

表 4 莪术油高温实验结果

时间 (d)	外观	莪术油 气味	吸光度	包合物含 油率 (%)	分解 产物	浓度 (%)
0	白色	微有	0.723	10.66	无	100.00
40℃ 3	白色	微有	0.720	10.62	无	99.62
40℃ 5	白色	微有	0.715	10.54	无	98.87
60℃ 10	白色	微有	0.707	10.43	无	97.84
60℃ 3	白色	微有	0.688	10.15	无	95.22
60℃ 5	白色	微有	0.682	10.06	无	94.37
60℃ 10	微黄	微有	0.627	9.25	无	86.77
80℃ 3	微黄	微有	0.680	10.03	无	94.09
80℃ 5	深黄	微有	0.637	9.40	无	88.18
80℃ 10	深黄	微有	0.697	10.28	无	96.44

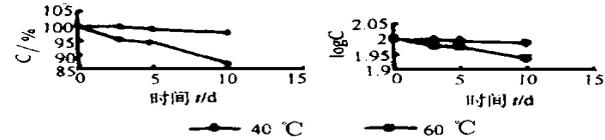


图 3 莪术油 C-t图

图 4 莪术油 logC-t图

或一级反应,因此,不应按常规的方法求算有效期 (3) 加速实验 结果见表 5 结果表明,包合物胶囊在 40℃,相对湿度 75% 条件下存放 3 个月后,其相对含量仍在 90% 以上 按美国 FDA 标准,具有上述实验结果的包合物有效期在两年以上 (FDA 规定: 固体药物在 37℃~ 40℃、相对 75% 或更高的情况下,其有效成分仍在规定范围内,则有效期可定为 2 年以上)

3 讨论

3.1 本研究数据均为数次测试后的校正值,为防止仪器的影响,配制罗勒重铬酸钾液来校正由仪器引

表 5 莪术油的加速实验结果

时间 (月)	外观	莪术油 气味	吸光度	包合物含 油率 (%)	分解 产物	浓度 (%)
1	微黄	微有	0.697	10.24	无	96.06
2	微黄	微有	0.667	9.84	无	92.31
3	微黄	微有	0.683	10.07	无	94.47

起的误差。

3.2 高温实验的温度越高, C-t 或 logC-t 图的线性关系越差,这表明在高温实验中包合物本身发生了复杂的变化,可能是如下原因:① 成分的不流动性,使一些变化只停留在固体表面,以致变化表里不一;② 系统的不均匀性。固体制剂并不象液体制剂那样是一种均相系统,虽然其亦为单相系统,但由于粒度不一等原因也会导致不同取样的理化常数不一;③ 剂型的多相性,包合物本身就是由气相 (空气、水气、挥发油)、液相 (吸附的水分、油) 和固相组成的多相系统,在组成和状态发生变化时,对稳定性的观察就会发生较大影响

参考文献:

[1] 江苏新医学院. 中药大辞典 [M]. (上册). 上海: 上海科技出版社, 1986.  
 [2] 许俊杰, 陈育光, 孟庆禄. 莪术对大鼠血流变学及血栓形成的影响 [J]. 中药材, 1992, 15(5): 33-36.  
 [3] 南勋义. 中药治疗阴茎硬结症 [J]. 中华泌尿外科杂志, 1991, 12(2): 139-141.  
 [4] 陈星灿, 陈济民, 姚崇舜, 等. 莪术油-β-环糊精包合物的研究 [J]. 中草药, 1990, 21(8): 11-13.  
 [5] 奚念朱. 药剂学 [M]. 第三版. 北京: 人民卫生出版社, 1994.

## 毛细管气相色谱法测定榄香烯乳剂中 β-榄香烯的含量

傅 迎, 韩 颖, 满洪升\*

(大连医科大学, 辽宁 大连 116027)

摘要: 目的 建立毛细管气相色谱法测定榄香烯乳剂中 β-榄香烯含量的方法。方法 采用 PEG-20M 弹性石英毛细管柱为分离柱, 正十四烷为内标物, 正己烷为萃取剂和定容剂。结果 该方法平均回收率为 98.4%, 变异系数小于 6.32%。结论 该方法操作简便, 分析速度快, 结果准确可靠。

关键词: 毛细管气相色谱法; β-榄香烯; 乳剂

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)-04-0316-02

### Determination of content of β-elemene in elemene emulsion by CGC

FU Ying, HAN Ying, MAN Hong-sheng

(Dalian University of Medical Sciences, Dalian Liaoning 116027, China)

Key words capillary gas chromatography (CGC); β-elemene; emulsion

收稿日期: 2000-06-12

作者简介: 傅 迎 (1961-), 女, 北京人, 副教授, 硕士。1988年毕业于东北大学, 获硕士学位。1988至今于大连医科大学检验系任教, 从事教学及科研工作。主要研究方向是药物的分析及微量元素的分析。电话: 0411-4720092 0411-4720086

从中药温莪术 *Curcuma wenyujin* Y. H. Chen et. C. Ling 根茎中提取的  $\beta$ -榄香烯<sup>[1]</sup> ( $\beta$ -elemene) 是一种有效的抗癌<sup>[2]</sup>组分。临床上主要用于白血病、脑胶质瘤及肺癌等的治疗,副作用轻微。 $\beta$ -榄香烯乳剂的测定有分光光度法<sup>[3]</sup>,操作较复杂。本研究所建立的毛细管气相色谱法简单、快速、进样量少、结果准确,可用于药品的质量控制。

### 1 仪器与试剂

1.1 仪器:GC-7AG气相色谱仪(日本岛津);数据处理机:C-R2AX

1.2 试剂: $\beta$ -榄香烯对照品由大连医药科学研究所提供(纯度 99.3%);正十四烷为 Fluka. AG Buchess SG(瑞士)生产(优级纯);正己烷为沈阳医药公司生产(分析纯)

### 2 方法与结果

2.1 色谱条件:25 m $\times$  0.22 mm PEG-20M 弹性石英毛细管柱;氢火焰离子化检测器;H<sub>2</sub> 线速度 45 cm/s,分流 40 mL/min,空气 400 mL/min,尾吹 40 mL/min,柱温 100 $^{\circ}$ C,气化室和检测器温度 210 $^{\circ}$ C,进样 1 $\mu$ L

2.2 对照品溶液的制备:精确称取 $\beta$ -榄香烯对照品 25 mg置于 100 mL容量瓶中,用正己烷稀释至刻度,制成 250 $\mu$ g/mL对照溶液。

2.3 内标溶液的制备:精确称取正十四烷 10 mg置于 100 mL容量瓶中,用正己烷稀释至刻度,制成 100 $\mu$ g/mL内标溶液。

2.4 供试品溶液的制备:分别取 1% 乳剂 50 $\mu$ L及 0.5% 乳剂 100 $\mu$ L,各加内标液 1.5 mL和饱和 NaCl 溶液 5滴,混匀,用正己烷萃取(3 $\times$  15 mL),分别合

并萃取液于 100 mL容量瓶中,用正己烷定容。

2.5 标准曲线的制备:分别取一定量 $\beta$ -榄香烯对照品溶液及 15 $\mu$ L内标溶液,用正己烷定容至 1 mL,进样 1 $\mu$ L,每个浓度测定 3次。 $\beta$ -榄香烯浓度在 1.00~ 10.00 $\mu$ g/mL范围内,以 $\beta$ -榄香烯与内标物峰面积之比  $Y$ 对其浓度  $C$ 进行线性回归,线性方程为  $Y= 0.569 1 C+ 0.001 0, r= 0.999 4$

2.6 精密密度实验:精确取 $\beta$ -榄香烯对照品溶液测定  $RSD=$

2.37% ( $n= 5$ ),

2.7 重现性实验:取同一供试品溶液,平行测定,  $RSD =$

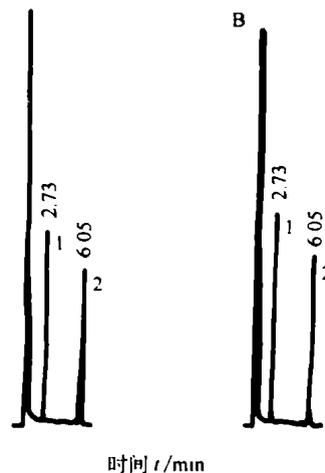
3.21% ( $n= 5$ ),

2.8 稳定性实验:取供试品溶液,隔一定时间测定,24 h内稳定,  $RSD= 6.32\%$ 。

2.9 加样回收率实验:取已测定 $\beta$ -榄香烯含量的样品 5份,精确加入一定量对照液,依法测定,结果平均回收率为 98.4%,  $RSD= 2.29\%$ 。

2.10 样品的测定:取不同批号供试品,按“供试品溶液的制备”方法操作,测定结果见表 1 色谱图见图 1

### 3 讨论



A-对照品 B-供试品  
1-正十四烷 2- $\beta$ -榄香烯  
图 1  $\beta$ -榄香烯色谱图

表 1 榄香烯乳剂中 $\beta$ -榄香烯含量测定结果

批号	测定含量 ( $\mu$ g/mL)				平均值 ( $\mu$ g/mL)		$RSD(\%)$	相当标示量 (%)
990526(0.5%)	4.66	4.75	4.68	4.64	4.71	4.69	0.92	93.8
990831(0.5%)	4.78	4.83	4.90	4.85	4.74	4.82	1.29	96.4
990122(0.5%)	4.82	4.61	4.79	4.85	4.78	4.77	1.96	95.4
980416(1%)	4.87	4.95	5.06	4.81	4.91	4.92	1.91	98.4
200302(1%)	4.68	4.78	4.70	4.81	4.78	4.75	1.19	95.0

$\beta$ -榄香烯属单萜类化合物,具有挥发性,只溶于有机溶剂。本实验选用正己烷为萃取剂和定容剂,色谱图表明:供试品中没有影响测定的其它物质被萃取,方法的专一性强,为控制药品的质量提供了可行的方法。

### 参考文献:

[1] 郭泳. 温莪术挥发油中榄香烯的分离与鉴定[J]. 中药通报, 1983, 8: 31-32.  
 [2] 傅乃武.  $\beta$ -榄香烯的抗肿瘤作用及药理学研究[J]. 中药通报, 1984, 9: 35-36.  
 [3] 中国药典. 1995年版(二部).