

• 药物分析与检验 •

雷公藤贴膏中雷公藤甲素的含量测定

葛建华 何海英 (中国药科大学, 南京 210009)

摘要 用薄层扫描法在硅胶G板上, 以氯仿: 乙醚(4:1)为展开剂, 分离雷公藤甲素, 然后依次用 3,5-二硝基苯甲酸和 KOH 显色, 以 535nm 波长扫描测定, 按外标二点法计算含量, 平均回收率 98.63%, 变异系数 1.7% ($n=3$), 线性范围 1.75—15.75 μg 甲素。

关键词 雷公藤甲素 薄层扫描法

石油醚可溶解极性小色素, 氧化铝可吸附极性大色素^[1], 两者可除去雷公藤贴膏提取液大部分色素, 大大减小薄层分离后的背景影响, 比单独用氧化铝柱除色素效果好, 用甲醇对石油醚溶解液萃取三次, 雷公藤甲素可萃取完全, 该法可用于雷公藤浸膏原料和白硬膏剂的分析。

1 仪器与药品

岛津 CS-930 型薄层扫描仪, PBQI 型薄层自动铺板器, 雷公藤甲素对照品 (福建省中医研究所提供); 雷公藤贴膏 (中国药科大学, 湖北卫材厂); Kedde 试剂 (CP)。

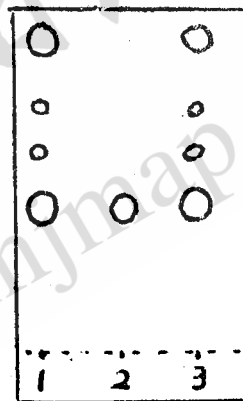
2 方法与结果

2.1 分离条件的选择 分别点适量雷公藤浸膏提取液, 贴膏提取液和甲素对照液于硅胶 G—0.5% CMC-Na 活化薄层板上 (20×20 cm, 硅胶层厚度 0.25 mm), 薄层板置层析缸内饱和 0.5 h, 以氯仿—乙醚 (4:1) 为展开剂上行法展开, 展距 15 cm, 取出晾干, 按次用 5% Kedde 试剂 甲醇液 和 10% KOH 的 甲醇液 显色, $R_f=0.42$ 。层析谱见图

2.2 稳定性试验 按“2.1”项下方法操作, 点适量甲素对照液于薄层板上, 展开, 显色, 每隔 10 min 扫描一次, 记录峰面积积分值—时间如下:

测定时间(min)	10	60	70	80	90	100
110	130	150				

峰面积积分值(cm^2)	10.82	5.23	4.24
3.57	3.01	2.60	2.30
2.31	2.30	室温时,	



1—贴膏层析谱

2—雷公藤甲素

3—浸膏层析谱

1.8—2.5 h 测定较好。

2.3 标准曲线 用微量注射器分别精确点雷公藤甲素对照液 (1.75 $\mu\text{g}/\mu\text{l}$) 1、3、4、6、9 μl 于薄层板上, 展开, 显色, 立即覆盖同样尺寸大小的薄玻璃板, 四周用胶纸封固, 扫描测定, 回归方程 $y=0.2010x+0.2226$, $r=0.997$, y : 扫描峰面积积分值 (cm^2), x : 甲素对照品点量 (μg)。线性范围 1.75—15.75 μg 。

2.4 含量测定 分别取 7×10 cm^2 贴膏四块。每块剪碎, 加约 20 ml 石油醚, 10 g 中性氧化铝粉, 振摇, 续加石油醚 25 ml, 于 60°C 水浴上回流 40 min,

溶液置分液漏斗中,依法再提取三次,至提取完全,合并滤液,滤液用甲醇萃取三次,每次25 ml,甲醇液减压浓缩,得残渣,残渣用氯仿溶解,定容至2 ml,点样品液70 μ l,甲素对照液1 μ l及3 μ l于薄板上,按“2.3”法作单波长反射法扫描和测定,每块贴膏中甲素含量见表1

附表1 雷公藤贴膏含量

批 号	甲素含量 (μ g)	合标示量	CV (%) (n = 3)
1	64.01 μ g	106.7%	1.1
2	64.44 μ g	107.4%	1.3
3	63.99 μ g	106.6%	2.0
4	64.87 μ g	108.1%	1.7

2.5 回收率试验 取空白贴膏三块,每块剪碎,分置于三只磨口瓶中,各准确加入甲素对照品适量,依“4”项下方法操作和计算,平均回收率如表2

3 讨论

3.1 甲素显色后呈紫色,空白贴膏同法处理后与空白薄层板喷显色剂后一样有微红色均匀背景,该背景由显色剂所致,扫描曲线表明该背景在535 nm

附表2 回收率测定结果

加入量 (μ g)	测得量 (μ g)	回收率 (%)	平均回收	CV
79.8	77.25	96.80		
104.8	109.65	99.86	98.63%	1.7
135.15	134.1	99.22		

扫描波长不干扰测定。

3.2 中性氧化铝可除去大部分极性大的色素和杂质^{[1][2]},以避免薄层显色后底背颜色太深影响扫描定量的结果^[2]。本法和文献^[1]法的回收率表明,中性氧化铝的存在不影响方法的准确度。

3.3 薄层板上用玻璃板覆盖并封固目的是为了减慢色斑消退,可以提高测定的精密度。

参 考 文 献

- 1 常珉,许兴民,陈昌彪.雷公藤片及浸膏中雷公藤内酯含量测定的改进.第二届全国生物医药学色谱学术会议论文集(下册),1990,411
- 2 程自珍,林贤琦,王立群等.雷公藤片中雷公藤内酯含量测定.中草药,1984,15(8):3

收稿日期:1993—09—10