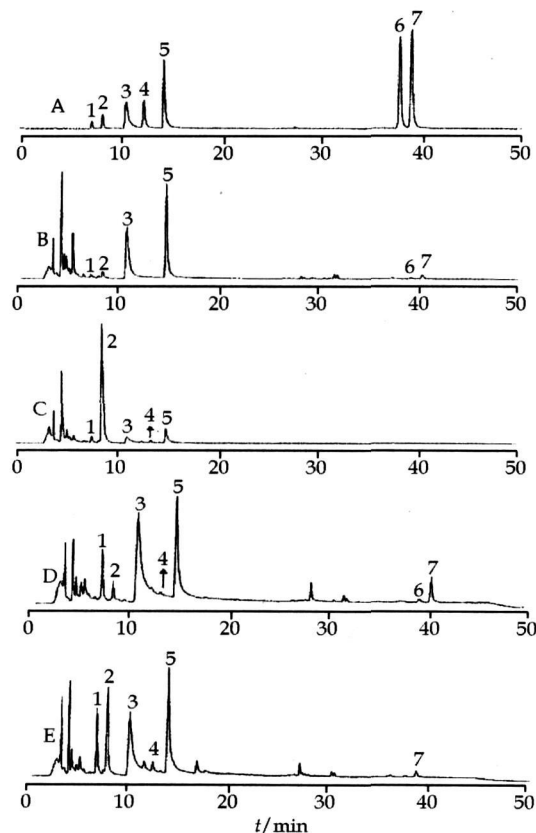




1-原阿片碱 2-别隐品碱 3-血根碱 4-小檗碱
5-白屈菜红碱 6-二氢白屈菜红碱 7-二氢血根碱
1-protopine 2-allocryptopine 3-sanguinarine 4-berberine
5-chelerythrine 6-dihydrochelerythrine 7-dihydrosanguinarine
图 1 对照品(A)及小果博落回叶(B)、果实(C)、茎(D)、
根(E)的 HPLC 色谱图

**Fig 1 HPLC Chromatograms of reference substance
(A), leaves (B), fruits (C), stems (D),
and roots (E) of *M. microcarpa***

种生物碱分离效果较理想。

3.3 本实验分别考察了甲醇、乙醇、1% 盐酸、甲醇

1% 盐酸等不同提取溶剂, 超声、回流等不同提取方式, 并进行了提取时间为 30、45、60、75 min, 提取次数为 1、2 次的考察, 结果表明, 以甲醇-1% 盐酸 (50: 50) 为溶剂, 超声提取 60 min, 提取 1 次即可将总生物碱提取完全, 因此选择该提取方法。

参考文献:

- [1] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1998
- [2] 曾建国. 别隐品碱在农药杀菌剂中的应用[P]. 中国专利: CN101401579A, 2009-04-08
- [3] Chang H L, Jaw C C, Chien Y H, et al. Berberine suppresses inflammatory agents-induced interleukin-1 β and tumor necrosis factor- α productions via the inhibition of I κ B degradation in human lung cells [J]. *Pharmacol Res*, 2007, 56: 193-201.
- [4] 曾建国. 普托品类总生物碱在抗寄生虫兽药中的应用[P]. 中国专利: CN101502567A, 2009-08-12
- [5] 刘年猛, 彭飞, 黄琼瑶, 等. 血水草总生物碱灭钉螺的初步探讨[J]. 中国血吸虫病防治, 2001, 13(5): 303
- [6] Barreto M C, Ruy E P, Joao D A, et al. Inhibition of mouse liver respiration by *Chelidonium majus* isoquinoline alkaloids [J]. *Toxicol Lett*, 2003, 146: 37-47.
- [7] 曾建国, 钟明, 姚利. 博落回总生物碱或其盐在抗血吸虫致肝纤维化治疗中的应用[P]. 中国专利: CN101297870A, 2008-11-05
- [8] 曾建国, 钟明, 姚利. 别隐品碱及其盐在抗肝纤维化中的应用[P]. 中国专利: CN101327221A, 2009-12-24
- [9] Jiri V, Petr D, Jaroslav V, et al. Chelerythrine and dihydrochelerythrine induce G1 phase arrest and bimodal cell death in human leukemia HL-60 cells [J]. *Toxicol In Vitro*, 2008, 22: 1008-1017.
- [10] 宗永立, 刘艳平. 白屈菜红碱诱导细胞凋亡的机理综述[J]. 时珍国医国药, 2006, 17(10): 2068-2069
- [11] 曾建国, 张胜, 侯团章, 等. 不同生长期博落回果实中血根碱和白屈菜红碱的含量[J]. 中药材, 1999, 22(5): 229
- [12] 安彩贤, 杨广德, 叶建涛, 等. RP-HPLC 法同时测定小果博落回中血根碱和白屈菜红碱的含量研究[J]. 中成药, 2001, 23(11): 824-825
- [13] Abizov E A, Tolkachev O N, Kopylova I E. Distribution of the sum of sanguinarine and chelerythrine in the above-ground part of *Macleaya microcarpa* [J]. *Pharm Chem J*, 2003, 37(8): 413-414

气相色谱法测定山蜡梅叶中桉油精和芳樟醇

魏惠珍¹, 饶毅^{1*}, 陈燕军², 夏川川², 冯育林¹, 张小娟¹, 杨世林¹

(1 中药固体制剂制造技术国家工程研究中心, 江西南昌 330006; 2 江西中医学院, 江西南昌 330004)

摘要: 目的 建立气相色谱法测定山蜡梅叶中桉油精和芳樟醇的方法。方法 气相色谱法, DB-WAX 石英毛细管柱(30.0 m $\times$ 250 μ m, 0.25 μ m), FID 检测器, 进样口温度: 230 $^{\circ}$ C, 检测口温度 250 $^{\circ}$ C, 体积流量 1 mL/min, 分流: 20: 1, 程序升温: 起始温度 60 $^{\circ}$ C, 保持 5 min, 以 25 $^{\circ}$ C/min 升至 200 $^{\circ}$ C, 保持 2 min。结果 桉油精在 0.015 7~0.393 6 mg/mL 与峰面积比值(桉油精/环己酮)呈良好的线性关系, 回归方程为 $Y = 13\,659 X + 0\,066\,5$, $r = 0\,999\,8$,

* 收稿日期: 2009-12-11

基金项目: 国家科技支撑计划资助项目(2006BAI06A18-09)

作者简介: 魏惠珍(1965—), 女, 江西南昌人, 主要从事药物质量控制研究工作。

* 通讯作者 饶毅 Tel: (0791) 7119609 E-mail: raoyi99@126.com

平均回收率为 98.29%, RSD 为 1.53%; 芳樟醇在 0.009 5~0.236 6 mg/mL 与峰面积比值(芳樟醇/环己酮)呈良好的线性关系, 回归方程为 $Y = 13.526 X + 0.016 6$, $r = 0.999 6$, 平均回收率为 98.55%, RSD 为 1.96%。结论 采用气相色谱法对山蜡梅叶中桉油精和芳樟醇进行定量测定, 方法简便、快速、准确、重现性好。

关键词: 山蜡梅叶; 气相色谱法; 桉油精; 芳樟醇

中图分类号: R284.2

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2010)07-1190-03

山蜡梅叶 *Chimonanthus nitens* Oliv. 为蜡梅科蜡梅属植物, 又称之为亮叶蜡梅、毛山茶、岩马桑、香风茶等。生于低山疏林中或林缘阳处, 分布于江苏、安徽、浙江、福建、江西、湖南、贵州等省^[1]。山蜡梅具有浓郁的香味, 据报道, 山蜡梅叶的精油成分不仅具有镇痛、镇咳、祛痰作用^[2], 还能明显减缓小鼠的体质量增长、抑制食欲, 具有减肥功效^[3]。山蜡梅叶泡茶可以预防感冒, 并对高血压、高血脂有一定疗效。山蜡梅的主要成分以挥发油为主, 还含有生物碱、黄酮、香豆素、鲨肌醇等物质^[4~7]。山蜡梅挥发油中主要成分为桉油精和芳樟醇。本实验对山蜡梅叶中所含桉油精和芳樟醇进行了定量测定, 为更好地控制山蜡梅叶的质量提供科学依据。

1 仪器与材料

Agilent 6890N 型气相色谱仪(美国 Agilent 公司), 氢火焰离子化检测器(FID); 玻璃挥发油提取器。桉油精对照品(批号 110788-9202)、芳樟醇对照品(批号 1503-200001)中国药品生物制品检定所。山蜡梅叶来源于江西省婺源县, 批号 20090201、20090202、20090203、20090801、20090802、20090803、20090901、20090902、20090903、20090904, 经江西中医学院中药鉴定教研室刘勇教授鉴定为蜡梅科蜡梅属植物山蜡梅的叶。丙酮、环己酮、无水硫酸钠等均为分析纯试剂。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: DB-WAX 石英毛细管柱(30.0 m × 250 μm, 0.25 μm), FID 检测器; 进样口温度 230 °C; 检测口温度 250 °C; 体积流量 1 mL/min; 分流: 20:1; 程序升温: 起始温度 60 °C, 保持 5 min, 以 25 °C/min 速率升至 200 °C, 保持 2 min。

2.2 内标溶液的制备: 取内标物环己酮适量, 加丙酮制成 0.8 mg/mL 的内标溶液, 即得。

2.3 对照品溶液的制备: 取桉油精对照品 20 mg、芳樟醇对照品 12 mg, 精密称定, 置同一 25 mL 量瓶中, 用丙酮溶解稀释至刻度, 从中取 1 mL 置 10 mL 量瓶中, 再精密加入内标溶液 1 mL, 加丙酮稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.4 供试品溶液的制备: 取山蜡梅叶 50 g, 精密称定, 置圆底烧瓶内, 加水 750 mL, 烧瓶置电加热套内, 连接挥发油测定器, 连接回流冷凝管, 将烧瓶内溶液加热至微沸, 并保持 5 h, 收集挥发油加入适量无水硫酸钠除水后, 精密称定质量。取收集到的挥发油约 0.1 g, 精密称定, 置 50 mL 量瓶中, 加丙酮溶解稀释至刻度, 摇匀, 从中精密吸取 1 mL 至 10 mL 量瓶中, 再精密加入内标溶液 1 mL, 加丙酮稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.5 专属性试验: 取对照品溶液、供试品溶液和溶剂(丙酮)各 1 μL, 进样测定, 结果显示溶剂和山蜡梅挥发油中其他成分对测定结果无干扰, 色谱图见图 1。

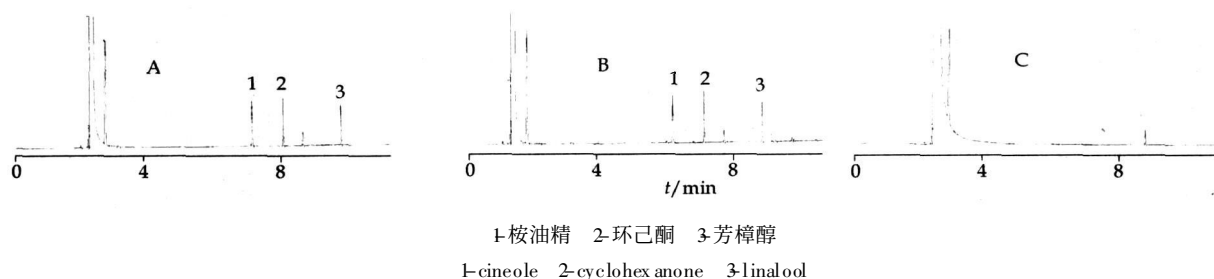


图 1 对照品(A)、山蜡梅叶(B)和溶剂(丙酮)(C)的 GC 色谱图

Fig 1 GC Chromatograms of reference substances (A), *C. nitens* (B), and solvent (acetone) (C)

2.6 线性关系的考察: 取桉油精对照品 19.68 mg, 精密称定, 置 25 mL 量瓶中; 另取芳樟醇对照品 11.83 mg, 精密称定, 置同一 25 mL 量瓶中, 用丙酮溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品贮备溶液(桉油精质量浓度 0.787 2 mg/mL; 芳樟醇质量浓度

0.473 2 mg/mL)。分别吸取对照品贮备液 0.2、0.5、1.0、2.0、5.0 mL, 置 10 mL 量瓶中, 另精密加入 1 mL 的内标溶液, 用丙酮稀释至刻度, 摇匀, 制成系列质量浓度的溶液。分别取 1 μL 注入气相色谱仪, 测定, 每一质量浓度进样 2 次, 记录色谱峰峰

面积,以对照品质量浓度为横坐标,被测成分峰面积与内标物峰面积比值为纵坐标,进行回归。结果桉油精在 0.015 7~0.393 6 mg/mL 线性关系良好,回归方程为 $Y=13.659X+0.0665$, $r=0.9998$; 芳樟醇在 0.009 5~0.236 6 mg/mL 线性关系良好,回归方程为 $Y=13.526X+0.0166$, $r=0.9996$ 。

2.7 稳定性试验:取批号 20090201 山蜡梅叶制备的供试品溶液,分别在配制 0、2、4、6、8、12 h 后进样 1 μ L,测定。结果显示桉油精峰面积与内标物峰面积比值的 RSD 为 1.29%; 芳樟醇峰面积与内标物峰面积比值的 RSD 为 1.40%。

2.8 精密度试验:取批号 20090201 山蜡梅叶制备的供试品溶液,重复进样 6 次,每次进样 1 μ L,按色谱条件测定,计算,结果桉油精峰面积与内标物峰面积比值的 RSD 为 0.84%; 芳樟醇峰面积与内标物峰面积比值的 RSD 为 1.06%。

2.9 重现性试验:取批号 20090201 样品 6 份,制备供试品溶液,测定,以被测成分峰面积与内标物峰面积比值计算质量分数,结果桉油精的平均质量分数为 43.52%, RSD 为 0.71%; 芳樟醇的平均质量分数为 28.68%, RSD 为 0.45%。

2.10 加样回收率试验:取 9 份批号 20090201 山蜡梅,每份 25 g,分别按相当于供试品中桉油精、芳樟醇 80%、100%、120% 的量加入对照品(不同加入量各 3 份),制备供试品溶液,依法测定。结果桉油精平均回收率为 96.48%, RSD 值为 1.81%; 芳樟醇平均回收率为 97.16%, RSD 值为 1.94%。

2.11 样品的测定:分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 1 μ L,注入气相色谱仪,按内标法定量计算供试品中桉油精和芳樟醇的量。结果见表 1。

表 1 山蜡梅叶桉油精和芳樟醇测定结果

Table 1 Determination of cineole and linalool in oil of *C. nitens*

批 号	桉油精/%	芳樟醇/%	批 号	桉油精/%	芳樟醇/%
20090201	1.5	1.0	20090803	2.0	0.5
20090202	1.0	0.7	20090901	1.3	0.9
20090203	1.2	0.6	20090902	1.1	0.8
20090801	1.4	1.1	20090903	1.4	1.3
20090802	1.5	1.2	20090904	1.2	1.1

3 讨论

3.1 提取时间的选择:分别考察了提取 1、2、3、4、5、6 h,结果显示 5 h 后,桉油精和芳樟醇在供试品中的量不再增加。故确定提取时间为 5 h。

3.2 色谱柱的选择:本实验分别采用了 HP-5 石英毛细管柱与 DB-Wax 石英毛细管两种不同型号的色谱柱进行测定,结果表明 DB-Wax 石英毛细管柱对山蜡梅挥发油的分离效果较好,达到基线分离。

3.3 程序升温的选择:实验中参照文献方法^[8],比较了不同的升温程序,程序升温:起始温度 60 $^{\circ}$ C,保持 5 min,以 25 $^{\circ}$ C/min 速率升至 200 $^{\circ}$ C,保持 2 min。该条件较好,分析时间短,分离效果好。

参考文献:

- [1] 谢宗万. 全国中草药汇编[M]. 第 2 版. 北京: 人民卫生出版社, 1996
- [2] 李晓宇, 何明, 李萍, 等. 山蜡梅叶镇痛、镇咳、祛痰作用的实验研究[J]. 中国中医药科技, 1997, 4(6): 366
- [3] 陈鹭颖, 刘锡钧. 山蜡梅对小鼠的减肥作用[J]. 海峡药学, 2002, 14(5): 30-33
- [4] 孙丽仁, 何明珍, 冯育林, 等. 山蜡梅叶的化学成分研究[J]. 中草药, 2009, 40(8): 1214-1216
- [5] 李莎莎, 舒任庚. 山蜡梅化学成分及药理作用的研究进展[J]. 华西药理学杂志, 2009, 24(2): 198-200
- [6] 中国药典[S]. 一部. 1977
- [7] 白会强, 蔡少华, 徐亮, 等. HPLC 法测定山蜡梅中东莪素、槲皮素、夏蜡梅碱[J]. 中草药, 2010, 41(3): 486-487
- [8] 徐年军, 白海波, 严小军, 等. 山蜡梅中挥发油成分分析[J]. 分析测试学报, 2006, 25(1): 90-93

GC 法测定地枫皮中芳樟醇

黄捷*

(广西食品药品检验所, 广西南宁 530021)

摘要: 目的 研究 GC 法测定不同产地的地枫皮药材中芳樟醇的量。方法 色谱柱: 聚乙二醇弹性石英毛细管柱 (30 m $\times$ 0.53 mm, 1 μ m), 程序升温: 进样口温度 230 $^{\circ}$ C, 检测器温度 230 $^{\circ}$ C。结果 芳樟醇在 0.02~0.25 μ g 线性关系良好, $r=0.9994$ 。平均加样回收率为 100.5%, RSD 为 2.2%。结论 本法简单易行, 方法学验证符合要求, 可作为地枫皮药材中芳樟醇的定量测定方法。

关键词: GC 法; 地枫皮; 芳樟醇

中图分类号: R284.2

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2010)07-1192-03

* 收稿日期: 2010-02-25

作者简介: 黄捷(1968—), 女, 广西南宁人, 副主任药师, 主要从事中药质量分析研究。

Tel: (0771) 2611653 E-mail: huangjie_1121@163.com