

## 气相色谱法测定菊花挥发油中桉油精、樟脑、龙脑、醋酸龙脑酯

刘吉金, 王晓炜, 黄服喜, 熊英, 吴秋云\*

(深圳市药品检验所, 广东 深圳 518029)

菊花为菊科植物菊 *Chrysanthemum morifolium* Rammat. 的干燥头状花序, 具有散风清热、平肝明目的作用, 临床应用广泛。它主要含挥发油、腺嘌呤、碱、菊苷、氨基酸、维生素 E 等, 其中挥发油是其主要活性成分之一<sup>[1,2]</sup>。笔者经 GC-MS 测定其成分主要为桉油精、樟脑、龙脑、醋酸龙脑酯等。本实验建立了气相色谱法测定菊花挥发油中桉油精、樟脑、龙脑、醋酸龙脑酯, 为菊花质量评价提供依据。

### 1 仪器与试剂

日本岛津 GC-17A 气相色谱仪, CLASS-GC10 工作站, AOC-20i 自动进样器, 日本岛津 QP2010 气质连用仪。菊花药材购于深圳市海王星辰连锁药房, 产地浙江, 批号: 20041025, 20050924, 20051010, 经鉴定为杭菊。各对照品均购自中国药品生物制品检定所; 所用试剂为分析纯。

### 2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: DB-1 毛细管柱 (30 m × 0.32 mm × 0.25 μm); 程序升温从 70 °C 以 4 °C/min 升至 100 °C, 再以 10 °C/min 升至 150 °C, 最后以 30 °C/min 升至 250 °C; 无分流进样时间 1 min; 分流比 10:1; 氢火焰离子化检测器 (FID); 进样口温度为 220 °C; 载气为氮气, 体积流量: 2.0 mL/min, 空气的体积流量为 500 mL/min, 氢气的体积流量为 50 mL/min; 进样量: 1 μL。

2.2 对照品溶液的制备: 分别取桉油精、樟脑、龙脑、醋酸龙脑酯对照品各适量, 精密称定, 置同一量瓶中加入正己烷制成 30、20、60、60 μg/mL 的混合溶液, 即得。

2.3 供试品溶液的制备: 取挥发油 10 mg, 精密称定, 置 10 mL 量瓶中, 加正己烷稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.4 标准曲线的制备: 精密称取桉油精、樟脑、龙脑、醋酸龙脑酯对照品 12.21、10.89、10.16、10.41 mg 置 10 mL 量瓶中, 加正己烷溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为混合对照品储备液。精密量取混合对照品

储备液 50、100、200、500、750、1 000 μL, 分别置于 5 mL 量瓶中, 加正己烷稀释至刻度, 摇匀, 分别进样测定, 每次 1 μL。以各成分质量浓度 (Y) 对相应峰面积 (X) 进行线性回归, 得桉油精、樟脑、龙脑、醋酸龙脑酯的回归方程分别为:  $Y = 1.75537 \times 10^{-3} X - 0.56938$ ,  $r = 0.9999$ ;  $Y = 1.59861 \times 10^{-3} X - 0.86797$ ,  $r = 0.9999$ ;  $Y = 1.64120 \times 10^{-3} X - 1.20536$ ,  $r = 0.9999$ ;  $Y = 1.76405 \times 10^{-3} X - 2.06298$ ,  $r = 0.9998$ ; 线性范围分别为 12.21 ~ 244.2、10.89 ~ 217.8、10.16 ~ 203.2、10.41 ~ 208.2 μg/mL。

2.5 精密度试验: 对同一混合对照品溶液连续测定 5 次, 结果桉油精、樟脑、龙脑、醋酸龙脑酯的峰面积 RSD 分别为 0.45%、1.02%、0.88%、0.63%。

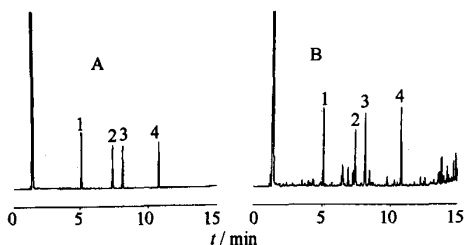
2.6 重现性试验: 对同一挥发油样品 (批号 20041025) 依法平行测定 5 份, 结果桉油精、樟脑、龙脑、醋酸龙脑酯的平均质量分数分别为 31.28、18.23、60.96、52.87 mg/g, RSD 分别为 2.15%、2.07%、1.88%、1.57%。

2.7 稳定性试验: 精密吸取同一供试品 (批号 20041025) 溶液 1 μL, 分别在 0、4、8、16、24 h 测定峰面积, 结果桉油精、樟脑、龙脑和醋酸龙脑酯峰面积的 RSD 为 1.3%、1.5%、2.0%、1.6%。结果说明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.8 加样回收率试验: 取样品 (批号 20041025) 约 50 mg, 精密称定, 置 50 mL 量瓶中, 加正己烷溶解并稀释至刻度, 摇匀, 分别精密吸取 5 mL 6 份, 置 10 mL 量瓶中, 分别精密加入对照品混合储备液 250、350、450 μL 各 2 份, 加正己烷稀释至刻度, 摇匀, 测定, 计算得桉油精、樟脑、龙脑、醋酸龙脑酯的平均回收率分别为 101.3%、99.7%、98.0%、98.2%, RSD 分别为 1.2%、1.5%、1.7%、1.8%。

2.9 样品的测定: 取菊花药材 100 g, 精密称定, 置挥发油提取器中, 加水 400 mL, 提取挥发油 6 h。取挥发油 10 mg, 平行测定 2 份, 精密称定, 置 10 mL

量瓶中,加正己烷稀释至刻度,摇匀,精密量取 1 μL 进样测定,按外标法计算,色谱图见图 1,结果见表 1。



1-桉油精 2-樟脑 3-龙脑 4-醋酸龙脑酯

1-eucalyptol 2-camphor 3-borneol 4-bornyl acetate

图 1 混合对照品(A)和菊花挥发油(B)的气相色谱图

Fig. 1 GC Chromatograms of mixed reference substance (A) and *C. marifolium* volatile oil (B)

### 3 讨论

菊花挥发油的成分复杂,传统填充柱对各成分间不能完全分离,分别采用毛细管柱DB-1、DB-5,

表 1 菊花挥发油中桉油精、樟脑、龙脑和醋酸龙脑酯的测定结果

Table 1 Determination of eucalyptol, camphor, borneol, and bornyl acetate in *C. marifolium* volatile oil

批号	桉油精/ (mg·g <sup>-1</sup> )		樟脑/ (mg·g <sup>-1</sup> )		龙脑/ (mg·g <sup>-1</sup> )		醋酸龙脑酯/ (mg·g <sup>-1</sup> )	
	以挥发 油计	以生 药计	以挥发 油计	以生 药计	以挥发 油计	以生 药计	以挥发 油计	以生 药计
20041025	31.28	15.64	18.23	9.12	60.96	30.48	52.87	26.44
20050924	35.84	21.50	22.75	13.65	65.87	39.52	56.48	33.89
20051010	36.12	21.67	23.41	14.05	67.24	40.34	26.87	16.12

以及不同程序升温进行测定,结果以毛细管柱 DB-1 和程序升温条件分离效果好,但由于成分复杂,无法插入内标物,只好以外标法定量。

### References:

[1] Chang X Q, Ding L X. *Manual of Analysis of Active Component in Chinese Nateria Medica* (中药活性成分分析手册) [M]. Beijing: Xueyuan Press, 2002.  
[2] Wang C X. Review of the chemical constituents in *Chrysanthemum morifolium* [J]. *J Chin Med Mater* (中草药), 2004, 27 (3): 224.

## HPLC-ELSD 法测定复方扶芳藤合剂中黄芪甲苷

吴玉强<sup>1</sup>, 罗 轶<sup>2</sup>

(1. 广西中医学院制药厂, 广西南宁 530023; 2. 广西壮族自治区食品药品检验所, 广西南宁 530021)

复方扶芳藤合剂由扶芳藤、黄芪、红参等组成, 具有益气补血, 健脾养心之功效。用于气血不足, 心脾两虚, 症见气短胸闷, 少气懒言等症。其质量标准采用的是薄层扫描法。为了有效地控制该产品的质量, 本实验以黄芪甲苷为质量指标, 采用 HPLC-ELSD 法进行检测并制定本品的质控标准。

### 1 仪器与试剂

美国 Waters2695 高效液相色谱仪, Alltech2000 ELSD 检测器, MILLI-Q Labo 超纯水处理器。黄芪甲苷对照品由中国药品生物制品检定所提供, 批号 0781-200111。乙腈为色谱纯, 水为高纯水, 其他试剂均为分析纯。复方扶芳藤合剂及缺黄芪阴性样品均由广西中医学院制药厂提供。

### 2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱 Kromasil C<sub>18</sub> 柱 (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相: 乙腈-水 (33 : 67); 体积分

量: 0.8 mL/min; 柱温: 35 °C, 进样量: 20 μL; ELSD 参数: 漂移管温度 109 °C, 气体流量 2.8 L/min。在以上色谱条件下, 黄芪甲苷峰保留时间约为 20 min, 见图 1。

2.2 供试品溶液的制备: 取装量项下的本品, 混匀, 精密量取 15 mL, 用水饱和的正丁醇振荡提取 4 次, 第一次用 30 mL 轻轻振荡, 其余每次用 25 mL 用力振荡, 合并正丁醇提取液, 用 1% 氢氧化钠溶液洗涤 2 次, 每次 25 mL, 弃去 1% 氢氧化钠溶液, 再用正丁醇饱和的水洗涤 3 次, 每次 25 mL, 正丁醇液浓缩至干, 残渣用甲醇溶解并转移至 5 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得。

2.3 对照品溶液的制备: 精密称取经五氧化二磷减压干燥 24 h 的黄芪甲苷对照品 10 mg, 置 50 mL 量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得 (每 1 mL 中含黄芪甲苷 200 μg); 再精密量取上述黄芪甲

收稿日期: 2005-11-01

作者简介: 吴玉强 (1970—), 男, 广西南宁人, 广西中医学院制药厂药研所所长, 工程师, 从事药品生产、教学、科研工作。

Fax: (0771) 5855189 E-mail: wyqiang@tom.com