

## 薄层扫描法测定山香圆叶中熊果酸的含量

毛友昌 毛晓敏<sup>1</sup> (江西中医学院, 南昌 330006)

**摘要** 应用薄层扫描法测定山香圆叶中熊果酸的含量, 回收率为97.8%, RSD为2.01%。该法准确、可靠。

**关键词** 薄层扫描法 山香圆叶 熊果酸

山香圆 *Turpinia arguta* Seem 为省沽油科山香圆属植物<sup>[1]</sup>, 江西安远县民间用其叶治疗咽喉炎、扁桃体炎等疾病, 疗效显著<sup>[2]</sup>; 化学成分研究表明, 山香圆叶中含有熊果酸、2 $\alpha$ -羟基熊果酸、肉豆蔻酸等多种化学成分<sup>[3,4,5]</sup>。但其含量测定方法还未见报道, 本文采用薄层扫描法测定山香圆叶中熊果酸含量, 报告如下。

### 1 仪器与材料

CS-920型薄层扫描仪(日本岛津), 硅胶G(青岛海洋化工厂), 熊果酸对照品(中国药品生物制品检定所), 山香圆叶(批号950813, 950815, 950819)

<sup>1</sup> 江西康久制药厂

采自江西安远, 种名经江西省药品检验所马锡荣主任药师鉴定, 所用试剂均为分析纯。

### 2 实验样品的制备

**2.1 供试品溶液** 精密称取山香圆叶粉末4 g, 置索氏提取器中, 用乙醇适量加热回流提取4 h, 提取液浓缩至10 ml, 加等量稀盐酸, 摇匀, 离心, 倾去上清液, 沉淀用环己烷洗涤三次, 每次5 ml, 离心, 倾去环己烷, 残留物用无水乙醇溶解, 定容至2 ml 作为供试品溶液。

**2.2 对照品溶液** 精密称取熊果酸对照品, 加无水乙醇溶解制成每 ml 含 0.5 mg 的溶液, 作为对照品

溶液。

### 3 实验条件

3.1 薄层条件<sup>[6,7]</sup> 薄层板为含0.2%羧甲基纤维素钠为粘合剂0.3mm厚的硅胶G板,105°C活化0.5h,展开剂为石油醚(30—60°C):苯:醋酸乙酯:冰醋酸(20:10:3:1.2),展开,展距15cm,取出喷2%硫酸乙醇液,晾干,置约90°C烘约10min至呈紫红色斑点后,取出,在薄层板上覆盖同样大小的玻璃板,周围用胶布固定。

3.2 扫描条件<sup>[6,7]</sup> 反射式锯齿扫描, $\lambda_s = 520\text{nm}$ , $\lambda_R = 700\text{nm}$ , $S_x = 3$ 。

### 4 方法考察

4.1 线性关系 精密吸取对照品溶液2、4、6、8、10、12 $\mu\text{l}$ 点于同一薄层板上,依法展层、扫描,以点样量为横坐标,吸收度积分为纵坐标,

绘制标准曲线,回归方程为: $y = 245.15 + 30030.96x$ , $r = 0.9985$ ,熊果酸在1—6 $\mu\text{g}$ 范围内呈线性关系。

4.2 稳定性试验 精密吸取对照品溶液于薄层板上,依法展层,每隔一定时间扫描一次,结果显色后1.5h内稳定,RSD在2%以内。

4.3 精密度试验 在同一块薄层板上,重复点5个同一量的对照品,依法展层,扫描,RSD为2.53%;取薄层板上一个点,连续扫描测定5次,RSD为0.75%。

4.4 回收率试验 采用加样回收法,取已知含量的山香圆叶粉末,分别添加对照品溶液,100°C烘干,按供试品溶液的制备方法操作,依法展层,扫描测定,计算回收率,平均值为97.8%,RSD为2.01%。结果见表一。

表一 回收率试验结果表

序号	叶中熊果酸的量(mg)	加入熊果酸的量(mg)	测出熊果酸的量(mg)	回收率%(n=3)	平均回收率%	RSD
1	0.592	0.600	1.178	97.7	97.8	2.0
2	0.592	0.750	1.317	96.7		
3	0.502	0.600	1.105	100.5		
4	0.502	0.750	1.217	95.3		
5	0.459	0.900	1.346	98.6		

### 5 样品测定<sup>[6]</sup>

精密吸取供试品溶液6 $\mu\text{l}$ ,对照品溶液5 $\mu\text{l}$ 和10 $\mu\text{l}$ ,分别交叉点于同一薄层板上,依法展层,扫描测定,以外标二点法计算。结果见表二。

表二 样品测定结果表

批号	熊果酸含量%(n=3)	RSD%
950813	0.0247	3.21
950815	0.0234	4.46
950819	0.0188	2.76

### 6 讨论

6.1 精密吸取供试品溶液4 $\mu\text{l}$ ,对照品溶液5 $\mu\text{l}$ ,点于同一薄层板上,分别以I:氯仿:甲醇(20:0.5)和II:石油醚(30—60°C):苯:醋酸乙酯:

冰醋酸(20:10:3:1.2)为展开剂,展层,所得的薄层色谱图分别为图1、图2。

从图1、图2可见,二种展开系统所得的薄层色谱图,其样品主斑点的Rf值均与对照品相同,可知其为熊果酸。比较两图分离效果,以展开剂I展层,所得的薄层色谱图分离效果较好,故采用。6.2 本品含有大量色素,采用醇提酸沉、用环己烷洗除杂质,较好地解决了斑点重叠和拖尾现象。结果见图3。

6.3 采用薄层扫描法测定山香圆叶中熊果酸的含量,方法稳定,回收率高,重现性好,可以作为目前控制山香圆叶质量的一种方法。测定三批样品,熊果酸在山香圆叶中含量为0.019~0.025%。

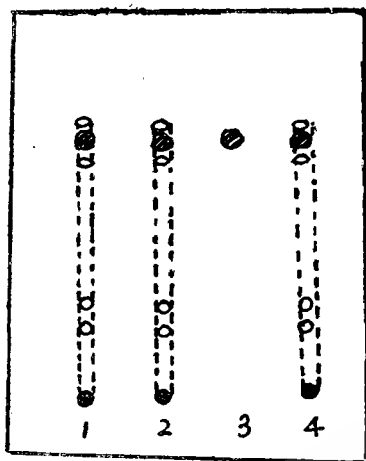


图 1

1. 批号950813的山香圆叶
2. 批号950815的山香圆叶
3. 熊果酸对照品
4. 批号950819的山香圆叶

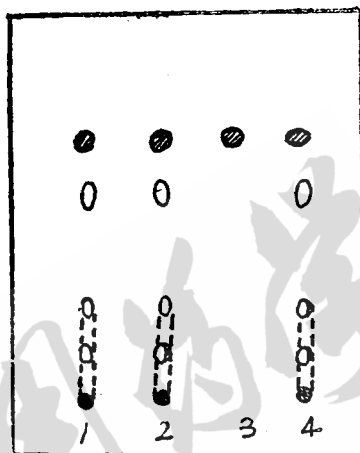


图 2

1. 批号950813的山香圆叶
2. 批号950815的山香圆叶
3. 批号950819的山香圆叶
4. 批号950819的山香圆叶

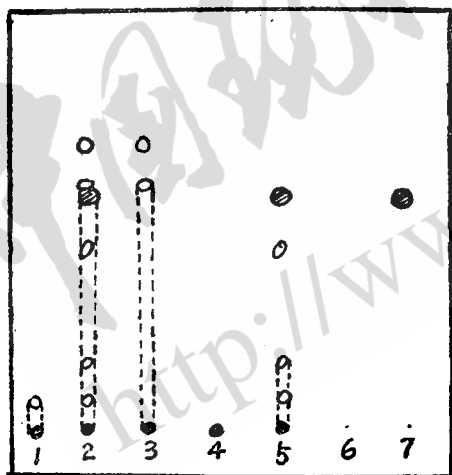


图 3 山香圆叶的分离、纯化 TLC 图谱

1. 醇提酸沉的上清液
2. 醇提酸沉的沉淀
3. 第一次环己烷 10 ml 洗出液
4. 第二次环己烷 5 ml 洗出液
5. 第一次无水乙醇 10 ml 溶出液 (供试品溶液)
6. 第二次无水乙醇 5 ml 溶出液
7. 熊果酸对照品

### 参 考 文 献

- 1 中国科学院植物研究所编. 中国高等植物 图鉴(第二册). 北京, 科学出版社, 1972, 691.
- 2 黄倬英. 山香圆片治疗咽喉炎等病的初步报告. 中草药通讯, 1978, 3: 36
- 3 方乍浦等. 山香圆叶化学成分的研究(一) 中草药, 1983, 14(1): 8
- 4 方乍浦等. 山香圆叶化学成分的研究(二). 中草药, 1985, 16(2), 5
- 5 方乍浦等. 山香圆叶化学成分的研究(三). 中草药, 1985, 16(12), 5
- 6 中国药典. 山茱萸、六味地黄丸, 1995年版一部, 21, 447
- 7 杨颖等. 梔子及不同炮制品中熊果酸含量分析. 中成药, 1996, 18(2), 21