

薄层扫描法测定土木香药材中土木香内酯的含量

李桂兰, 王焕兰, 连儒强

(内蒙古医学院药学系, 呼和浩特 010059)

中药材土木香为菊科植物土木香(*Inula Helenium*. L.) 的干燥根。中国药典 2000 版^[1] 收载, 土木香主产河北省安国县, 也称青木香、祁木香, 其土木香内酯为挥发油中主要成分, 含量测定有采用气相色谱法^[2], 本文采用薄层扫描法进行含量测定, 方法简便, 结果准确。

1 实验部分

1.1 仪器与药品 岛津 CS-930 薄层扫描仪; PQB-I 型薄层自动铺板器(重庆南岸实验电器厂); 定量毛细管(美国 Drummond 公司); 硅胶 G(青岛海洋化工集团公司); 所用试剂均分析纯; 土木香内酯对照品(中国药品生物检定所) 药材土木香均为市售品, 由本系中草药教研室乔俊缠副教授鉴定。

1.2 方法与结果

1.2.1 薄层扫描条件 薄层板为硅胶 G-CMC 0.5% 湿法铺板, 晾干, 110℃活化 1h, 厚度 0.5mm; 展开剂为石油醚-苯-乙酸乙酯(15:2:1); 显色剂为 5% 硫酸乙醇, 显色温度 110℃。双波长反射法锯齿扫描, 测定波长 $\lambda = 600\text{nm}$, 参比波长 $\lambda = 420\text{nm}$; 灵敏度中等, 背景校正 ON, SX = 3, 狭缝 1.2mm × 1.2mm。

1.2.2 溶液的制备

1.2.2.1 供试品溶液的制备 取不同来源的土木香药材粉末 1g, 精密称定, 以氯仿冷浸 16h, 过滤, 洗滤渣, 定容至 10ml, 既得。

1.2.2.2 对照品溶液的制备 精密称取对照品土木香内酯 2.7mg, 以氯仿为溶剂, 定容至 5ml, 既得。

1.2.3 定性鉴别 分别取适量供试液和对照品溶液点于同一薄层板上, 展开, 晾干, 显色。

1.2.4 标准曲线的绘制 用定量毛细管分别吸取土木香内酯对照品溶液 1.2 3.4 5.6 μl 点于同一薄层板上, 按上述条件展开、显色、扫描、记录峰面积积分值, 结果点样量在 0.54 μg ~ 3.24 μg 范围内呈良好线性关系, 回归方程为: $Y = 0.6658 + 5.561 \times 10^{-5} X$, $Y = 0.9957$ 。

1.2.5 精密度试验 在同一薄层板上点 2 μl 对照品液 5 个点, 按条件展开、显色、扫描, 土木香内酯的 RSD 为 2.30%。

1.2.6 稳定性试验 在同一薄层板上点供试品溶液和土木香对照品溶液各 1 μl , 每间隔 0.5h 扫描一次, 共 5h, 在 5h 内斑点面积积分值基本不变, 表明在 5h 内稳定。

1.2.7 含量测定 精密吸取供试品溶液 2 μl 、4 μl , 点于同一薄层板上, 展开、扫描, 记录积分值, 采用外标两点法计算含量结果见表 1。

表 1 中药材土木香中土木香内酯含量测定($n = 6$)

药材	含量(%)	RSD(%)
I 购自中蒙医院药房	1.257	2.05
II 购自内蒙古药材站	0.6353	1.82
III 购自呼和浩特药材站	1.175	2.24

1.2.8 回收率试验 精密称取已知含量的土木香药材粉末 0.1g 5 份, 分别加入土木香内酯对照品各约 1mg, 按“供试品溶液的制备”项下操作制备溶液, 取此溶液 3 μl 及对照品溶液 2 μl 、4 μl 点于同一薄层板上, 展开、显色、扫描, 每份样品测定 6 次。根据药材中被测成分含量计算回收率, 结果见表 2。

表 2 土木香内酯的平均回收率

编号	加入量 mg	回收量 mg	回收率%	平均回收率%	RSD%
1	1.056	1.08	102.3		
2	1.00	0.9980	99.81		
3	1.18	1.204	102.0	102.2	1.42
4	1.06	1.094	103.2		
5	0.87	0.9005	103.5		

2 讨论

2.1 样品液曾用回流提取法、挥发油提取法以及冷浸法制备,结果以冷浸法在同样条件下效果最好。又考察了氯仿浸泡12h、16h、20h、24h提取,结果证明,冷浸16h提取已完全,且方法简便易行,故本文采用此法。

2.2 由样品含量测定结果(表1)可知,同一药材因地点不同,其有效成分含量存在差异。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国药典,一部[M].北京:化学工业出版社,2001.13.
- [2] 张永萍,徐国钧,金蓉鸾,等.气相色谱法测定土木香药材中土木香内酯和异土木香内酯的含量[J].中国药科大学学报,1993,24(4):248-250.