

薄层扫描法测定水罗伞中水黄皮素的含量

戴斌¹, 丘翠嫦¹, 梁洁^{2*}

(1. 广西民族医药研究所, 广西 南宁 530000; 2. 广西中医学院 药理学系, 广西 南宁 530001)

水罗伞为蝶形花科植物干花豆 *Fordia cauliflora* Hemsl. 的根, 为广西壮、瑶医常用药材, 有散瘀消肿、止痛、宁神、益智等功效, 用于治疗风湿骨痛、骨折、小儿疳积、弱智、老年性痴呆及病后体虚等症^[1,2]。药理试验表明, 水罗伞根的水煎液可提高小鼠的短时性和长时性记忆保存率^[3]; 顾维等从水罗伞乙醇提取物中分离到硬脂酸、棕榈酸和 β -谷甾醇^[4], 我们从有益智作用的醇提取物氯仿溶出部分得到一结晶化合物, 经鉴定为水黄皮素^[5]。为了评价不同产地的水罗伞药材内在质量, 我们采用双波长薄层扫描法测定其中水黄皮素的含量, 以期水罗伞药材质量标准的制定及进一步开发利用提供依据。

1 仪器及材料

CS-9000型薄层扫描仪(岛津), 三用紫外线分析仪(江阴申港电光仪器厂), SB-220型超声仪(上海必能信超声有限公司), 微量定量毛细管(美国Drunmond Co.), 硅胶 G(青岛海洋化工集团公司), 环己烷、丙酮等试剂均为分析纯。水罗伞来源见表1。

2 方法与结果

2.1 薄层色谱条件的选择: 薄层板: 硅胶 G-0.7% CM C-Na板(厚约0.6 mm, 105℃活化1 h); 展开剂: 环己烷-丙酮(7.5:2.5); 测定波长 $\lambda_s=310$ nm, 参比波长 $\lambda_R=365$ nm; 扫描方式: 反射双波长锯齿扫描。

2.2 对照品溶液的制备及线性关系的考察: 精密称取水黄皮素对照品适量, 加乙醇制成0.1644 mg/mL的对照品溶液。用微量定量毛细管分别吸取2, 4, 6, 8, 10 μ L点于同一薄层板上, 按上述条件展开, 扫描, 以点样量(μ g)为横坐标, 峰面积积分值为纵坐标作图, 进行线性回归, 得回归方程: $Y=18.46Q-12.322X$ ($r=0.9997$)。结果表明水罗伞素在0.33~1.64 μ g呈良好的线性关系。

2.3 供试品溶液制备: 精密称取供试品粗粉5.00 g

置圆底烧瓶中, 加乙醇50 mL浸渍过夜, 回流提取3次, 每次1 h, 滤过, 滤液合并, 回收溶剂至约15 mL, 转移至25 mL容量瓶中, 加乙醇至刻度, 摇匀即得。

2.4 薄层色谱: 吸取供试品溶液5~10 μ L及对照品溶液10 μ L, 点于同一薄层板上, 按上述条件展开, 展距为12 cm, 取出晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中在水黄皮素对照品色谱相应的位置上, 均有相同的蓝色荧光斑点(R_f 值约0.60)。

2.5 测定波长的选择: 对对照品及相应的供试品斑点, 在200~400 nm波长作光谱扫描, 表明供试品色谱中在与对照品色谱斑点相应的位置上, 其紫外光谱吸收曲线基本一致, 在310 nm波长处有最大吸收峰。

2.6 干扰性考察: 用薄层扫描仪在310 nm波长处对供试品及对照品薄层色谱作线性扫描。结果表明供试品色谱中有5~7个主要色谱峰, 其中与对照品色谱峰相对应的峰已达到完全分离, 其他峰对测定无干扰。

2.7 精密度及重现性试验: 对同一薄层斑点连续扫描5次, 峰面积积分值变化不大, 其RSD为3.91%; 对同一薄层板和不同薄层板上的5个斑点, 分别扫描, 测得板内及板间峰面积积分值的RSD分别为0.58%和3.93%, 表明精密度及重现性良好。

2.8 稳定性试验: 分别吸取等量供试品溶液, 在同一薄层板上点5个斑点, 按上述条件展开, 每隔1 h扫描一次, 结果测得峰面积积分值的RSD=0.97% ($n=3$), 表明供试品在3 h内稳定。

2.9 回收率试验: 精密吸取已测知含量的供试品(6号)2.00 g(含水黄皮素0.29%), 加入水黄皮素对照品溶液(0.5480 mg/mL)10 mL, 按2.3项下方法操作, 用乙醇定容至10 mL, 用定量毛细管吸取1 μ L在同一薄层板上分别点上5个斑点, 随行点上对照品溶液(0.1644 mg/mL)6, 8 μ L各2个斑点, 按上

* 收稿日期: 2002-09-03

基金项目: 国家自然科学基金资助及广西自然科学基金匹配项目(9860082)

述条件展开,扫描,用外标二点法计算水黄皮素的含量,计算回收率。结果平均回收率为 97.21%, $RSD=1.40\%$ ($n=5$)

2.10 样品测定:在同一薄层板上,点相同体积 0.5~6 μ L 的供试品溶液斑点 3 个和随行对照品溶液 (0.164 4 mg/mL) 斑点 2 个 (6,8 μ L),按上述拟定的条件展开,紫外光灯定位,扫描,用外标二点法测定供试品中水黄皮素含量,结果见表 1

表 1 样品中水黄皮素含量测定结果 ($n=3$)

Table 1 Determination data of karajin in samples ($n=3$)

编号	品种	产地	采集日期	水黄皮素 %	RSD %
1	水罗伞根	天等	1998-06	0.61	2.44
2	水罗伞根	大新	1998-12	0.46	0.93
3	水罗伞根	南宁	1998-07	0.90	0.67
4	水罗伞根	百色	1999-06	1.48	2.83
5	水罗伞根	靖西	2000-06	0.25	2.81
6	水罗伞根	龙洲	2000-12	0.29	1.63
7	水罗伞茎	德保	2000-06	0.12	3.25

3 讨论

3.1 采用硅胶 G 薄层板,以环己烷-丙酮 (7.5:2.5) 为展开剂展开,可使供试品中水黄皮素斑点分离良好。采用反射式双波长锯齿扫描方法测定水黄皮素的含量,有较好的精密度、重现性及稳定性,为

水罗伞药材的质量控制方法的制定提供了依据

3.2 用本法测定了 7 组样品,其中水罗伞根含水黄皮素为 0.25%~1.48%,因产地不同而有差异,以百色产者为高 (1.48%),其次为南宁 (0.90%)、天等 (0.61%)、大新 (0.46%)、龙州 (0.29%) 和靖西 (0.25%)。茎枝亦含有一定量的水黄皮素 (约 0.12%),这对于资源再生及生态环境保护有重要意义。

水罗伞不同采集期对水黄皮素含量的影响有待进一步考察

References

- [1] Guangxi Health Department. *Records of Guangxi Traditional Chinese Medicine* (广西中药志) [M]. Nanning: Guangxi People's Publishing House, 1963.
- [2] Guangxi Health Department. *Selected Works of Guangxi Herbal* (广西本草选编) [M]. Nanning: Guangxi People's Publishing House, 1974.
- [3] Gu Z Y, Liu J L, Zhang C C. *Fordia cauliflora* to influence rat's memory [J]. *Nanjing J Railway Med Coll* (南京铁道医学院学报), 1993, 12(2): 84-86.
- [4] Gu W, Xu M J, Cheng Y J, et al. Studies on the chemical constituents of *Fordia cauliflora* [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 1999, 24(2): 98-99.
- [5] Dai B, Qin C H, Dai X D, et al. Chemical components of *Shuiluosan* (*Fordia cauliflora*) (I) [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2003, 34(1): 22-23.

温度对白芍药材、白芍提取物及乾坤清颗粒成品中芍药苷含量稳定性的影响

闫兴丽,张建军,李小燕,杜宇颖,李伟*

(北京中医药大学,北京 100029)

白芍是一常用的中药,具有平肝抑阳,养血敛阴,柔肝止痛等功能。芍药苷是白芍中比较明确的有效成分之一。据文献报道芍药苷在生产过程中不稳定,受热易破坏^[1,2]。本实验运用经典恒温加速试验法^[3],就温度对白芍药材、白芍提取物、乾坤清颗粒中芍药苷含量稳定性的影响进行了考察,并根据化学动力学理论,预测它们的有效期,以期对芍药苷的稳定性有更加全面的认识。

1 实验材料

LB801 型超级恒温器 (辽阳市恒温仪器厂), TCQ-250 型超声波清洗机 (北京医疗设备二厂), Beckman 高效液相色谱仪。

白芍药材购于河北安国市,经北京中医药大学基础医学院中药教研室鉴定为毛茛科植物芍药 *Paeonia lactiflora* Pall 的干燥根;白芍提取物自制;乾坤清颗粒为北京朝阳制剂中心加工,批号为 991023,991024,991025;芍药苷对照品购自中国药品生物制品检定所,批号为 0736-9811;流动相用水为双蒸水,甲醇为分析纯。

2 方法和结果

2.1 色谱条件:色谱柱: YWG-C₁₈ (4.6 mm $\times$ 250 mm);柱温: 35 $^{\circ}$ C;流动相: 甲醇-水 (24:76);流速: 1 mL/min;检测波长: 243 nm;灵敏度: 0.1 A.U.T;纸速: 0.1 cm/min;进样量: 20 μ L。

* 收稿日期: 2002-06-06

作者简介: 闫兴丽 (1967-),女,主管药师,中药制剂专业硕士,1990年毕业于北京中医学院中药系,从事中药新制剂的研制和开发工作。Tel (010) 64286498 E-mail xingliyan3@ sina.com