

薄层扫描法测定姜黄、郁金、莪术中姜黄素的含量

戚爱棣,于虹,朱晨

摘要 目的 通过双波长薄层扫描法测定提取液中姜黄素的含量。方法 采用超声提取中药姜黄、郁金、莪术中姜黄素的方法,展开剂为氯仿-甲醇-甲酸=80:4:0.8,检测波长为 420 nm。结果 薄层分离后,6 h 内姜黄素色斑稳定,平均回收率为 98.12%。

结论 本法准确、快速、简便。

关键词 双波长薄层扫描法;超声提取;姜黄;郁金;莪术;姜黄素

中图分类号:R284.2 文献标识码:A 文章编号:1005-7145(2002)02-0032-02

姜黄、郁金、莪术均为常用中药,属姜科植物,其根、茎中含挥发油和姜黄类化合物。姜黄类化合物的主要活性物质为姜黄素。药理研究表明,姜黄素具有抗炎、抗菌、抗肿瘤、降血脂、降压、保肝、护肝等多种功能的药用价值和保健作用^[1]。本实验用双波长薄层扫描法,以姜黄素为测定指标,对中药姜黄、郁金、莪术中姜黄素的含量进行了测定。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 CS-9301 薄层扫描仪(日本岛津公司);KQ-250B 型超声波发生器(昆山市超声仪器有限公司);FA1004 型电子天平(上海天平仪器厂);薄层色谱展开槽,80-1 型离心机(上海手术器械厂)。

1.2 材料与试剂 硅胶 G 薄层板(青岛海洋化工厂),定量毛细管(Drummond USA)所用试剂均为分析纯,姜黄素对照品(中国药品生物制品检定所,批号为 0823-9802),姜黄、郁金、莪术药材购自天津中医学院研究所。

2 实验方法

2.1 薄层扫描条件

2.1.1 波长选择 取姜黄素对照品溶液 2 μ L 点样,按 TCS 条件展开,在波长 370~700 nm 进行光谱扫描,测得最大吸收波长为 420 nm。

2.1.2 扫描条件 $\lambda_s=420$ nm, $\lambda_R=600$ nm, $S_X=3$,狭缝 1.20 mm \times 1.20 mm,反射法锯齿扫描,灵敏度中。

2.1.3 展开条件 氯仿-甲醇-甲酸(80:4:0.8)为展开剂,展距 10 cm,可见光下显 3 个黄色斑点。

2.2 样品供试液的制备 精密称取姜黄、郁金、莪术粉末(过 60 目筛)0.2 g,60 $^{\circ}$ C 烘箱中干燥 4 h,加入无水乙醇 20 mL,超声振荡 1 h,离心,取上清液,残渣再加入无水乙醇 40 mL 浸泡 4 h,超声提取 10 min,合并 2 次上清液,于旋转蒸发器

作者单位:300193 天津中医学院(戚爱棣,于虹)

300020 天津市中医药研究院(朱晨)

作者简介:戚爱棣(1951-),女,副教授,主要研究方向为药物分析。

上蒸干,残留物用乙醇少量多次溶解,转移至 5 mL 容量瓶中,加无水乙醇定容至刻度,摇匀,备用。

2.3 标准曲线的绘制 精密称取 2.5 mg 姜黄素对照品,置于 25 mL 容量瓶中,加无水乙醇溶解并稀释至刻度,制成 0.10 mg \cdot mL⁻¹ 的对照品溶液。用微量毛细管精密量取 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 μ L 点于同一硅胶 G 板上,按上述 TCS 条件展开,挥干溶剂,扫描测定。以斑点面积积分为纵坐标,点样量为横坐标作图并计算,回归方程为 $Y=14.888X-0.02724$, $r=0.999$ 。进样量在 0.1~0.5 μ g 范围内线性关系良好。

2.4 精密度及稳定性试验 在同一薄板上点对照品 4 个点,每个点 2 μ L,展开,扫描测定,RSD 为 1.86%。经薄层分离后的同一姜黄斑点,放置不同时间测定其面积积分值,结果表明在 6 h 内是稳定的,RSD=1.93%。

2.5 加样回收率试验 精密称取等量姜黄药材粉末 4 份,分别加入对照品适量,按样品制备方法操作,平均回收率为 98.12%,RSD 为 2.51%。

2.6 样品测定 精密吸取姜黄素对照品 5.0 μ L 及上述 2.2 中姜黄、郁金、莪术样品备用液各 5.0 μ L,点于同一硅胶 G 板上,按上述 TCS 条件展开,挥干溶剂,扫描测定各样品中姜黄素的含量,结果见表 1。

表 1 姜黄、郁金、莪术中姜黄素的含量测定($n=4$)

品名	平均含量(%)	RSD(%)
姜黄	2.8	2.1
郁金	0.4	2.9
莪术	0.1	1.6

3 讨论

3.1 超声提取方法 超声提取不会改变有效成分的结构,由于能够产生强烈振动,高速度、空化效应、搅拌作用,因此能破坏植物药物的细胞,使溶媒渗透到药材细胞中,从而缩短了提取时间,提高了提出率,为中草药成分的提取提供了一种快速、高产的新方法^[2]。

3.2 展开剂的选择 曾比较了不同体系和比例的展开剂,如:甲苯-乙酸乙酯-冰醋酸、氯仿-甲醇-甲酸、氯仿-甲醇-

甲酸乙酯、结果以氯仿-甲醇-甲酸(80:4:0.8)为展开剂,姜黄素分离效果最好。

3.3 检测波长的选择 姜黄素在 190~800 nm 范围内作光谱扫描,最大吸收波长有 2 个,分别为 254 nm 和 420 nm,由于 420 nm 处于干扰少,故选择 420 nm 为姜黄素的检测波长。

参考文献:

- [1] 吴伟志,袁翠美.姜黄素的高效液相色谱分析[J].中国野生植物资源,1996,18(3):56.
[2] 李化.超声技术在中草药成分提取中的应用[J].中药材,2001,24(4):299.

(收稿日期 2002-03-20)

胃康灵胶囊的薄层色谱研究

窦志英,白玉香,陈志娟

关键词 胃康灵胶囊;三七;颠茄;薄层色谱

中图分类号:R284.1 文献标识码:A 文章编号:1005-7145(2002)02-0033-02

胃康灵胶囊由三七、延胡索、颠茄等药配伍组成的,具有柔肝和胃,散瘀止血,缓急止痛,祛腐生新作用,用于急、慢性胃炎,胃溃疡,糜烂性胃炎,十二指肠溃疡及胃出血等症。

方中三七为五加科多年生草本植物三七 *Panax notoginseng*(Burk.) F.H.Chen 的干燥根^[1]。主要成分为人参皂苷 Rb₁、Rb₂、Rc、Rd,三七皂苷 D₁、C、D₂、E₂ 及三七黄酮等。颠茄浸膏为颠茄草经加工制成的浸膏,其主要成分为生物碱。为了确保产品的疗效,根据上述资料,笔者对其中几味主要药味进行了薄层色谱鉴别方法的研究,结果表明该方法简便、易行,宜于控制产品质量。

1 实验试药

胃康灵胶囊由天津达仁堂制药二厂提供,其阴性对照为模拟制剂处方比例及工艺,除去一味药制成,颠茄、三七对照药材由中国药品生物制品检验所提供,所用试剂均为分析纯,显示剂均按 2000 年版《中国药典》(一部)配制。

2 三七的薄层色谱鉴别

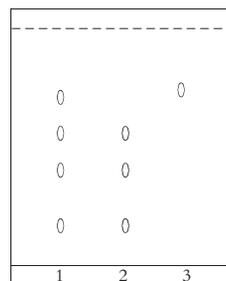
2.1 供试品溶液的制备 称取胃康灵胶囊内容物 20 g,置于具塞三角瓶中,加水 2 mL 搅匀,再加以水饱和的正丁醇 150 mL,密塞,超声处理约 30 min,放置 2 h,离心,取上清液,加 3 倍量用正丁醇饱和的水,摇匀,静止使分层(必要时离心),取正丁醇层,置蒸发皿中,蒸干,残渣加乙醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。

2.2 对照药材溶液的制备 取三七对照药材粉末 2 g,置于具塞三角瓶中,加水 20 滴,搅匀,再加以水饱和的正丁醇 30 mL,同法制成三七对照药材溶液。

2.3 阴性对照溶液的制备 模拟制剂处方比例及工艺,除去三七,按供试品溶液制备方法制成阴性对照液。

2.4 薄层分析 分别吸取供试品溶液,三七阴性对照溶液及三七对照药材溶液各 10 μL,点于同一硅胶 G 薄层析上,以 1,2-二氯乙烷-正丁醇-甲醇-水(6:8:3:5)的下层溶液为展开剂,同时层析缸内置一内盛冰醋酸的小烧杯,展开,取出,晾干,喷以硫酸-乙醇溶液(1:10),热风吹至斑点显色清晰。

2.5 结果 供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,阴性对照品色谱无对应斑点。如图 1。



1.供试品溶液;2.三七对照药材溶液;3.三七阴性对照液

图 1 三七薄层色谱图

3 颠茄的色谱分析鉴别

3.1 供试品溶液的制备 称取胃康灵胶囊内容物 200 g,加浓氨试液 20 mL,混匀,再加氯仿 250 mL,摇匀,放置过夜,滤过,滤液回收氯仿,蒸干,残渣加乙醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。

3.2 对照品溶液的制备 取硫酸阿托品对照品,加甲醇制成 2 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。

3.3 阴性对照溶液的制备 模拟制剂处方比例及工艺,除去颠茄浸膏,按供试品溶液制备方法制成阴性对照液。

3.4 薄层分析 分别吸取供试品溶液、对照品溶液及阴性对照溶液各 10 μL,点于同一硅胶 G 薄层析上,以醋酸乙酯-甲醇-浓氨溶液(17:2:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以碘化铋钾试液。

3.5 结果 供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,阴性对照品色谱无对应斑点。如图 2。

作者单位:300193 天津中医学院(窦志英,陈志娟)

300142 天津市达仁堂制药二厂(白玉香)

作者简介:窦志英(1967-),女,研究生,讲师,从事中药材炮制学研究。