

气相色谱法测定丁香药材中丁香酚的含量

江西省药品检验所(南昌 330046)

万东根* 宁雅君 王汉章

丁香 *Eugenia caryophyllata* Thunb. 药材来源于桃金娘科植物的干燥花蕾, 收载于中国药典 1995 年版一部。在 95 版药典中, 丁香药材的含量测定只收载了测定挥发油含量的方法, 但没有测定挥发油中丁香酚($C_{10}H_{12}O_2$)的含量。为进一步控制和考察丁香药材中丁香酚的含量, 我们分别采用了浸渍法和挥发油提取法, 提取后用气相色谱法分别来测定丁香药材中丁香酚的含量。

1 仪器与试剂

GC-9A 和 GC-14B 气相色谱仪(日本岛津)。10%PEG-20M 色谱柱。

丁香酚对照品: 购自中国药品生物制品检定所(批号: 725-8802), 经标化其含量为 98% 以上, 其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件及系统适用性试验: 色谱柱: 10%PEG-20M, 检测器 FID, N_2 : 60 kPa, 柱温: 180℃, 进样口温度: 250℃, 衰减 2^5 。在上述条件下丁香酚峰与其它组分峰均能达到基线分离, 且出峰时间较快, 峰形较好, 阴性样品无干扰。

吸取上述对照品溶液 1 μ L, 注入气相色谱仪, 结果理论塔板数 $n > 1200$ 。拖尾因子在 0.95~1.05 之间, 校正因子的相对标准偏差小于 2.0%。

2.2 供试品和对照品溶液的制备

2.2.1 浸渍时间的确定: 在试验研究中比较了不同浸渍时间丁香药材中丁香酚的含量, 结果见表 1。

表 1 丁香药材中丁香酚在不同浸渍时间的含量

浸渍时间(h)	8	16	24	36
丁香酚含量 (mg/g)($n=3$)	96.2	120.3	121.6	121.5
相对偏差(%)	2.6	2.2	1.6	2.0

上述结果表明, 浸渍 24 h 以上, 丁香药材中的丁香酚已浸渍完全。

2.2.2 供试品溶液的制备: 取本品粗粉约 0.6 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入乙醇 20 mL, 称

定重量, 摇匀, 室温放置 24 h 以上, 再称定重量, 补足损失重量, 振摇后放置, 用滤纸滤过。精密量取滤液 5 mL, 置 25 mL 的容量瓶中, 加无水乙醇稀释至刻度, 作为供试品溶液。

2.2.3 对照品溶液的制备: 精密称取对照品适量, 加无水乙醇溶解, 制得 0.492 mg/mL 的溶液, 作为对照品溶液。

2.3 线性范围的考察: 分别精密吸取上述对照品溶液 0.5、1、1.5、2.0、2.5、3.0、4.5 μ L, 按上述色谱条件测定峰面积, 以峰面积积分值为纵座标, 丁香酚含量为横座标, 计算得回归方程 $Y = 9.26 \times 10^4 X + 35.94$, $r = 0.9999$, 表明丁香酚在 0.246~2.46 ng 具有良好的线性关系。

2.4 精密度试验: 精密吸取丁香酚对照品溶液 1 μ L, 重复进样 6 次, 结果测得平均峰面积为 151 654, RSD 为 1.3%。

2.5 重现性试验: 取同一批药材 5 份, 按丁香酚含量测定方法操作, 结果丁香酚含量的平均值为 121.02 mg/g, RSD 为 0.7%。

2.6 回收率试验: 采用加样回收法, 精密称取已知含量的丁香药材 0.1 g(每克药材含丁香酚 121.6 mg), 分别加对照品适量, 按含量测定方法试验, 结果平均回收率为 98.6%, RSD 为 0.5%。

2.7 样品含量的测定: 分别取不同来源的 5 批丁香药材, 按含量测定方法试验, 分别测定丁香酚的含量, 结果见表 2。

表 2 不同来源药材中丁香酚的含量测定结果

来源	挥发油提取法($n=3$)		浸渍法($n=3$)	
	丁香酚(mg/g)	RSD(%)	丁香酚(mg/g)	RSD(%)
上海徐汇区医药公司	119.4	2.8	120.2	1.8
南昌市医药公司	126.8	2.6	128.2	2.1
江西中医院	120.9	3.0	121.6	1.1
南昌黄庆仁药店	129.5	2.2	130.6	2.2
南昌青山路药店	128.7	2.6	129.1	1.5

(下转附 2 页)

* 万东根 1984 年 7 月毕业于江西中医学院药学系中药专业, 获学士学位。同年分配到江西省药品检验所中药室, 一直从事中药药品检验, 药品标准制定, 科研和药品监督等工作。1993 年获中级技术职称, 并聘为主管药师。1998 年 9 月为江西中医学院的在职研究生, 攻读药剂专业的硕士学位。1984 年毕业以来, 先后在全国和省级杂志发表论文 3 篇, 起草了《中国药典》一部(1995 年版)中槲寄生等 3 个品种和《江西省中药材标准》中丝瓜根药材的质量标准, 主持和参加完成了“舒胸颗粒剂”等 5 个品种的中药新药的质量标准和工艺等工作, 审核和检验了数 10 个具有一定技术难度的新药, 编写了江西省各地市药检所学习班教材《薄层层析讲义》1 本。

从水仙和白茅中分离到的植物防卫素。应用薄层层析法对云南、广西、海南血竭以及进口“皇冠牌”血竭进行化学成分分析比较,结果3种国产血竭的化学成分极相似,进口血竭则不同,这表明国产血竭来源于同一属十分近缘的种,进口血竭来源于不同种属^[2]。从广西血竭的石油醚和醋酸乙酯部位中分离出10个化学成分:正二十七烷,4-甲基-7-烯胆烷醇,阿魏酸二十二、二十四、二十六、二十八酯,紫檀芪邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯,邻苯二甲酸丁酯异丁酯和4'-甲氧基-3',7-二羟基黄酮^[3]。血竭中重要成分之一血竭素已可以人工合成^[4]。

2 药理作用

动物试验证明,血竭既能降低红细胞压积、全血粘度及血浆粘度,又能增快红细胞及血小板的电泳速度,还可抑制血小板的聚集功能,再加上血管扩张、流量增加等作用,这对血竭用于血管栓塞性疾病,防止血栓形成,消除淤血提出了理论依据。因冠心病、心绞痛、心肌梗死、脑血栓、脑缺血、血管闭塞性脉管炎等,大都可引起血浆、全血粘度、血球压积增高,并可使红细胞和血小板电泳率变慢,血小板聚集功能增强,血竭可使各项指标明显好转^[5]。血竭对正常和缺氧豚鼠乳头心肌的电生理影响与Ib类抗心率失常有相似之处^[6]。血竭可缩短凝血时间、家兔血浆复钙时间及优蛋白溶解时间(ELT),对家兔凝血酶原时间无明显影响^[7]。血竭还具抗肝素作用,可用于止血。正常人体中存在凝血和溶血两种因子,处于动态平衡中,当这种平衡被破坏时,就会出现血栓或出血两种病理现象。血竭可恢复其生理平衡,因此可用于活血和止血。

3 临床应用

用血竭粉治疗上消化道出血270例,方法为3次/日,每次1g,温开水调服,至大便隐血试验转阴后改为2次/日,每次1g,继续观察大便隐血试验,2

d均为阴性后停药。结果270例转阴时间最短为17h,最长为148h,平均2.4d,其中63例24h转阴,血竭粉累积剂量12~30g,249例获得止血效果,占95.8%,21例无效^[8]。血竭在口腔科应用前景广阔,它可去除血栓等病理产物,保存人体正常的凝血及抗凝物质,以便迅速止血。此外还具有对抗纤维蛋白活化剂或抗纤溶酶的作用,并可改善微循环,使拔牙创口迅速愈合^[9]。复方血竭治疗冠心病血瘀证获得良好疗效^[10]。用血竭治疗大面积褥疮也取得良好疗效,与传统方法比,治愈时间提前10~15d^[11]。此外血竭还可用于治疗关节炎、咳血、口腔溃疡、外伤出血、跌打损伤、月经过多、痛经等各种疾病。

目前市场上血竭的产品仅有散剂1种剂型,远远不能满足临床要求,应大力开发新剂型,如栓剂、膜剂、酊剂、涂膜剂、胶囊剂、注射剂等。直肠栓可用于治疗痔疮等疾病,牙栓可用于拔牙后创口止血;膜剂用于治疗口腔溃疡等疾病;酊剂、涂膜剂用于关节炎、跌打损伤等。胶囊剂可避免散剂服用剂量不准,吞咽困难等缺点;注射剂可提高其生物利用度。我科目前已研制了栓剂和膜剂用于临床,并已取得良好疗效,酊剂、涂膜剂正在试制中,不久将应用于临床。

参考文献

- 1 彭建明. 植物杂志,1992,19(4):7
- 2 王锦亮,等. 云南植物研究,1995,17(3):336
- 3 韦宏,等. 中国中医药杂志,1998,23(10):616
- 4 高文方,等. 中国医药工业杂志,1989,20(6):247
- 5 高应斗,等. 山西医药,1983,12(4):193
- 6 郑培黎,等. 中国药理与临床,1996,12(3):24
- 7 农兴旭. 中国中药杂志,1997,22(4):240
- 8 周亨得,等. 浙江中医杂志,1984,19(7):302
- 9 陆学先. 中西医结合杂志,1984,4(10):626
- 10 蔡辉,等. 南京中医学院学报,1992,8(4):216
- 11 吴诗姬. 大理医学院学报,1997,6(1):20

(1998-12-12 收稿)

(上接第467页)

3 小结

实验结果表明,采用浸渍提取法比挥发油提取法简便、可控和准确,可以作为该药材的质量检控指标之一。

参考文献

- 1 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国

药典. 一部. 1995:1

- 2 任仁安主编. 中药鉴定学. 上海:上海科学出版社,1986:342
- 3 徐锦雄,等. 中成药,1995,(1):34

(1999-02-02 收稿)