

的平均回收率为 97.40%, RSD 为 1.33%; 人参皂苷 R_{b1} 的平均回收率为 96.91%, RSD 为 1.37%。

3 结果与分析

鲜三七与干三七样品单体皂苷含量的比较见表 1, 结果表明除 2 号和 3 号样品外, 其余均是鲜品的单体皂苷含量高于干品的。对 9 份样品进行统计分

表 1 鲜三七与干三七的皂苷含量 ($\bar{x} \pm s$)

Table 1 Fresh and dry *P. notoginseng* Saponins ($\bar{x} \pm s$)

序 号	样品	三七皂苷 R ₁ /%	人参皂苷 R _{g1} /%	人参皂苷 R _{b1} /%	(R ₁ + R _{g1} + R _{b1})/%
1	鲜三七	0.92±0.01	3.56±0.02	2.00±0.01	6.48±0.02
	干三七	0.56±0.04	2.46±0.03	1.66±0.03	4.68±0.02
2	鲜三七	0.56±0.00	3.42±0.01	2.83±0.01	6.80±0.01
	干三七	0.59±0.02	2.34±0.02	2.78±0.02	5.71±0.05
3	鲜三七	0.47±0.03	2.59±0.06	1.51±0.04	4.57±0.12
	干三七	0.47±0.03	2.20±0.03	1.65±0.03	4.32±0.08
4	鲜三七	0.62±0.00	4.23±0.01	2.51±0.01	7.36±0.01
	干三七	0.59±0.03	2.95±0.02	2.41±0.04	5.94±0.08
5	鲜三七	0.45±0.01	3.33±0.01	3.09±0.02	6.87±0.02
	干三七	0.30±0.03	2.44±0.04	1.91±0.01	4.65±0.06
6	鲜三七	0.85±0.01	2.72±0.04	2.30±0.01	5.87±0.05
	干三七	0.37±0.02	1.95±0.04	1.88±0.04	4.21±0.09
7	鲜三七	0.29±0.02	3.50±0.07	2.20±0.01	5.99±0.09
	干三七	0.28±0.01	1.79±0.05	1.32±0.03	3.40±0.03
8	鲜三七	0.39±0.00	3.05±0.04	2.02±0.02	5.45±0.02
	干三七	0.27±0.01	1.60±0.03	1.20±0.04	3.07±0.02
9	鲜三七	0.86±0.02	3.49±0.01	1.90±0.01	6.26±0.02
	干三七	0.31±0.04	2.14±0.03	1.53±0.00	3.99±0.01

析比较, 结果表明: 鲜三七三七皂苷 R₁ 平均含量为 0.60%, 干三七三七皂苷 R₁ 平均含量为 0.42%, 降低 30%。鲜三七人参皂苷 R_{g1} 平均含量为 3.32%, 干三七人参皂苷 R_{g1} 平均含量为 2.21%, 降低 33.43%。鲜三七人参皂苷 R_{b1} 平均含量为 2.26%, 干三七人参皂苷 R_{b1} 平均含量为 1.82%, 降低 19.74%。鲜三七在干燥过程中 R₁+ R_{g1}+ R_{b1} 的平均含量由 6.18% 下降至 4.44%, 皂苷含量平均降低 28.16%。

4 讨论

4.1 测定过程中已经考虑了水分的影响, 应用干燥法分别测定鲜品与干品的含水量, 在计算含量时除去水分。

4.2 鲜三七皂苷含量比干三七的皂苷含量高, 而且 3 个单体皂苷降低程度依次为 R_{g1}> R₂> R_{b1}, 可能是在干燥过程中受热破坏所致。

4.3 鲜三七更易加工, 应结合产区优势及鲜三七皂苷含量高的特点, 加强以鲜三七为原料的产品开发。

References

- [1] Ch P (中国药典) [S]. 2000 ed Vol I.
- [2] Quality Standard for Sanqi of Wenshan (文山三七综合标准) [S]. DB53055 1-1999.
- [3] Cui X M, Chen Z J, Dong X, et al. Detemination of single saponin in radical of *Panax notoginseng* from different region [J]. *J Chin Med Mater* (中药材), 2002, 25(11): 781-782.

薄层扫描法测定土荆皮药材中土荆皮乙酸含量

翟西峰¹, 张湛睿¹, 李国华², 孙文基^{3*}

(1. 陕西医学高等专科学校 药学系, 陕西 西安 710068; 2. 陕西省人民医院, 陕西 西安 710068;

3. 西北大学 生物医药重点实验室, 陕西 西安 710069)

土荆皮为松科植物金钱松 *Pseudolarix kaempferi* Gordon 的干燥根皮或近根树皮, 为《中华人民共和国药典》记载的常用中药, 有杀虫止痒作用, 常用于疥癣瘙痒。其制剂有土荆皮酊、复方土荆皮酊、复方土荆皮涂膜剂等。因此, 对土荆皮药材进行质量监控非常必要。土荆皮的抗真菌有效成分为土荆皮酸, 为一混合物, 其中土荆皮乙酸含量最高^[1], 可将土荆皮乙酸的含量作为控制土荆皮药材质量的指标。本实验采用薄层扫描法测定了西安地区药材市场出售的土荆皮中土荆皮乙酸的含量, 建立了土荆皮药材中土荆皮乙酸含量的薄层扫描法测

定方法。

1 仪器与试剂

CAMAG TLC SCANNER 3 薄层扫描仪(瑞士), 定量毛细管(瑞士), 土荆皮乙酸对照品(中国药品生物制品检定所), 所用试剂均为分析纯。土荆皮样品于 2000—2001 年分批购自西安药材市场与省市药材公司。

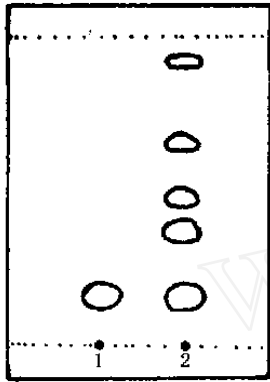
2 实验方法

2.1 供试品溶液制备: 精密称取药材样品粗粉 2 g, 置 50 mL 具塞三角瓶中, 加苯 20 mL, 称重, 超声提取 30 min, 补加氯仿至原重, 密封, 放置 24 h, 精密

吸取上清液 10 mL, 浓缩至小体积, 转移至 1 mL 量瓶中, 加苯至刻度, 作供试品溶液。

2.2 对照品溶液制备: 精密称取土荆皮乙酸对照品 2 mg 于 2 mL 量瓶中, 加苯制成 1 mg/mL 的溶液, 作为对照品溶液。

2.3 薄层色谱条件: 用定量毛细管点样于硅胶 G CM C-Na 薄层板上(厚 0.5 mm), 展开剂: 乙醚-石油醚(8/2), 茴香醛试液为显色剂, 100 ℃ 烘约 10 min 显色, 最大吸收波长 $\lambda_{\max}$ = 540 nm, 单波长反射式线性扫描, 狭缝 8 mm × 0.9 mm。薄层色谱图见图 1。



1-土荆皮乙酸对照品

2-药材样品

1-pseudolaric acid B
reference substance

2-sample

图 1 土荆皮药材
TLC 图谱

Fig 1 TLC chromatogram of P.
kaempferi

2.4 线性关系考察: 精密吸取对照品溶液 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14 μ L 点于同一硅胶 G 薄层板上, 按上述薄层色谱条件展开, 取出晾干, 显色, 扫描测定。以峰面积(Y)为纵坐标, 对照品量(X)为横坐标得回归方程 $Y = 1609.2X + 2790.0$, $r = 0.9984$ 。结果表明土荆皮乙酸 2~12 μ g 线性关系良好。

2.5 稳定性试验: 精密吸取土荆皮乙酸对照品溶液 5 mL, 点于硅胶 G 薄层板上, 依法每隔 30 min 扫描测定 1 次, $RSD = 2.17\%$ ($n = 5$), 结果表明土荆皮乙酸于 2 h 内稳定。

2.6 精密度试验

2.6.1 同板精密度试验: 精密吸取 2 号样品溶液 10 μ L, 对照品溶液 5, 10 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 按上述方法测定, $RSD = 2.88\%$ ($n = 5$)。

2.6.2 异板精密度试验: 精密吸取 2 号样品溶液 10 μ L, 对照品溶液 5, 10 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 按上述方法测定, $RSD = 3.50\%$ ($n = 5$)。

2.7 重现性试验: 精密称取 2 号样品粗粉 2 g, 共 5 份, 按上述供试品溶液制备方法处理, 得供试品溶液。分别吸取上述溶液 10 μ L, 对照品溶液 5, 10 μ L, 点于同一硅胶 G 薄层板上, 按上述薄层色谱条件展开, 显色, 扫描计算, $RSD = 2.31\%$ ($n = 5$), 表明方

法重现性良好。

2.8 回收率试验: 精密称取土荆皮粗粉 10 g, 加苯 100 mL, 按上述供试品溶液制备方法提取, 精密吸取提取液 10 mL, 共取 5 份, 分别加入土荆皮乙酸对照品 2 mg, 浓缩, 定容于 1 mL 量瓶中。精密吸取上述溶液各 10 μ L, 点于同一硅胶 G 薄层板上, 按上述薄层色谱条件展开, 显色, 扫描计算, 平均回收率为 101.4%, $RSD = 4.22\%$ ($n = 5$), 结果回收率较好。

2.9 样品测定: 精密吸取供试品溶液 10 μ L, 对照品溶液 5, 10 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 按上述条件展开, 测定, 结果见表 1。

表 1 样品测定结果

Table 1 Determination result of sample

样品编号	含量/(mg · g ⁻¹)	样品编号	含量/(mg · g ⁻¹)
1	1.201	6	1.103
2	1.322	7	0.970
3	0.873	8	0.914
4	1.702	9	1.342
5	1.430	10	1.525

3 讨论

3.1 2000—2002 年从西安地区药材市场及省、市药材公司购得土荆皮药材样品共 16 批, 经性状^[2]及薄层色谱法鉴定^[3], 其中有 10 批外观性状与《中华人民共和国药典》2000 年版描述相同并含有土荆皮乙酸, 可判定为正品; 另有 6 批性状与《中华人民共和国药典》有明显差异且不含土荆皮乙酸, 可断定为伪品。表明目前市场上土荆皮药材伪品较多, 对其进行薄层鉴别并控制土荆皮乙酸的含量, 对保证用药正确, 保证疗效有重要意义。

3.2 实验表明, 该法简便、准确、实用, 不仅可作为测定土荆皮药材中土荆皮乙酸含量的方法, 也可作为鉴定土荆皮真伪的方法。

3.3 显色剂曾选用碘蒸气显色, 干扰大且易褪色; 选用香草醛硫酸试液显色, 背景色深干扰大; 选用茴香醛试液显色较好。展开剂中加少许醋酸, 可克服斑点拖尾。

References

- [1] Jiangsu New Medical College. Dictionary of Chinese Materia Medica (中药大辞典) [M]. Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishers, 1986.
- [2] Ch P (中国药典) [S]. 2000 ed Vol I.
- [3] Zha X F, Li J S, Zhang Y, et al. TLC distinguishing Pseudolaric kaempferi Gord true or false [J]. Northwest Pharm J (西北药学杂志), 2000, 15(Suppl): 15.