

薄层扫描法测定解郁片中大黄素的含量

刘伟华 (湖北省药品检验所 武汉 430064)

解郁片由黄芪、虎杖、淫羊藿等 14 味中药根据中医理论组方而成,具有益气活血,解瘀燥湿之功效。大黄素(Emodin)为方中主药虎杖所含的有效成分,大黄素的研究已多有报道^[1,2]。虎杖中所含游离大黄素的含量测定多用比色法^[3]。实验用薄层扫描法对中药片剂中虎杖所含大黄素进行了含量测定研究,方法可行,结果满意。

1 仪器与试药

1.1 仪器 岛津 CS-930 型薄层扫描仪(日本);CAMAG 薄层铺板仪(瑞士),微量进样器(上海)。

1.2 试剂及对照品 硅胶 G(青岛海洋化工厂);所用试剂均为分析纯;大黄素对照品(中国药品生物制品检定所)。

2 方法与结果

2.1 分析条件

2.1.1 薄层色谱条件 自制含 0.3% 羧甲基纤维素钠硅胶 G 薄层板,板厚 0.3mm;展

开剂:石油醚(60 C~90 C)-正己烷-甲酸乙酯-甲酸-水(1:3:1.5:0.1:0.5)上层,层析实验温度 15 C~30 C。

2.1.2 薄层扫描条件 上述薄层色谱条件下的层析板在日光下检视或置 365nm 荧光灯下检视,大黄素斑点均呈黄色, R_f 值在 0.25 左右,对此斑点作光谱扫描后,选择测定波长(λ_s)为 450nm,参比波长(λ_R)为 600nm。同位置上样品中大黄素斑点的光谱图与对照品大黄素的光谱图一致。

在此条件下阴性样品在大黄素对照品斑点相同位置上无斑点,阴性无干扰。样品中大黄素斑点与附近斑点分离较完全。(见图 1)

2.2 标准曲线的制定 精密称取大黄素对照品加乙醇制成每 1ml 含 0.052mg 的溶液作为对照品溶液,分别吸取对照品溶液 1 μ l、2 μ l、3 μ l、4 μ l、5 μ l 在上述制备好的硅胶 G 薄层板上点样,以石油醚(60 C~90 C)-正己烷-甲酸乙酯-甲酸-水(1:3:1.5:0.1:0.5)

上层作展开剂,展开、取出、晾干,对大黄素斑点进行色谱扫描, $\lambda_s = 450\text{nm}$, $\lambda_R = 600\text{nm}$, $SX = 3$,狭缝 $2 \times 2\text{mm}$ 。以对照品溶液点样量与峰的积分值作回归方程:得 $Y = 343942x - 211$, $r = 0.9986$,在 $0.052\mu\text{g} \sim 0.26\mu\text{g}$ 范围内线性关系良好。

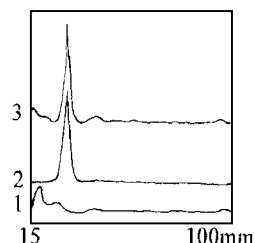


图1 样品、阴性样品
和对照品薄层扫描图
1. 阴性样品 2. 对照品 3. 样品

2.3 稳定性试验 取大黄素对照品溶液一定量,按照上述条件点样、层析展开,间隔时间进行扫描,测定其积分值。结果在测定的120min时间内斑点稳定, $RSD = 0.67\%$ 。

2.4 样品测定 取样品10片研细,精密称取约0.9g,置索氏提取器中用乙醚提取7h,提取液挥去乙醚,残渣加乙醇溶解,移入25ml容量瓶中,加乙醇至刻度,作为样品溶液。取样品溶液 $5\mu\text{l}$ 与大黄素对照溶液 $1\mu\text{l}$ 、 $5\mu\text{l}$ 交叉点样、层析,扫描,测得积分值,以二点法计算含量,见表1。

表1 样品测定

批号	940102	940104	940105	950721	950811	950812
含量(%)	0.0471	0.0555	0.0395	0.0744	0.0817	0.0649

2.5 加样回收率试验 取已测含量样品3批,每批平行取2份,精密加入一定量的大黄素对照品,照样品测定项下实验,测得含量,计算加样回收率。见表2。

表2 加样回收试验

样品中含量 (mg)	对照品加入 量(mg)	实测量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
0.556	0.518	1.072	99.6	
0.562	0.518	1.099	103.7	
0.644	0.518	1.162	100.0	100.7%
0.642	0.518	1.148	97.7	$RSD 2.1\%$
0.636	0.518	1.159	101.0	
0.636	0.518	1.166	102.3	

2.6 精密性试验 取样品0.9g精密称定,

按样品测定项下进行操作,在同一薄层板上分别点同量的5个样品斑点,并点随行对照品,层析后扫描测定含量,结果同板间精密度良好, RSD 为 0.93% 。取上述样品溶液同量,分别点于4块薄层板上,并点随行对照品,层析,扫描计算含量。结果不同薄层板间精密度较好, RSD 为 2.48% 。

2.7 重复性试验 取同一批样品照样品测定项下取样5份测定5次,计算各次含量,结果显示本方法重复性较好, RSD 为 4.8% 。

3 讨论

3.1 实验对提取方式和时间进行过考察,在提取同样含量的条件下,用超声提取30min相当于索氏提取方式4h,而用乙醚作溶剂长时间超声提取引起水温升高会造成乙醚挥发,故实验选择索氏提取方式。

实验对提取时间作了考察,取同批样品分别提取4h~8h,测定结果表明6h以后含量趋于最大而恒定,实测时选用提取7h。

3.2 为考察样品含量的限度范围,实验按同方法测定了几批不同产地虎杖药材的含量。结果相差较大,无规律性。因收集到的药材样品不多,故未能从产地、贮存等方面对药材进行考察。

参考文献

- 何丽一,罗淑荣. 中草药中蒽醌衍生物分析方法的研究. 药学学报,1980,15(9):555
- 郭允珍,孟宪纾. 应用双波长薄层扫描法测定牛黄解毒片中胆酸和大黄素的含量. 中草药,1987,18(6):13
- 沙世炎,徐礼燊. 中草药有效成分分析法(上册). 北京:人民卫生出版社,1982. 170

(收稿:1998-02-23)