

刺五加总甙提取物中刺五加甙 B(丁香甙)薄层扫描测定

刘起华 朱 礼 李文兰(黑龙江省中医研究院 哈尔滨 150040)

刺五加总甙是刺五加的活性成分,刺五加甙 B(丁香甙)在总甙中占的比例较大,约占总甙的 30%^[1],而目前药典刺五加定量方法尚未确定,故本文研究刺五加甙 B(丁香甙)的定量方法不仅可做为总甙提取物的质量检测手段,而且可为刺五加药材本身的质量检查提供一定的依据。

1. 仪器与材料

CS-930 型双波长薄层扫描仪(日本岛津);微量注射器(上海注射器三厂);刺五加甙 B 标准品(陕西中药所植物研究室提供含量是 98.5%);硅胶 GF₂₅₄(青岛海洋化工厂);试剂:均为 AR 级;刺五加总甙提取物,本研究院提供。

2 实验条件

2.1 层析条件 吸附剂为硅胶 GF₂₅₄-0.4% CMC-Na(105 活化 1hr,置干燥器中备用)。展开剂:正丁醇-乙酸乙酯-水(4:5:0.5),上行展开二次(展距 15cm),分离效果好斑点圆整, R_f 值约为 0.3(图略)。

2.2 扫描波长的选择 将刺五加甙 B 标准溶液及总甙提取物点于同一薄层板,展开,挥干溶剂,荧光灯下定位,将标准溶液、样品液的刺五加甙 B 斑点及样品液中与刺五加甙 B 相邻的荧光斑点 200~370nm 进行光谱扫描,结果表明:样品与标准品点有完全相同的扫描图谱,证明确定的层析条件分离效果较好。

另外可看出刺五加甙 B 在波长 266nm 处有最大吸收,而上面相邻斑点在 $\lambda_{266\text{nm}}$ 等吸收的对应波长为 360nm,故确定 $\lambda_s = 266\text{nm}$, $\lambda_R = 360\text{nm}$ (图略)。

2.3 扫描条件 双波长反射法锯齿扫描, $\lambda_s = 266\text{nm}$, $\lambda_R = 360\text{nm}$,狭缝 $1.25 \times 1.25\text{mm}$,

线性参数 $S_x = 5$ 。

3 测定方法与结果

3.1 样品的预处理 取总甙粗提物 0.1g,准确称定,加热水 10ml 转溶到分液漏斗中,用氯仿:乙醇(5:1)萃取分出干扰成分,然后将水层蒸干加甲醇定容为 10ml,供测试用。

3.2 标准曲线的制备 准确称取刺五加甙 B 对照品,用甲醇制成 1mg/ml 的溶液,分别吸取对照品 2 μl 、4 μl 、6 μl 、8 μl 和 10 μl 点样,依上述条件展开,测定,以刺五加甙 B 量为横座标,峰面积为纵座标,在 2~10 μg 呈线性关系。回归方程 $Y = 6539.4 + 5014.4x$,相关系数 $r = 0.997$

3.3 精密度实验 取刺五加甙 B 对照液,点相同量 6 个点在同一块薄板上,依法测定 6 个斑点峰面积。平均值 $\bar{x} = 30735$, $RSD\% = 1.97$,表明精密度较好。

3.4 样品测定 准确吸取供试品溶液 15 μl ,对照品溶液 2 μl 及 6 μl 按标准曲线项下方法操作,测定结果见表 2。

表 2 刺五加总甙粗提物中刺五加甙 B 含量

刺五加甙 B 含量(%)			平均含量(%)	RSD%
2.87	2.92	2.87	2.89	1.00

3.5 回收率实验 准确吸取标准品液加到样品中,按标准曲线项下操作,测定回收率平均值为 102.42%, $RSD = 1.53\%$

4 讨论

4.1 本定量方法的技术关键是采用二次同向展开技术,由于一次展开, R_f 值偏低与其它成分分离效果不好,而经二次展开,则完全与其它成分分离,斑点集中无拖尾现象。

4.2 用硅胶 GF₂₅₄ 制板,紫外灯下定位扫描优于硅胶 G 稀 H₂SO₄ 显色定位,克服了吸收

值波动性而造成板与板之间的误差。

参考文献

4.3 本文所研究的刺五加甙 B 含量测定方法建议可做为药材刺五加检测方法之一。

- 1 曹先兰,李珠莲. 国内外刺五加研究概述. 中草药, 1980, 11(6): 277 (收稿: 1998-09-10)