

薄层扫描法测定白术中苍术酮的含量

陈柳蓉 陆 蕴¹ (浙江医科大学药理学系, 杭州 310006)

摘要 利用薄层扫描法测定了白术中苍术酮的含量, 结果表明以正己烷索氏提取的白术挥发油中, 苍术酮的含量约为32.44%, 折合原生药中苍术酮含量为0.6602%。

关键词 白术 苍术酮 含量测定 薄层扫描

白术为菊科植物白术 *Atractylodes macrocephala* Koidz. 的干燥根茎, 具补气健脾、燥湿利水、止汗安胎之效, 其主要成分为挥发油, 油中以苍术酮(*Atractylone*)的含量最高。我们利用薄层扫描法测定了白术中苍术酮的含量, 为保证生药白术的质量提供了新的定量指标。

1 材料与仪器

白术购自浙江省金华市婺城区, 经浙江医科大学药室薛祥骥先生鉴定确为白术 *Atractylodes macrocephala* Koidz. 的干燥根茎。

岛津 CS-920薄层扫描仪。

苍术酮标准品自制, 为无色针状结晶, mp. 38°C, 红外光谱鉴定与文献完全一致^[1]。

2 实验方法与结果^[2]

2.1 样品制备: 将白术生药水浸3 h, 润10 h, 切成2—3 mm厚饮片, 在50°C恒温干燥箱中干燥^[3],

粉碎后过10目筛, 置于干燥器内备用。

粉末25.00 g, 用正己烷于索氏提取中萃取6 h, 浓缩去除溶剂, 置于干燥器内干燥后称重; 另取粉末25.00 g, 用挥发油萃取器提取^[4], 所得挥发油置干燥器内干燥后称重。结果见表1。

表1 白术中挥发油含量(%)

	第一次	第二次	第三次	第四次	平均
索氏提取A	2.014	2.058	2.027	2.033	2.033
水蒸汽蒸馏B	0.0861	0.0904	0.0899	0.0852	0.0879

2.2 薄层条件: 硅胶G(青岛海洋化工厂)2 g, 用0.5% CMC-Na 10 ml制成10×10 cm层析板, 110°C活化半小时后于干燥器内放置, 展开剂为石油醚: 乙酸乙酯(15:1), 上行展开, 展距为9 cm, 取出, 凉干, 以0.5%对二甲氨基苯甲醛的10%硫酸

¹浙医药学系九五届毕业生

为显色剂, 斑点显紫红色至紫色。

2.3 扫描条件: 显色后 2~3 h 内对斑点进行吸光度扫描, 测定波长为 560 nm, 反射法 Z 型扫描, 狭缝 10 mm, 扫描步距 0.02 mm。

2.4 稳定性试验: 白术的正己烷索氏提取液点样展开, 显色后 0.5h, 1h, 1.5h, 2h, 3h, 4h 分别对苍术酮斑点扫描, 结果表明显色后 2~3 h 相对稳定, 故选择显色后 2~3 小时为测定时间。

2.5 精密度试验: 取 3 块层析板, 分别各点上 2 μ l 样品点 3 个, 展开, 显色后于 2~3 h 内对苍术酮斑点扫描, 共计扫描 9 次, 得峰面积 $X = 199658.6$, $RSD = 3.38\%$ 。

2.6 标准曲线的制备: 精密称取干燥至恒重的苍术酮标准品 47.00 mg, 溶于乙酸乙酯中定容至 10 ml, 用微量进样器点样, 点样量分别为 1、2、3、4、5、6 μ l, 展开显色后 2~3 h 内扫描, 以斑点的峰面积($\times 10^{-4}$)为横坐标, 点样量为纵坐

标, 得回归方程为: $Y = 0.6562X - 6.605$ $r = 0.9994$ 。

2.7 回收率测定: 在同一薄层板上分别点上样品、标准品、样品和标准品斑点, 测定板上回收率。结果表 2。

表 2 回收率测定结果

样品中含 苍术酮量 (μ g)	标准品中 含苍术酮 含量 (μ g)	实测值 (μ g)	回收率 (%)	平均回 收率 (%)	RSD (%)
3.24	14.1	17.43	100.5	100.3	2.82
6.48	14.1	20.68	100.5		
3.24	18.8	22.11	100.3		
6.48	18.8	25.35	99.9		

2.8 样品测定: 将挥发油用乙酸乙酯溶解并定溶于 50 ml 容量瓶中, 按上述方法进行薄层扫描测定含量, 结果见表 3。

表 3 挥发油中苍术酮含量(%)

样品来源	点样体积 (μ l)	峰面积	测得量 (μ g)	含量 (mg/g)	生药中 平均含量 %(g/g)	RSD	挥发油 中含量 %(g/g)	挥发油中 平均含量 %(g/g)
A1	4	294955.8	12.75	6.38	0.6602	3.10%	31.68	32.44
A2	6	409402.6	20.26	6.75			32.80	
A3	4	303337.4	13.30	6.65			32.81	
A4	2	199448.6	6.48	6.48			31.87	
A4	4	293798.3	12.67	6.34			31.19	
A4	6	414709.9	20.61	6.87			33.79	
A4	6	409197.5	20.25	6.75			32.95	

即白术中苍术酮含量为 0.6602%, 折合白术挥发油中苍术酮含量为 32.44%。

3 讨论

3.1 从本实验的稳定性、精密度、回收率及线性关系来看可认为薄层扫描法测定白术挥发油中苍术酮含量准确性较高, 误差等都在要求范围之内。

3.2 水蒸汽蒸馏法提取得的挥发油用 10 ml 乙酸乙酯定容, 按同法测定, 斑点很淡, 测定结果很不理想, 说明索氏提取法提取挥发油较水蒸汽蒸馏法效率高, 因此索氏提取法更适合白术样品量少时或中成药中白术的苍术酮定量。

3.3 白术的主要成分为挥发油, 由于挥发油性质不稳定, 很容易变性而失效, 通过测定油中苍术酮的

含量可更好的保证白术生药的品质, 同时也为白术药材及制剂质量标准的制定提供了一个参考方法和依据。

参考文献

- 1 H. Hikino et al. Chem. Pharm. Bull 1962, 10, 641
- 2 孙海英等. 双波长薄层扫描测定茅苍术中苍术素的含量. 中草药, 1992, 23(6), 298
- 3 王孝涛等编. 历代中药炮制方法汇典(现代部分). 南昌: 江西科学技术出版社, 1989, 49
- 4 中国药典编委会. 中国药典 90 版(一部), 北京, 人民卫生出版社, 1990, 47

收稿日期: 1995-09-27