25%),中湿度(50%),高湿度(75%)的考察,结果表明在上述条件下都能较好分离。(3)薄层板的考察:选用硅胶G预制板(青岛海洋化工厂分厂,

批号:20160926),自制硅胶G板(青岛海洋化工有限公司生产,批号:00081110)两种薄层板,结果表明均较好。

2.5 改良竹根七中菝葜皂苷元的薄层色谱(TLC)鉴别项:取本品粉末5 g,加30 ml 乙醚,超声30 min,乙醚挥发后残渣用30 ml 乙酸乙酯再超声30 min,过滤,滤液蒸发至干,残渣加2 ml 甲醇溶解,作为供试品溶液。取菝葜皂苷元对照品,加甲醇制成每1 ml含0.5 mg的溶液。取对照品溶液及供试品溶液各2  $\mu$ l点样于同一硅胶G板,以三氯甲烷-丙酮(95:5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,加热至斑点显色清晰,置365 nm紫外灯下检视。供试品色谱中与对照品色谱相应位置处,显相同颜色荧光的斑点。见图3。

菝葜皂苷元是竹根七中的主要药理活性物质,含量较高,且易溶于乙酸乙酯,故提取安全。直接用乙醚超声提取,虽然也能达到预期效果,但是色谱中的荧光斑点较多,干扰太大,故先用乙醚超声并弃去乙醚,残渣再加乙酸乙酯超声提取,弃去的乙醚能带走一部分不需要的成分,使色谱图中的干扰变小,而保留我们所需要的成分,且竹根七中所显的主斑点与菝葜皂苷元对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点,位置居中,温湿度或薄层板厚度对色谱效应的影响较小,结果稳定,重复性较好。参照薄层色谱法(2020年版《中国药典》通则0502),分别对展开剂,薄层板等条件进行考察,并按照国家药典委员会《中药分析方法验证指导原则实施细则》