

## 浙江不同产地延胡索的有效成分比较

浙江省中药研究所(杭州, 310004) 赵 岚

**提要** 本文用薄层扫描法测定了浙江各不同产地延胡索中的有效成分——延胡索乙素的含量。结果表明由于各地土壤、气候及栽培技术不同, 其有效成分含量有较大的差异。因此在制定浙江延胡索的质量标准时应考虑这些因素。

**关键词** 延胡索; 延胡索乙素; 有效成分; 薄层扫描

中药延胡索为罂粟科植物延胡索地下块茎。我国正品延胡索为浙江东阳一带的栽培品, 是一常用中药。长期以来对于延胡索的化学成分, 国内外已作了详细的研究, 其有效成分一致认为是生物碱, 其中以延胡索乙素的镇痛作用最强<sup>[1]</sup>, 因此, 我们用薄层扫描法<sup>[2]</sup>以延胡索中具有镇痛作用的延胡索乙素为主要指标。对浙江各地购得的商品延胡索进行含量测定, 以考察不同产地、不同年

限的商品延胡索的质量, 为制定浙江延胡索质量标准提供一定的依据。

### 实验与结果

#### 一、仪器与药品

仪器: 日本岛津CS-930 双波长薄层扫描仪。

对照品: 颅通定(纯度99.69% 南宁制药厂)

表 1

| 样 品  | 称 重<br>(g) | 提取液定容<br>(ml) | 吸取测试液<br>(ml) | 比色液定容<br>(ml) | 吸 收 值            | 总黄酮含量<br>(%)   | 平 均 值<br>(%) |
|------|------------|---------------|---------------|---------------|------------------|----------------|--------------|
| 野生射干 | 2.9263     | 100           | 1             | 25            | 0.1805<br>0.1785 | 1.617<br>1.599 | 1.608        |
| 家种射干 | 2.8243     | 100           | 1             | 25            | 0.1599<br>0.1624 | 1.477<br>1.501 | 1.488        |

### 小 结

1. 家种射干与野生射干的药材性状虽有差异, 但化学成分基本相似。

2. 总黄酮含量野生射干略高于家种射干。

3. Woo等<sup>[4]</sup>报导射干粗提取物经纸层析可见生物碱反应点。我们用射干提取液作生物碱定性试验, 对硅钨酸、碘化铋钾二试剂呈明显正反应, 而对碘-碘化钾、碘化汞

钾二试剂, 则正反应不甚明显。表明射干中可能有生物碱存在。

### 参 考 文 献

- [1] 中国医学科学院药物研究所: 中草药有效成分研究(第一分册), 人民卫生出版社, 1972.
- [2] 陆蘼如等: 药物分析杂志5:275, 1987.
- [3] 中华人民共和国药典(一部)北京, 人民卫生出版社, 1985, 311页.
- [4] Woo LK, et al: Phylochemical survey of herb drugs III Yakhak Hoeji 8:35, 1964

样品,从浙江各延胡索产地购得的商  
品,共18份。

## 二、测定方法

### 1. 对照溶液的制备:

精密称取对照品通定 105.02 mg, 置  
100 ml 容量瓶中,用95%乙醇定容,备用。

### 2. 样品溶液的制备:

精密称取延胡索粉末(通过三号筛)5g,  
置100 ml 具塞三角瓶中,用14%  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$   
湿润,加入混合溶媒乙醚:氯仿:乙醇(25:8:  
2.5)10 ml,浸泡24小时,取滤液备用。

### 3. 薄层层析

薄层板: 80g 硅胶G + 0.5% CMC-Na  
250 ml 于超声波振荡器中振荡15 min,铺于  
20×20 cm 的薄板上,阴干后放烘箱中于  
105℃恒温活化1小时,放干燥器备用。

展开剂: 乙醚:环己烷:甲醇(5:3:0.5)

点样器: 5  $\mu\text{l}$  定量毛细管

展开方式: 上行,展距16 cm(饱和数分  
钟)

4. 薄层扫描条件 反射式锯齿扫描  
狭缝: 1.25×1.25 mm 灵敏度: 中 线性  
参数: SX=3 峰检出方式: 面积法

波长的确定: 对对照品斑点进行光谱测  
定,以其在紫外区的最大吸收波长为样品波  
长  $\lambda_s = 275 \text{ nm}$ ,  $\lambda_R = 305 \text{ nm}$ , 详见图1。

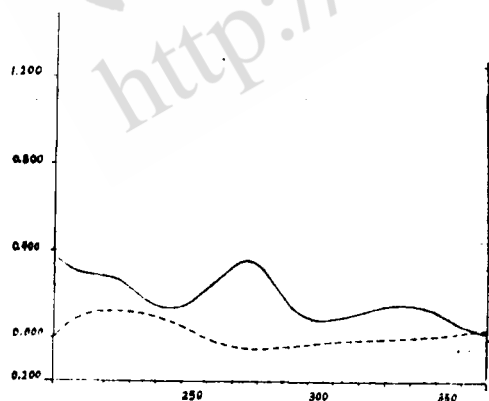


图1 对照品的紫外吸收光谱

## 三、实验结果

### 1. 标准曲线的绘制

用定量毛细管分别吸取标准溶液0.5,1,  
2,3,4,5  $\mu\text{l}$  在同一薄层板上点样,按上述  
条件展开后进行扫描,用最小二乘法对对照  
溶液浓度和色谱吸收峰面积进行回归分析,  
得回归方程为:  $A = 4497.747V + 1505.284$   
 $r = 0.9998$

式中: A—色谱峰面积 V—对照溶液体积  
1  $\mu\text{l}$  其面积积分值与浓度呈线性关  
系。

### 2. 含量测定

#### (1) 回收率测定

精密称取样品粉末12g, 加入25 ml 混  
合溶媒提取,提取液中再加入20 ml 对照品  
溶液,同上述方法提取、点样、展开后扫描  
测定,结果见表1。

表1 回收率测定结果

| 样品重<br>(g) | 加 入<br>对 照 品<br>(mg) | 样 品 中<br>含 乙 素<br>(mg) | 测 定<br>乙 素 量<br>(mg) | 回 收 率<br>(%) |
|------------|----------------------|------------------------|----------------------|--------------|
| 12.0707    | 20.256               | 21.124                 | 38.228               | 84.44        |
| 12.0707    | 20.256               | 21.124                 | 39.570               | 91.06        |
| 12.0707    | 20.256               | 21.124                 | 38.486               | 85.71        |
| 12.0707    | 20.256               | 21.124                 | 38.909               | 88.25        |
| 12.0707    | 20.256               | 21.124                 | 37.789               | 82.27        |

平均86.31%

#### (2) 样品测定

将上述18种样品,同前述法处理,取提  
取溶液5  $\mu\text{l}$ ,对照溶液5  $\mu\text{l}$  分别点于同一层  
析板上,展开后扫描测定峰面积,测定结果  
见下表2。

### 3. 方法学试验

#### (1) 精密度试验

对同一对照品斑点重复测定8次,峰  
面积为: 136975.8, 134123.0, 136301.8,  
136062.1, 135840.5, 133898.3, 137429.1,  
137533.9

CV=1.02%

表2 各批浙江延胡索含量测定结果

| 编号 | 产地           | 延胡索乙素<br>平均值% | 备注  |
|----|--------------|---------------|-----|
| 1  | 84年 浙江建德     | 0.09          |     |
| 2  | 85年 浙江浦江     | 0.11          |     |
| 3  | 86年 浙江缙云     | 0.07          |     |
| 4  | 86年 浙江缙云     | 0.03          | 早倒苗 |
| 5  | 86年 浙江磐安     | 0.07          |     |
| 6  | 86年 浙江永康     | 0.04          | 早倒苗 |
| 7  | 86年 浙江东阳     | 0.08          |     |
| 8  | 87年 浙江建德     | 0.09          |     |
| 9  | 87年 浙江磐安     | 0.08          |     |
| 10 | 87年 浙江永康     | 0.09          |     |
| 11 | 87年 浙江东阳     | 0.11          |     |
| 12 | 88年 浙江东阳     | 0.09          |     |
| 13 | 88年 浙江于潜     | 0.10          |     |
| 14 | 88年 浙江新渚     | 0.13          |     |
| 15 | 88年 浙江建德梅城   | 0.11          |     |
| 16 | 88年 浙江磐安(甲级) | 0.13          |     |
| 17 | 88年 浙江磐安(统货) | 0.13          |     |
| 18 | 88年 浙江缙云壶镇   | 0.14          |     |

在同一板上点5个相同量的对照品溶液，  
展开后，测定峰面积为：  
83292.4，83711.0，84154.7，86023.6，  
85595.4

$CV = 1.41\%$

### (2) 斑点稳定性试验

在同一薄板上，点对照品溶液，展开后，

表3

| 时间(小时) | 0.5     | 1       | 1.5     | 2       | 3       | 4       | 6       | 8       | 10      |
|--------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| 峰面积    | 75013.7 | 75906.4 | 76046.4 | 75446.0 | 75031.9 | 75719.6 | 83615.3 | 83519.8 | 83292.4 |

间隔一定时间，测定其峰面积，结果如表3。

从表3中这些数据看，前四小时的测定结果比较稳定( $CV = 0.58\%$ )，由于该荧光是慢慢出现的，所以测定宜控制在取出板后1~3小时进行。测定步骤如下：取出板后1小时，将板置于紫外灯下0.5小时，然后进行测定。

## 小 结

1. 从测定结果可知，浙江各地栽培的延胡索因土壤、气候、栽培技术不同，其有效成份延胡索乙素的含量也各有差异。此外，由于1986年受干旱的影响，部分地区延胡索提早倒苗枯萎，因而提早采收，造成其乙素含量偏低，只有0.03%~0.04%。

2. 应用薄层扫描法测定延胡索乙素的含量，方法可靠，扫描图谱清晰，是一种精确快速的测定方法。

3. 本实验的结果可为制定浙江延胡索的质量标准提供含量分析的依据。

## 参 考 文 献

- [1] 周有作：浙江药学1984，创刊号；
- [2] 冯卫生等：中药通报1987，12(5)；