

雷公藤和昆明山海棠的薄层层析检查

福建省医学科学研究所(福州350001) 夏志林* 徐榕青 郭舜民 邓福孝

摘要 用薄层层析法检查雷公藤和昆明山海棠中的二萜内酯类、生物碱类和三萜类等化学成分。实验用方法简单,快速,结果较好。检查结果可作为雷公藤和昆明山海棠的生药鉴定,以及判断质量的指标。

关键词 雷公藤 昆明山海棠 中药材质量检查 薄层层析法

卫矛科雷公藤属植物在我国有4种,临床以雷公藤 *Tripterygium wilfordii* Hook.f. 和昆明山海棠 *T. hypoglucum* Level.Hutch 应用为多。近年来,随着生产各种雷公藤制剂的药厂增多,药材的需求量日益扩大。鉴于我国目前还没有统一的雷公藤类药材质量检验标准,为了保证药品质量,报道用薄层层析检查雷公藤和昆明山海棠质量的方法,可供医药部门对此类药材作快速鉴定和评判其内在质量时采用。

1 生药样品

雷公藤全根(1),雷公藤根皮(2),雷公藤根芯(3),昆明山海棠全根(4),昆明山海棠根芯(5)。全部样品均已按照文献方法,作生药学鉴定。(李瑞琳,等.雷公藤的研究与临床应用.北京:中国科学技术出版社,1989.15)。

2 雷公藤化学成分对照品

雷公藤红素(tripterine),雷酚内酯(triptophenolide,又称昆明山海棠素, hypolide),雷公藤内酯酮(triptonide),雷公藤内酯醇(triptolide),雷公藤次碱(wilforine),雷公藤吉碱(wilforgine),雷公藤春碱(wilfortrine),雷公藤内酯甲(wilforlide A),雷公藤内酯乙(wilforlide B), β -谷甾醇(β -sitosterol)。全部化学成分均从雷公藤中提取,分离得到,结构经光谱鉴定。作TLC对照品时均用乙醇溶解。

3 薄层层析

3.1 层析板:硅胶G板(青岛海洋化工厂),湿法铺板,厚约0.3mm;高效硅胶板(青岛海洋化工厂)。上述二板均以100°C烘0.5h后,放入干燥器内备用。

3.2 层析展开剂:检查雷公藤红素,石油醚-乙醚(1:2);检查雷公藤二萜内酯类化合物,醋酸乙酯-石油醚(7:4);检查雷公藤三萜类化合物,氯仿-甲醇(10:1);检查雷公藤生物碱类化合物,氯仿-丙酮(4:1)。全部溶剂均为分析纯。

3.3 化合物显色剂:红素用10%NaOH溶液;二萜内酯用2%3,5-二硝基苯甲酸乙醇溶液和10%NaOH溶液,用前1:3混合;三萜用三氯化锑氯仿饱和液;生物碱用改良碘化铋钾试液。

4 薄层层析检查方法

4.1 雷公藤红素的检查:称取样品粗粉20g,用石油醚200ml加热提取1h,过滤,回收溶剂至干,蒸馏瓶用水冷却后,残留液用微量进样器点样约20 μ l于硅胶G薄层板上,随行点样对照品,直立上行展开12cm,取出晾干,喷显色剂,雷公藤红素显红色斑点。结果见图1。雷公藤中红素含量大于昆明山海棠。同种药材中,根皮红素含量大于根芯。

4.2 二萜内酯类化合物的检查:称取样品粗粉20g,用醋酸乙酯200ml加热提取1h,过滤,回收溶剂至干,蒸馏瓶用水冷却后,吸取残留液于中性氧化铝柱(5 $\times$ 1.5cm)上,继用醋

*Address: Xia Zhilin, Fujian Provincial Institute of Medicinal Sciences, Fuzhou

酸乙酯200ml洗脱，洗脱液回收溶剂至干，冷却后，残留液用微量进样器点样约20 μ l于硅胶G板上，随行点样对照品，直立上行展开12cm，取出晾干，喷显色剂，雷公藤二萜内酯类化合物显紫红色斑点。结果见图2。由图2可以看出，雷公藤中二萜内酯类化合物的含量大于昆明山海棠。同种药材中，根皮二萜内酯含量大于根芯。

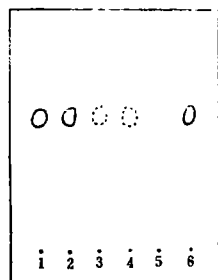


图1 红素的TLC图

1~5-不同药材样品

6-雷公藤红素

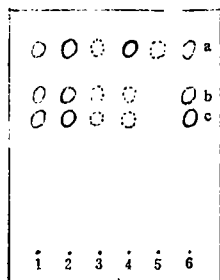


图2 二萜内酯的TLC图

1~5-不同药材样品 6-混合

对照品 (a-雷酚内酯 b-雷公藤内酯酮 c-雷公藤内酯醇)

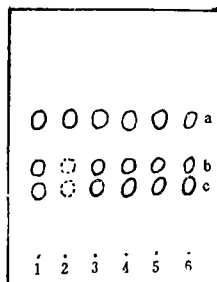


图3 三萜的TLC图

1~5-不同药材样品 6-混合对

照品 (a、 β -谷甾醇 b-雷公藤内酯乙 c-雷公藤内酯甲)

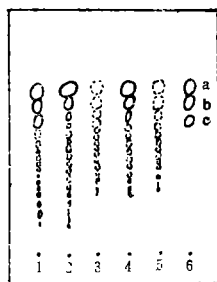


图4 生物碱的TLC图

1~5-不同药材样品

6-混合对照品 (a-雷公藤次碱 b-雷公藤吉碱 d-雷公藤春碱)

4.3 雷公藤三萜类化合物的检查：取上述4.2项下的醋酸乙酯供试液，用微量进样器点样约20 μ l于硅胶G板上，随行点样对照品，直立上行展开12cm，取出后喷显色剂。在100 $^{\circ}$ C烘2min，雷公藤三萜类化合物显红色斑点。结果见图3。雷公藤中三萜类化合物的含量小于昆明山海棠，同种药材中，根芯三萜含量大于根皮。

4.4 雷公藤生物碱类化合物的检查：称取样品20g，加少量稀氨水湿润，用乙醚200ml加热提取1h，过滤，提取液回收溶剂至一半量，药液用2% HCl溶液100ml分2次萃取，分取酸液，用氨水调pH11~12，继用乙醚萃取，分取醚层，回收溶剂至干，冷却后，残留液用微量进样器点样约20 μ l于高效硅胶板上，随行点样对照品，直立上行展开约12cm，雷公藤生物碱类化合物显金黄色斑点。层析结果见图4。雷公藤中生物碱类化合物的含量和昆明山海棠差别不大，同种药材中，根皮生物碱含量大于根芯。

5 小结与讨论

5.1 从薄层层析检查结果判断，雷公藤和昆明山海棠化学成分基本相同。但是由于雷公藤（尤其是根皮）中的二萜内酯类化合物的含量较高，因此毒性亦较大，临床上二种药材混用，要注意给药剂量上的差别。

5.2 薄层层析可作为鉴别雷公藤类药材的辅助手段。如果没有上述化学成分对照品，亦可采用直接判断法。凡正品，优质的药材，作二萜内酯类化合物的TLC检查后，即可发现板上有3~4个 (R_f 0.4~0.8) 较明显的紫红色斑点，此外，生物碱的TLC检查结果，板上金黄色的斑点亦应较明显。

5.3 若要提取、分离雷公藤中某种单体有效成分供研究之用，要注意选用药材的品种、部位和质量，以降低生产成本。

(1993-09-07收稿)