

薄层扫描法测定黄毛■木中齐墩果酸的含量

★ 姚向超 邓杏灵 (中山大学中山眼科中心 广州 510060)

★ 曾池清 (中山大学肿瘤防治中心 广州 510060)

关键词:黄毛■木;齐墩果酸;薄层扫描法

中图分类号:R 284.1 文献标识码:A

黄毛■木又名鹰不扑,为五加科植物黄毛■木 *Aralia decaisneana* Hance 的干燥根,主产于广西、广东和湖南等地,收载于《广西中药材标准》(294~296 页),具有散瘀消肿、抗菌止痛的功效,主要用于治疗乙肝、肝硬化等。黄毛■木主要含以齐墩果酸为主的三萜皂苷,此外还含黄酮类等成分^[1~3]。齐墩果酸是主要有效成分,原标准未有含量测定项,本文用薄层扫描法(TLCS)对齐墩果酸进行了定量分析。

1 仪器与试剂

CS-9301PC 薄层扫描仪(日本岛津);定量毛细管(日本);硅胶 G 预制板(青岛海洋化工厂);齐墩果酸对照品(中国药品生物制品检定所提供);黄毛■木,购于广西药材公司;所用化学试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 层析及色谱条件 薄层板:硅胶 G 制板(青岛海洋化工厂);展开剂:石油醚(60~90℃)-苯-醋酸乙酯-冰醋酸(1:20:5:0.75);显色方法:喷 10% 硫酸乙醇溶液,105℃ 烘烤 5 分钟。在此条件下供试品在与齐墩果酸对照品相应位置上显相同的紫红色斑点。根据扫描预试结果,选择 $\lambda_s = 530 \text{ nm}$ 为测定波长,参比波长 $\lambda_R = 700 \text{ nm}$,双波长反射法锯齿扫描: SX=3,狭缝 0.4 mm×0.4 mm,灵敏度中。

2.2 标准曲线的制备 精密称取齐墩果酸对照品,加氯仿-甲醇(1:1)制成每 1 mL 分别含 1 mg 的对照品溶液。用定量毛细管吸取上述对照品溶液 1、2、3、4、5 μL 分别点于同一含硅胶 G 薄层板上,依上述条件展开,显色后,立即加盖同样大小玻璃板,周围用胶布固定,依法扫描测定各斑点积分值。以点样量(μg)为横坐标,以测得的积分值 A 为纵坐标,得齐墩果酸回归方程为: $Y = 1914.101 + 1057.605 X$, $r = 0.9994$;表明本品在 1.17~5.85 μg 之间,线性关系良好。曲线均不通过原点,故采用外标两点法计算。

2.3 供试品溶液的制备 取本品粗粉 2 g,置索氏提取器中,加甲醇适量浸泡 8 小时,置水浴上加热回流提取 5 小时。取提取液置圆底烧瓶中回收甲醇至干。残留物加水 15 mL 使溶解,加 20% 硫酸溶液 5 mL 沸水浴加热回流 5 小时,取出,放冷,用 20% 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 2~3,转移至分液漏斗中,加氯仿提取 6 次,每次 25 mL。合并氯仿液,用水洗涤 2 次,每次 20 mL,弃去水液。取氯仿液减压蒸干。残

渣加氯仿-甲醇(1:1)溶解,并定容至 10 mL,摇匀,作为供试品溶液。

2.4 精密度试验 对进样量为 4 μL 的齐墩果酸的同一斑点重复扫描 5 次,各次测得积分值的 RSD 为 1.55%,表明仪器精密度良好;分别在同一薄层板上点 5 个相同量(4 μL)的上述对照品溶液,齐墩果酸的斑点积分值的 RSD 为 3.20%,表明同板精密度较好。

2.5 稳定性试验 显色后每隔 30 分钟测定一次,结果齐墩果酸在显色后 2.5 小时内较稳定。

2.6 重现性试验 取同批样品 5 份,按含量测定项下方法平行试验,测得样品中齐墩果酸的含量平均为 0.468%, RSD=2.97%。

2.7 加样回收率试验 精密称取已知含量的样品适量,精密加入一定量的齐墩果酸对照品按供试液溶液的制备及样品测定项下操作,结果见表 1。

表 1 加样回收率试验结果

样品含量 /mg	对照品加入量 /mg	测得总量 /mg	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
4.721	4.720	9.341	97.88		
4.725	4.720	9.379	98.60		
4.730	4.720	9.362	98.14	98.11	1.05
4.719	4.720	9.288	96.80		
4.727	4.720	9.409	99.19		

2.8 样品测定 精密吸取供试品溶液 5 μL ,对照品溶液 2 μL 和 4 μL ,分别点于同一薄层板上,依法展开,显色,扫描测定,用外标两点法计算,结果 3 批样品含量分别为 0.452%、0.468%、0.518%,RSD 分别为 1.65%、2.83%、3.23% ($n=3$)。

3 讨论

供试品的提取曾比较超声波提取及索氏提取,结果索氏提取比较完全。黄毛■木根中齐墩果酸主要以皂苷的形式存在,且齐墩果酸对稀硫酸表现稳定,有资料表明与齐墩果酸结构相似的仙客来皂甙元在 10% 硫酸水溶液中加热 12 小时,其结构不变化,齐墩果酸对高温也呈现稳定^[1],因此采用加酸水解方法,测定三萜皂苷的苷元齐墩果酸的含量。经试验本文所采用的薄层色谱条件,齐墩果酸与相邻斑点能达到较好分离,利于扫描测定。文献^[5]报道测定波长为 519 nm,

储存温度对白术药材中苍术酮含量的影响

★ 杨美华 (江西国药有限责任公司 南昌 330002)

★ 龚红梅 (江西制药有限责任公司 南昌 330006)

关键词:白术;苍术酮;储存温度

中图分类号:R 284.1 文献标识码:A

随着国家对药品质量的要求日益提高,对药品和药材的储存和保管要求也日益提高。中药材在保管过程中,容易发生霉变、走油等变质现象,原因有外因和内因两方面,其中外因是温度、湿度、日光、微生物等外在因素引起的中药材的变质,包括成分的损失。本文即讨论了温度对白术药材的影响,以期对确定其加工和储存方法,保证白术药材的质量提供参考依据。

1 仪器和试液

正己烷,石油醚(60~90℃),醋酸乙酯,5%香草醛硫酸溶液,硅胶 G 薄层板。

2 实验方法的选定

白术药材中含有苍术酮成分,其对温度较敏感,又是有效成分之一。通过比较不同条件下的苍术酮薄层色谱展开的斑点的大小,来确定苍术酮成分的多少,以确认苍术酮成分损失程度。

3 样品的制备

本次实验用同一批白术药材,粉碎通过 40 目筛网后,取相同数量的 9 份样品,分别在烘箱中 40℃、60℃、80℃ 三个温度加热 4、8、12 小时,详见表 1。

表 1 白术药材样品制备

	40℃	60℃	80℃
4 小时	1	4	7
8 小时	2	5	8
12 小时	3	6	9

4 样品处理和结果判断

分别取 9 份样品粉末各 0.5 g,分别加正己烷 2 mL,超声处理 15 分钟,滤过,滤液作为供试品溶液。

单独取未经加热的白术药材作为对照,加正己烷 2 mL,超声处理 15 分钟,滤过,滤液作为对照溶液。

取石油醚(60~90℃)、醋酸乙酯适量(石油醚:醋酸乙酯为 50:1),混匀,作为展开剂。

分别吸取上述新制备的 9 个供试品溶液各 10 μL,点于同一已活化好的硅胶 G 薄层板上,用展开剂,展开,晾干、喷以 5% 香草醛硫酸溶液,加热至斑点显色清晰,日光下检视。

结果表明:1~5 号样品苍术酮斑点大小基本一致,与对照溶液斑点相近,6 号样品苍术酮斑点比对照溶液斑点略小,7~8 号样品明显比对照溶液的苍术酮斑点小,且 7 号样品斑点比 8 号样品要略大。9 号样品基本上看不到苍术酮斑点。说明苍术酮成分随温度的升高,加热时间的延长易损失。

5 讨论

本次实验采用加热的方法模拟了白术药材在储存和炮制加工过程中的某些步骤,表明苍术酮成分在低温下较稳定,建议在储存过程中放入阴凉库,以减少温度对其的影响,在炮制加工和制药的过程中,需加热灭菌的时候,时间尽可能短,以减少成分的损失。

(收稿日期:2005-02-23)

经试验 530 nm 作为检测波长为宜。3 批样品齐墩果酸含量大于 0.45%,表明黄毛慈木中齐墩果酸含量较高,以它作为质量控制指标具有较大意义。

参考文献

- [1]方乍浦,周迎新,曾宪仪.黄毛慈木皂甙分离鉴定[J].植物学报,1993,34(6):461
- [2]曾宪仪,周迎新,方乍浦.黄毛慈木化学成分研究[J].中国中药

- 杂志,1994,19(9):550
- [3]林耕,许旭东,刘东,等.黄毛慈木化学成分研究 I[J].中国中药杂志,2000,35(5):298
- [4]赵净胜,刑黎明,任宏峰.慈木中齐墩果酸甙水解条件研究[J].西北药学杂志,1990,5(4):26
- [5]刘军民,徐鸿华,林励.不同产地黄毛慈木中齐墩果酸含量测定[J].广州中医药大学学报,1998,15(2):136

(收稿日期:2005-03-25)