

薄层扫描法测定不同品种马勃中 麦角甾-7,22-二烯-3-酮含量[△]

吉林省中医中药研究院(长春 130021)

王隶书* 金向群 程东岩

吉林省人民医院

严玉清

摘 要 通过薄层扫描法测定了 6 种马勃即大马勃、白马勃、脱皮马勃、粒形灰包、梨形灰包、灰包菇中麦角甾-7,22-二烯-3-酮的含量,为中药马勃的开发利用提供依据。

关键词 马勃 麦角甾-7,22-二烯-3-酮 薄层扫描法 含量测定

马勃为常见中药,其味辛、平,具有清肺利咽、止血之功效。用于风热郁肺咽痛,咳嗽音哑;外治鼻衄,创伤出血。麦角甾-7,22-二烯-3-酮为其有效成分之一。我们以薄层扫描法对 6 种马勃中麦角甾-7,22-二烯-3-酮的含量进行了测定。

1 实验部分

1.1 仪器与药品:岛津 CS-930 型薄层扫描仪,定量毛细管(美国 Drummond 公司),硅胶 G 预制薄层板(青岛海洋化工厂生产),大马勃、白马勃,脱皮马勃、粒形灰包,梨形灰包、灰包菇由本院生药室严仲铠研究员采集并鉴定。麦角甾-7,22-二烯-3-酮由本院植化室提供,含量 99.4%。

1.2 麦角甾-7,22-二烯-3-酮对照液的制备:精密称取干燥至恒重的麦角甾-7,22-二烯-3-酮对照品,加氯仿溶解,制成 1 mg/mL 的对照品溶液。

1.3 样品液的制备:取 6 个品种马勃各 10 g,置索氏提取器中加氯仿 200 mL 于水浴上回流提取 5 h,提取液回收溶剂后,以氯仿定容至 2 mL,备用。

1.4 薄层层析条件及扫描参数的确定:层析板:硅胶 G 预制薄层板;展开剂:环己烷-丙

酮-乙醚(10:1:2);展开方式:上行展开;显色:层析完毕后,喷以 10%硫酸乙醇溶液,挥干溶剂,于 105℃加热 3 min,阴暗处放冷后即可扫描测定。

扫描参数的选定:将层析显色后的斑点于 CS-930 型薄层扫描仪上在可见光区进行光谱扫描,选定 $\lambda_s=535\text{ nm}$, $\lambda_R=700\text{ nm}$, $S_x=3$,背景校正:ON,反射法锯齿扫描。

1.5 标准曲线的绘制:用定量毛细管吸取麦角甾-7,22-二烯-3-酮对照液 2、4、5、6、8、10 μL 点于同一块薄层板上,以环己烷-丙酮-乙醚(10:1:2)展开 10 cm,取出,晾干,喷显色剂,挥干溶剂,于 105℃加热 3 min,阴暗处放冷后按上述扫描参数扫描。以点样量-斑点吸收积分值作图,得一不通过原点的直线,其回归方程为: $Y=-5206+3940.4X$ ($r=0.9993$),表明麦角甾-7,22-二烯-3-酮在 2~10 μg 范围内线性关系良好。

1.6 精密度试验:用定量毛细管吸取对照品溶液 4 μL ,点相同浓度的 5 个点于同一块薄层板上,展开,显色,扫描,结果斑点吸收度积分平均值 $\bar{x}=11064.2$, $RSD=1.09\%$ 。

1.7 稳定性实验:用定量毛细管吸取对照品溶液 4 μL 点于薄层板上,展开,显色,每隔

* Address: Wang Lishu, Jilin Provincial College of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica, Changchun

[△] 国家八五攻关课题

20 min 扫描一次,结果表明在 60 min 内基本不影响测定。

1.8 加样回收率试验:精密称取 6 个品种马勃,每个品种 4 份,每份 10 g,在其中 3 份中分别加入麦角甙-7,22-二烯-3-酮定量,然后将 4 份粉末按 1.3 项下样品液的制备方法制备,作为供试品溶液。用定量毛细管吸取对照品溶液 4、8 μ L 及供试品液 4 μ L 点于同一块薄层板上,按前述方法展开,显色,扫描,计算回收率,回收率测定结果:大马勃 99.2%,RSD = 1.12%;白马勃 98.65%,RSD = 1.23%;脱皮马勃 99.0%,RSD=1.41%;粒形灰包 97.9%,RSD = 1.09%;梨形灰包 99.6%,RSD=1.52%;灰包菇 97.8%,RSD =1.49%。

1.9 样品的含量测定:按 1.3 项下方法制备不同品种马勃样品液,用定量毛细管吸取对照品溶液 4、8 μ L 及样品液 4 μ L 点于同一薄层板上,按前述方法展开,显色,扫描,外标二

点法计算麦角甙-7,22-二烯-3-酮含量,结果见表 1。

表 1 不同品种马勃含量测定结果		
品种	平均含量(%, $n=5$)	RSD%
大马勃	0.026	1.56
白马勃	0.023	1.84
脱皮马勃	0.024	1.23
粒形灰包	0.077	1.09
梨形灰包	0.080	1.94
灰包菇	0.009	1.66

2 小结

关于马勃,尤其不同品种马勃中麦角甙-7,22-二烯-3-酮的含量测定方法尚未见报道。我们测定了 6 种马勃中麦角甙-7,22-二烯-3-酮含量,结果表明梨形灰包中含量最高,为 0.08%;灰包菇中最低,为 0.009%。

本法准确可行,加样回收率 RSD 在 2% 以下,为控制马勃的内在质量提供依据。

(1996-03-18 收稿)

Determination of the Content of Ergosta-7,22-dien-3-one in Various Species of Mabo by TLCS

Wang Lishu,Yan Yuqing,et al

The content of ergosta-7,22-dien-3-one in six species of mabo(i.e. Damabo,Baimabo,Tuopimabo,Lixinghuibao,Lixinghuibao and huibaogu)were determined by TLC Scanning. It provided a scientific basis for the development and utilization of Mabo.

古汉养生精片中黄芪甲甙的含量测定

湖南中医药研究院(长沙 410006) 杨永华* 陈宗宪** 刘奕晖

摘 要 用薄层扫描法测定了古汉养生精片中黄芪甲甙的含量,并对转移率进行了探讨,结果表明其片中黄芪甲甙含量为 0.099%,RSD=1.74%,转移率为 51.9%。

关键词 古汉养生精片 黄芪 黄芪甲甙 转移率

为了保证古汉养生精片的质量,在该药 制订质量标准时,已规定了淫羊藿甙、芍药甙

* Address: Yang Yonghua,Hunan Provencial College of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica,Changsha

** 宜春中医院进修者

• 16 •