

TLC-可见分光光度法对丝瓜藤及其炮制品质量控制的应用

中国药科大学(南京 210009) 程紫骅* 谢宁
江西余江制药厂 吴朝阳

摘要 用薄层刮板-可见分光光度法检测丝瓜藤及其炒黄、炒炭制品中齐墩果酸的含量。其方法回收率为 99.52%, $r=0.9998(n=5)$, RSD 为 1.05%, 取得了较为可靠的结果。证明丝瓜藤原药材及其炮制品中齐墩果酸含量无显著差别。

关键词 丝瓜藤 齐墩果酸 TLC-可见分光光度法 炮制

丝瓜系葫芦科植物 *Luffa cylindrica* (L.) Roem., 民间用其藤(叶)治疗慢性气管炎有着悠久的历史^[1], 对其化学成分的研究已有些报道, 主要成分为齐墩果酸及其糖甙^[2,3]。据《中药大辞典》记载: 本品有舒筋活血, 杀虫之功效, 有小毒。内服及外用均需“烧存性”或“煨存性。”为研究并比较丝瓜藤及其炒黄、炒炭制品中主要成分齐墩果酸差别, 炮制对其成分的影响, 我们对此进行了研究。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂: 752 可见紫外光栅分光光度计; 超声波清洗器 CX-250 型; Perkin-Elmer Lambda 2 UV/vis spectrometer; 丝瓜藤 *L. cylindrica* (L.) Roem 采自江西余江, 炒黄及炒炭丝瓜藤自制; 齐墩果酸对照品(中国药品生物制品检定所提供); 硅胶 G(层析用, 青岛海洋化工厂); 化学试剂均为分析纯。

1.2 最大吸收波长的选择: 称取适量齐墩果酸对照品, 加入 0.05% 三氯化铁冰醋酸溶液 5 mL, 再缓缓加入 5 mL 浓硫酸, 摇匀, 在 400~600 nm 波长处扫描, 图谱显示最大吸收波长为 450 nm。

1.3 薄层色谱条件: 展开剂: 氯仿-甲醇(10:1); 硅胶 G 薄层板: 取硅胶 G 适量, 加入 1% CMC-Na 水溶液, 混匀, 涂布于 20 cm × 20 cm 玻板上, 室温干燥后, 于 105℃ 活化 40 min 贮于干燥器内备用。

称取 50 g 待测各种原药材, 置索氏提取器中用甲醇回流 4 h, 减压回收甲醇, 用 0.1 mol/L NaOH 溶液调 pH ≥ 11, 回流 30 min, 加 0.1 mol/L HCl 调 pH 2, 回流 1 h, 滴加氨水至 pH 7 用氯仿萃取 3 次, 合并氯仿液, 水洗 3 次, 取氯仿层, 用无水 Na₂SO₄ 适量进行干燥后, 过滤, 加氯仿定容于 50 mL 容量瓶中, 备用。

1.5 标准曲线的制备: 精密称取齐墩果酸对照品 6.21 mg, 溶于 2 mL 甲醇中, 超声振荡使溶解, 带状点样于 20 cm × 20 cm 薄层板上, 用小量甲醇反复洗涤小瓶, 将洗涤液点于层析板上, 以氯仿-甲醇(10:1)溶液展开, 用碘蒸气显色。刮取约 1.5 cm 宽色带, 用甲醇提取 3 次, 每次 8、6、4 mL, 离心, 合并上清液, 置 25 mL 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 混匀。分别精密吸取 0.5、1.0、1.5、2.0、3.0 mL 上述溶液于 25 mL 三角烧瓶中, 蒸去甲醇至干, 加入 0.05% 三氯化铁冰醋酸溶液 5 mL, 再缓缓加入 5 mL 浓 H₂SO₄, 摇匀, 放置 40 min, 在 450 nm 波长处测吸收度, 以试剂为空白, 结果见表 1。回归方程为 $A=0.9443C-0.0231$, $r=0.9998(n=5)$ 。

1.6 回收率试验: 分别精密称取 5 mg 对照品, 同时作样品对照, 提取和测定方法分别按

* Address: Cheng Zihua, China Pharmaceutical University, Nanjing
程紫骅 女, 大学本科学历, 讲师。1983年毕业于江西中医学院药学系中药专业, 分配在江西国药厂工作, 1991年至今在中国药科大学中昆药剂研究所工作。主要从事部分教学和药物制剂研究, 包括中药、保健品、缓释制剂研究工作。

表 1 标准曲线测定数据

对照品 C(mg)	0.1242	0.2484	0.3726	0.4968	0.7452
吸收度 A	0.089	0.215	0.330	0.450	0.677

1.4 项和 1.5 项下内容操作。结果回收率为 99.52%，SD 为 1.04，RSD 为 1.05% (n = 5)。

1.7 测定方法的稳定性实验：称取一定量的对照品，加 0.05% 三氯化铁冰醋酸溶液 5 mL，再缓缓加入 5 mL 浓 H₂SO₄，摇匀，放置 40 min，每隔 0, 30, 60, 90, 120, 150, 180 min 测定其吸收度，结果表明样品在 0~2 h 内测定结果较稳定。

1.8 样品含量测定：精密吸取 1.4 项下制备的样品溶液 10 mL，置 25 mL 三角烧瓶中，置水浴上蒸去氯仿至干，用 2 mL 甲醇溶解，带状点样 20 cm × 20 cm 薄层板上，同时用齐墩果酸甲醇溶液定位。按 1.5 项下展开、刮板、洗脱，用甲醇定容至 25 mL 容量瓶，摇匀后，精密吸取 2.5 mL，蒸去甲醇至干，加 0.05% 三氯化铁冰醋酸溶液 5 mL，再缓缓加入 5 mL 浓 H₂SO₄ 溶液，摇匀，放置 40 min，在 450 nm 处测吸收度。结果见表 2。

表 2 样品测定结果

吸收度	原药材	炒黄制品	炒炭制品
	0.574	0.574	0.563
A	0.569	0.577	0.568
	0.572	0.580	0.569
\bar{A}	0.572	0.577	0.567
测量值(mg)	6.30	6.35	6.25

原药材、炒黄制品和炒炭制品三者含齐

墩果酸量无显著差异，说明炮制对齐墩果酸含量影响不大。每克药材约含 6 mg 以上齐墩果酸。

2 讨论

2.1 据《中药大辞典》记载，本品性味“苦，微寒，小毒”。临床使用均需烧存性研末内服或煨存性研末调敷外用。为了对传统用药方式提供现代理论依据，我们研究了原药材、炒黄及炒炭制品中齐墩果酸含量，结果表明无明显差异。当然要确定炮制对其它成分的影响，还需进一步工作。

2.2 我们采用制备薄层，选用 20 cm × 20 cm 薄层板，用带状点样，可加大薄层载样量。本文试验成败的关键是薄层色谱的分离，如果薄层色谱分离的不好，将会增加刮板的难度和误差，因此，筛选了十几种展开剂，最后确定用氯仿-甲醇(10 : 1)为展开剂，取得较好的分离效果。

2.3 我们在样品提取中加酸和碱，目的是为了使其类水解，提高齐墩果酸量。

2.4 试验所有加热操作均在水浴上进行。显色时，加入浓 H₂SO₄ 要缓慢，以防气泡的产生，并轻轻摇匀，保证测试结果的正确性。

参考文献

- 1 竹本常松,等. 药学杂志,104(3),246
- 2 南京药物研究所气管炎药物研究组. 中草药,1980,11(2);55

(1996-11-22 收稿)

Application of TLC-Visible Spectrometry Method in Quality Control of Stem of Suakwa Vegetablesponge (*Luffa cylindrica*) and its Processed Product

Cheng Zihua, Wu Zhaoyang, et al

A TLC-visible spectrometry method for the determination of oleanolic acid in stem of *Luffa cylindrica* (L.) Roem and its processed product (stir baked to brown or charred) was reported. The method was carried out on thin layer plates of silica gel G with chloroform methyl-alcohol (10 : 1) as the developer, and visible absorbance of the eluate was determined at 450 nm. The method showed good linearity ($r = 0.9998, n = 5$) average recovery was 99.52%, and RSD was 1.05%. Results showed that the Oleanolic acid content in the stem of *L. cylindrica* and its processed product was not distinctly different from each other.