

化橘红中野漆树苷的含量测定

袁旭江,林 励*

(广州中医药大学,广州 广东 510405)

化橘红为芸香科植物化州柚 *Citrus grandis* 'tomentosa' (L.)和柚 *C. grandis* (L.) Osbeck 未成熟果实的干燥外层果皮^[1],前者称毛橘红,后者称光橘红。有散寒、燥湿、消痰、利气等功效,用于风寒咳嗽、喉痒痰多、食积伤酒、呕恶痞闷等^[1]。化橘红富含黄酮类成分,主要为柚皮苷(naringin)、野漆树苷(rhoifolin)等^[2]。化橘红中柚皮苷含量测定已有报道^[1],但尚未见测定化橘红野漆树苷含量的报道。本实验建立了测定化橘红野漆树苷含量的薄层扫描法,并对毛橘红与光橘红中野漆树苷含量进行了比较分析。

1 材料

1.1 样品:毛橘红为芸香科植物化州柚 *Citrus grandis* 'tomentosa' (L.) 未成熟的干燥外层果皮。毛橘红 A、B、C均产自化州平定镇,炮制品直径分别为约 7.0、4.5、2.5 cm;光橘红为芸香科植物柚 *C. grandis* (L.) Osbeck 的干燥外层果皮:光橘红 A 购自海南省海南大学附属医院,光橘红 B 购自北京西单金象大药房,光橘红 C 购自河南省郑州市医药总公司医药大厦。

1.2 仪器与试剂:岛津 CS-9000型薄层扫描仪,ZF-C型三用紫外分析仪(上海康乐光电仪器有限公司),电子天平(BP121S型),定量毛细管(Drummond USA);硅胶 GF₂₅₄预制板(青岛海洋化工厂),石油醚(60℃~90℃),甲醇等试剂均为分析纯;野漆树苷对照品,自制,纯度为 97.95% (归一面积化法)。

2 方法

2.1 对照品溶液的制备:准确称取野漆树苷对照品约 8.1 mg,甲醇溶解,制成含野漆树苷 0.27 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。

2.2 供试品溶液的制备:精密称取样品各约 0.5 g,置索氏提取器中,先用适量石油醚回流提取 5 h,弃取石油醚,残渣挥至无醚味,再用适量甲醇回流提取 4 h 以上,放冷,滤过,用少量甲醇洗涤容器,合并,

浓缩,容量瓶定容(毛橘红样品定容为 25 mL,光橘红样品定容为 5 mL),作为供试品溶液,各样品均平行制备 3 份供试液。

2.3 薄层层析条件及测定波长的确定:硅胶 GF₂₅₄以 0.5% CM C-Na 湿法铺板,厚约 0.3 mm,105℃活化 30 min 后置干燥器备用。以定量毛细管点样。展开剂 a 乙酸乙酯-丙酮-水(10:5:9)上层液 10 mL+ 丙酮 1 mL+ 甲酸 0.01 mL;展开剂 b 乙酸乙酯-丙酮-水(10:5:9)上层液 10 mL+ 丙酮 1 mL。先用展开剂 a 上行展开,展距 8 cm,取出晾干后,再用展开剂 a 或 b 展开,展距 8 cm,取出,晾干,烘至无酸味,放冷。以岛津 CS-9000 型薄层扫描仪作扫描检测,对照品色点与供试品色点均在 342 nm 处有最大吸收峰,确定扫描波长为 342 nm(图 1)。

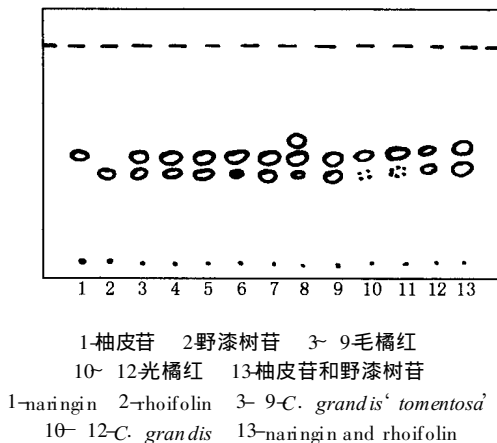


图 1 TLC 图谱 (254 nm)

Fig. 1 TLC chromatogram (254 nm)

2.4 标准曲线制备:对照品溶液 0.5, 1, 2, 3, 4, 5 μL 于同一硅胶 GF₂₅₄预制薄层板上,2 次展开,取出,晾干,扫描。扫描条件:飞点扫描,λ= 342 nm 处进行。以面积值为纵坐标,点样量为横坐标,得标准曲线回归方程为 $Y = 103\,099.266X + 13\,126.960$, $r = 0.999\,0$,野漆树苷在 0.135~1.350 μg 呈良好的线性关系。

2.5 稳定性试验:点样(4 μL)后依法展开,每隔一

* 收稿日期:2002-10-06

基金项目:广东省科技计划项目(编号 A301020101)

作者简介:袁旭江(1976-),男,广东揭阳人,助教,硕士,现在广东药学院中药开发研究所工作,研究方向为中药资源开发利用与中药新药研究。

定时间对同一野漆树苷斑点进行色谱扫描,结果野漆树苷斑点面积分值 12 h内稳定, $RSD=0.99\%$ 。

2.6 精密度试验: 同板精密度试验: 精吸取同一样品溶液 $0.5\mu\text{L}$, 于同一薄层板上点 6 个相同量的点, 依法展开, 扫描, 作精密度考察, 斑点面积分值 $RSD=1.65\%$ ($n=6$)。异板精密度试验: 精吸取同一样品溶液 $2\mu\text{L}$, 分别点于 5 块不同薄层板上, 依法展开, 扫描, 斑点面积分值 $RSD=3.02\%$ ($n=5$)。

2.7 重现性试验: 取同一批样品 5 份, 依法提取、定容, 作含量测定, 结果斑点面积分值 $RSD=2.84\%$ ($n=5$)。

2.8 加样回收率试验: 准确称取毛橘红样品 (约 0.1g) 3 份, 加入野漆树苷对照品溶液 (0.58mg/mL) 各 $0.90, 1.0, 2.0\text{mL}$ 。按供试品溶液制备方法提取、定容, 并作含量测定, 计算回收率。野漆树苷加样回收率为 95.17% , $RSD=2.50\%$ ($n=3$)。

2.9 样品含量测定: 取供试品溶液毛橘红 $3\mu\text{L}$ 和光橘红 $5\mu\text{L}$ 及对照品溶液 $1\mu\text{L}$ 及 $5\mu\text{L}$, 点于同一薄层板上, 依法进行展开、扫描。以外标两点法计算样品含量 (表 1)。

结果表明: 3 批毛橘红中野漆树苷含量均大于 0.5% , 3 批光橘红中野漆树苷含量均小于 0.1% ; 可见两者野漆树苷含量有显著差异。

3 讨论

3.1 本实验首次建立了测定化橘红中野漆树苷含

表 1 野漆树苷的含量 ($n=3$)

Table 1 Content of rhoifolin ($n=3$)

样 品	野漆树苷 含量 %	RSD %	样 品	野漆树苷 含量 %	RSD %
毛橘红 A	0.616 0	1.74	光橘红 A	0.070 5	2.42
毛橘红 B	0.672 0	2.97	光橘红 B	0.071 4	4.94
毛橘红 C	0.884 0	3.79	光橘红 C	0.061 4	3.72

量的薄层扫描法, 方法简便可行, 灵敏度较高, 适用于化橘红中野漆树苷含量测定。

3.2 由于野漆树苷与柚皮苷的极性非常接近, 1 次展开难以将两者完全分开; 采用 2 次展开, 则能完全分开, 可用于薄层扫描。在展开的同时应注意室内温度和湿度的影响, 一般可用展开剂 a 先展开后, 依展开效果适当稍调整展开剂 b 的极性, 一般来说乙酸乙酯-丙酮-水 ($10:5:9$) 上层液 10mL 基本不能变, 只变动丙酮和甲酸的量则可, 以使斑点既完全分离又集中。

3.3 研究结果显示, 3 批毛橘红中野漆树苷含量均高于 0.5% , 3 批光橘红中野漆树苷含量均低于 0.1% , 两者野漆树苷含量存在显著差异, 此差异在薄层色谱 (图 1) 中也显而易见, 故可考虑将此作为毛橘红和光橘红的鉴别特征之一。

References

[1] Ch P (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol I.
[2] Huang M S, Shen Y G. Determination of naringin contents in pummelo (*Citrus grandis*) by RP-HPLC [J]. Chin Tradit Herb Drugs (中草药), 1990, 21(5): 15.

土茯苓及其混伪品的鉴定

张尚鹏

(浙江东阳市人民医院, 浙江 东阳 322100)

土茯苓为百合科植物土茯苓 (光叶菝葜) *Smilax glabra* Roxb 的干燥根。具有除湿、解毒、通利关节的功能, 用于湿热淋浊、带下、痈肿、瘰疬、疥癣、梅毒等症。商品土茯苓均已在产地加工切片, 正品土茯苓近年来资源越来越少, 所以常出现菝葜及同属植物混充土茯苓使用, 我们对 20 批土茯苓饮片进行了鉴定, 发现了 10 种混伪品共 18 批次, 而正品只有 2 个批次。

1 材料

- 1.1 土茯苓 (对照药材): 金华市药品检验所标本室。
- 1.2 混伪品土茯苓: 同科植物肖菝葜 *Heterosmilax japonica* Kunth、短柱肖菝葜 *H. yunnanensis* Gag-

nep.、菝葜 *Smilax china* L.、小果菝葜 *S. davidiana* A. DC. 黑果菝葜 *S. glauco-china* Warb.、长托菝葜 *S. ferox* Wall. 及暗色菝葜 *S. lanceifolia* var. *opaca* A. DC. 从个体药店及医院和公司收集。

2 性状鉴定

2.1 性状要点检索表

- 1. 切面类白色, 水浸后无粘滑感
 - 2. 质较疏松, 切面粗糙
 - 3. 切面局部稍染姜黄 肖菝葜
 - 3. 切面不染姜黄色 短柱肖菝葜
 - 2. 质较坚硬, 切面较平整 暗色菝葜
- 1. 切面淡棕色或红棕色。

* 收稿日期: 2000-10-12