

漆大姑中没食子酸的分离鉴定与薄层色谱鉴别*

Isolation and TLC Identification of Gallic Acid from *Glochidion eriocarpum* Champ

刘布鸣 陈荣光 韦汝武* 蔡全玲 姜惟恒 赖茂祥
Liu Buming Chen Rongguang Wei Ruwu Cai Quanling Jiang Weiheng Lai Maoxiang

(广西中医药研究所 南宁市东葛路 20-1 530022)

(Guangxi Institute of Traditional Medical and

Pharmaceutical Sciences, 20-1 Donggelu, Nanning, Guangxi, 530022, China)

摘要 从漆大姑植物中分离出一主要成分,经 MS, NMR, IR, UV, TLC等鉴定为没食子酸,以没食子酸为对照品,建立漆大姑药材的薄层色谱鉴别方法。

关键词 漆大姑 没食子酸 分离鉴定 薄层色谱鉴别

中图法分类号 R 914.1

Abstract An active component was isolated from *Glochidion eriocarpum* Champ. Its structure was identified as gallic acid by MS, NMR, IR, UV, TLC. The TLC analytical method of *G. eriocarpum* Champ. was established using the gallic acid as a control.

Key words *Glochidion eriocarpum* Champ., gallic acid, isolation and identification, TLC identification

漆大姑为大戟科植物毛果算盘子 (*Glochidion eriocarpum* Champ.) 的干燥地上部分,全年可采,具有驱风利湿,散瘀,止血,消肿的功效,治急性胃肠炎,痢疾,风湿关节痛,跌打损伤,创伤出血,漆疮,湿疹,皮炎^[1]。该植物在广西资源丰富分布广泛,《广西中药材标准》^[2]将其作为地方习用中药材品种收载,其主治清热利湿,散瘀消肿,解毒止痒;用于治疗生漆过敏,水田皮炎,皮肤瘙痒,荨麻疹,湿疹,剥脱性皮炎,跌打损伤。本文从漆大姑中分离鉴定出主要成分之一——没食子酸,并将其做为指标性成分进行漆大姑药材的薄层色谱鉴别,以增强该药材质量标准鉴别的选择性与专属性。

1 仪器与试剂

日本岛津 IR-470型红外分光光度计;美国 PE Lambda 12型紫外分光光度计,美国 Varian EM-360型核磁共振波谱仪,日本岛津 QP-5000型质谱仪。

实验用药材采自广西桂平县中和乡,经鉴定为漆大姑 (*Glochidion eriocarpum* Champ.) 没食子酸对照品购自中国药品生物制品检定所。

2 提取与分离

取漆大姑(干燥)10 kg,水煮2次,每次2 h,过滤,合并滤液,浓缩至相对密度为1.20~1.28,加乙醇至含醇量为75%,放置沉淀,取溶液回收乙醇,用乙酸乙酯萃取数次,合并萃取液,回收乙酸乙酯,用氯仿回流萃取物,收集氯仿液另作分析。取经回流后的瓶中剩余物用硅胶柱层析分离,以氯仿-甲醇(甲醇以0%~20%递增)梯度洗脱,分部收集,用薄层色谱检查,相同部分合并,收集第60~87的流份,回收溶剂,得一粗结晶,用氯仿-甲醇重结晶得白色结晶。

3 鉴定

白色针状结晶, mp 248°C~252°C, 溶于水、甲醇、乙醇、丙酮,三氯化铁反应和溴酚蓝反应均阳性。UV (EtOH) nm: 215, 266; IR (KBr) cm⁻¹: 3 495 (s, -OH), 3 280 (s, -OH), 3 060 2 655 (w, 羧酸缔合羟基), 1 649 (s, C=O), 1 614 (s), 1 545 (m), 1 452 (m) (苯环), 1 325 (s, C-O), 1 220 (s, C-O), 866 (m, 苯环氢 1, 3, 4, 5-四取代); NMR [(CD₃)₂CO] δppm: 4.33 (br, 4H, -OH), 7.18 (s, 2H, Ar-2H); MS (EI) m/e: 170 (M⁺, 100), 153 (M-OH), 135, 125 (M-COOH), 113, 107,

1998-05-28收稿, 1998-10-29修回。

* 广西医药卫生科研课题

** 广西中医学院 93级实习生

96, 79, 51, 45, 39 与没食子酸对照品进行薄层对照, Rf值一致。

以上各数据与没食子酸对照品和文献值^[3,4]相符, 确定该结晶为没食子酸。

4 薄层色谱鉴别

取漆大姑药材 5 g, 碎成粗粉, 加水 50 mL 煮沸 30 min, 滤过, 滤液用乙酸乙酯萃取 2 次, 每次 20 mL, 合并萃取液, 回收溶剂, 蒸干, 残渣加 1 mL 乙醇使溶解, 作为供试品溶液。另取没食子酸对照品用乙醇制成每 1 mL 含 1 mg 的对照品溶液, 照薄层色谱法^[5]试验, 吸取上述两种溶液各 2 μ L 分别点于同一含羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 HF₂₅₄ 薄层板上, 以氯仿-乙酸乙酯-甲醇-甲酸 (5: 5: 1: 1) 为展开剂展开, 取出晾干, 置紫外光 (254 nm) 下检视, 漆大姑药材供试品溶液色谱中, 在与没食子酸对照品色谱相应的位置上 (Rf= 0.45) 显相同颜色的暗紫色斑点 (图 1)。

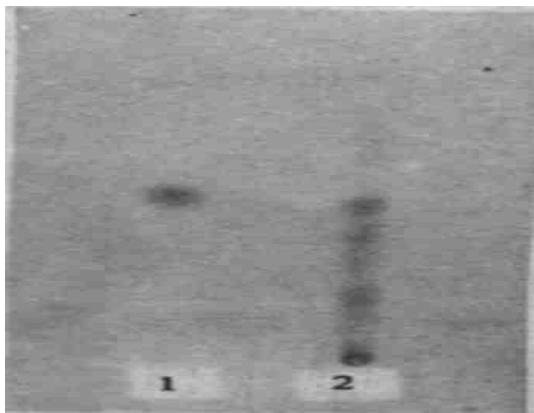


图 1 漆大姑薄层色谱图

Fig. 1 Thin layer chromatogram of *Glochidion eriocarpum* Champ.

1. 漆大姑 *Glochidion eriocarpum* Champ.; 2. 没食子酸对照品 Gallic acid.

5 讨论

目前对漆大姑的化学成分研究文献报道的不多, 仅见含有酚类、鞣质类等成分的报道^[1]。在现行的漆大姑药材质量标准中, 因未做系统的成分研究, 故鉴别项目中除了显微鉴别外, 仅有一理化检查, 系酚性成分的一般化学反应, 而酚性成分在植物药材中广泛存在, 一般情况下此类鉴别意义不大, 专属性不强。本研究从漆大姑植物中分离鉴定出没食子酸。试验表明没食子酸为漆大姑中主要成分之一, 因此将其做为药材中的指标性成分进行薄层鉴别, 使药材的鉴别具有较高的选择性与专属性, 可在其质量标准之中增加该薄层鉴别项目。在原药材质量标准中增加具有一定特征性, 并可控制药材质量的内容和指标, 有利改进质量标准, 提高其现代化水平。

致谢

广西中医药研究所仪器分析室代测 IR, UV, NMR, 广西商检科研所田继军高级工程师代测 MS 特此致谢。

参考文献

- 1 江苏新医学院. 中药大词典. 下册. 上海: 上海人民出版社, 1977. 2574.
- 2 广西壮族自治区卫生厅编. 广西中药材标准. 第 2 册. 1996. 281.
- 3 袁阿兴等. 细叶野牡丹化学成分研究. 中草药, 1982, 13 (5): 12.
- 4 钟裕容等. 黄栌化学成分的研究. 中药通报, 1986, 11 (10): 43.
- 5 中华人民共和国卫生部药典委员会编. 中华人民共和国药典. 1 部. 1995. 附录 VI B.

(责任编辑: 蒋汉明 邓大玉)

(上接第 202 页 Continue from page 202)

由图 (2) 中 $kt-t$ 的直线关系, 可得其斜率 $k = 0.00031/s$ 式 (7) 可写成: $D_c = kv_p^2/c^2$, 计算得到温度为 50°C 时, 颗粒内的液相有效扩散系数 $D_c = 1.98 \times 10^{-12} m^2/s$

4 结论

实验测定了柠檬酸溶液在不同温度下的吸附脱色速度, 经拟合得出 3 个温度下的脱色动力学方程; 在实验温度范围内, 温度越高, 脱色效果越好, 脱色速度越快; 用 Dunwald-Wager 公式的方法求解, 得到

温度为 50°C 时的颗粒内液相有效扩散系数为 $1.98 \times 10^{-12} m^2/s$

参考文献

- 1 Milsom P E, Meers J L. Citric Acid. In: Young M M. Comprehensive biotechnology. New York: Persimmon Press Ltd, 1985.
- 2 Kulpthipanja S, Oroskar A R, Priegnitz JW. US 4851573.
- 3 (日) 北川浩, 铃木谦一郎著. 吸附的基础与设计. 鹿政理译. 北京: 化学工业出版社, 1983.
- 4 叶振华编著. 化工吸附分离过程. 北京: 中国石化出版社, 1997.

(责任编辑: 蒋汉明)