

## HPLC 法测定降香挥发油中橙花叔醇的含量

韩 静<sup>1,2</sup>, 唐 星<sup>2</sup>, 巴德纯<sup>1X</sup>

(1. 东北大学, 辽宁 沈阳 110004; 2. 沈阳药科大学, 辽宁 沈阳 110016)

降香挥发油是从豆科常绿小乔木降香檀 *Dalbergia odorifera* T. Chen 的树干和根部干燥心材<sup>[1]</sup> 提取得到的, 它可提高血小板 cAMP 含量, 具有抑制血栓形成的作用<sup>[2]</sup>, 利用降香挥发油开发研究新剂型有很高的社会和经济价值。国内外关于降香挥发油化学成分的研究报道较少, 国外曾有自同属植物 *D. parviflora* Roxb. 木材中得到橙花叔醇、微量糖醛及一种可能是金合欢醇的成分。但各种研究报道都是用气相色谱法或 GC-MS<sup>[3]</sup> 法, 尚未见有用 HPLC 法测定降香挥发油中橙花叔醇含量的报道。本实验以降香挥发油的主要成分橙花叔醇为指标, 建立了 HPLC 测定方法, 测定了用水蒸气 (steam distillation, SD) 及 CO<sub>2</sub> 超临界萃取 (supercritical CO<sub>2</sub> fluid extraction, SFE-CO<sub>2</sub>) 两种方法提取的挥发油中橙花叔醇的含量, 为降香挥发油的综合利用提供了客观的定量评价。

## 1 仪器与试剂

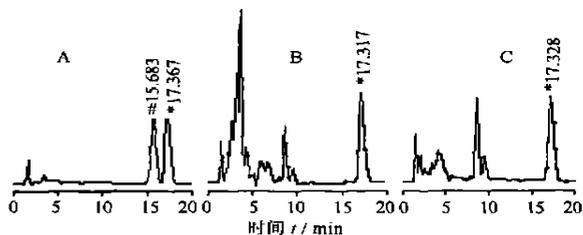
JASCO 高效液相色谱仪 (包括 PV-2080 pump, UV-2075 Detector), 大连华洋科学仪器有限公司。橙花叔醇对照品由 Sigma 公司提供, 是顺反异构混合物, 水蒸气及 CO<sub>2</sub> 超临界萃取两种方法提取的挥发油自制, 甲醇为色谱醇 (山东禹王公司), 水为重蒸水 (自制)。

## 2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱为北京迪马公司产 Diamonsil C<sub>18</sub> (200 mm × 4.6 mm, 5 μm) 色谱柱; 流动相为甲醇-水 (78:22); 体积流量为 1.2 mL/min; 检测波长 213 nm; 进样量为 10 μL; 柱温室温。色谱图见图 1。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取橙花叔醇对照品适量, 甲醇溶解并定容, 得质量浓度为 10.58 mg/mL 溶液, 摇匀, 作为储备液。

2.3 供试品溶液的制备: 精密称取 CO<sub>2</sub> 提和水提降香挥发油, 分别置量瓶中, 甲醇溶解并定容, 得质量浓度为 456 和 522 μg/mL 的溶液, 再经 0.45 μm 滤膜滤过得供试品溶液。



# 顺式橙花叔醇 \* 反式橙花叔醇  
# Cis-nerolidol \* Trans-nerolidol

图 1 橙花叔醇对照品(A)、SFE-CO<sub>2</sub> 提降香挥发油(B)、水提降香挥发油(C)HPLC 图

Fig. 1 HPLC chromatogram of nerolidol (A), volatile oil of *Lignum Dalbergia Odoriferae* extracted by SFE-CO<sub>2</sub> (B), and volatile oil of *Lignum Dalbergia Odoriferae* extracted by SD (C)

2.4 线性范围: 取对照品储备液按不同比例稀释, 得质量浓度为 42.32、84.64、169.28、338.56、677.12 μg/mL 的溶液, 注入液相色谱仪, 记录橙花叔醇的峰面积, 以顺反式峰面积总和(A)对质量浓度(C)作图, 其回归方程为:  $A = 9.032.9C + 92.840$ ,  $r = 0.9999$ 。橙花叔醇在 42.32 ~ 677.12 μg/mL 线性关系良好。

2.5 精密度试验: 精密吸取 42.32 μg/mL 对照品溶液, 重复进样 5 次, 每次进样 10 μL, 记录橙花叔醇色谱峰面积, RSD = 0.7% (n = 5)

2.6 重现性试验: 分别取两种降香油各 5 份, 按供试品制备项下方法操作, 制备样品溶液, 按外标一点法测定橙花叔醇的含量, CO<sub>2</sub> 提和水提降香挥发油体积分数分别为 25.09% 和 20.9%, RSD 值分别为 0.83% 和 1.2% (n = 5)。

2.7 稳定性试验: 取供试品溶液分别于 0、2、4、6、8 h 注入液相色谱仪, 依法测定橙花叔醇的峰面积。RSD 值为 1.3% 和 1.5% (n = 5)。结果表明样品溶液在 8 h 内比较稳定。

2.8 加样回收率试验: 精密称取已知含量的供试品溶液 9 份, 按高中低 3 种浓度加入适量对照品溶液,

X 收稿日期: 2003-10-13

作者简介: 韩 静 (1967—), 女, 蒙族, 辽宁人, 在职博士研究生, 副教授, 现研究方向为纳米技术及干燥技术应用。

Tel: (024) 23843711-3511 E-mail: hj-8080@163.com

加入量分别为 292.01、194.67、97.34 Lg, 混匀, 在相同色谱条件下测定橙花叔醇的体积分数, 计算回收率。CO<sub>2</sub> 提油平均回收率为 99.34%, RSD 值为 1.54% (n= 9); 水提油平均回收率为 99.69%, RSD 值为 1.42% (n= 9)。

2.9 含量测定: 分别精密量取供试品溶液及对照品溶液各 10 LL, 按上述色谱法进样, 按外标一点法以峰面积计算含量。结果见表 1。

表 1 降香挥发油中橙花叔醇的含量 (n= 3)

Table 1 Nerolidol in volatile oil of Lignum Dalbergia Odoriferae (n= 3)

降香挥发油	橙花叔醇/ %	RSD/ %
CO <sub>2</sub> 提油	25.15	0.70
水提油	21.19	0.81

### 3 讨论

3.1 检测波长的确定: 取橙花叔醇适量, 用甲醇溶解并定容, 然后作紫外扫描, 得最大吸收波长为 212.8 nm, 取 213 nm 为检测波长。

3.2 流动相的选择: 本试验采用 C<sub>18</sub> 色谱柱, 对甲醇-水、甲醇-乙腈-水、乙腈-水等多种流动相按不同比例进行考察, 结果发现甲醇-水(78 : 22) 溶液为流动相

时, 峰形对称, 分离度高, 被测组份保留时间适中。

3.4 购自 Sigma 公司的橙花叔醇对照品液是顺式和反式的混合溶液, 高效液相色谱图出峰时间分别是 15.683、17.367 min。降香挥发油中只有 17.367 min 的峰。文献报道有红外光谱和核磁共振光谱可确定挥发油中含反式橙花叔醇, 推测 17.367 min 的峰为反式橙花叔醇, 15.683 min 的峰为顺式橙花叔醇。此外, 顺式橙花叔醇由于存在空间位阻, 在色谱柱上保留时间短于反式橙花叔醇, 与上述推测相符。

3.5 本实验表明降香挥发油中橙花叔醇含量较高, 在 SFE-CO<sub>2</sub> 提取的挥发油中含 25.15%, 在水提挥发油中含 21.19%。

### References:

[1] Zheng H Z, Dong Z, She J. Modern Study of Traditional Chinese Medicine (中药现代化研究与应用) [M]. Beijing: Xueyan Press, 1998 .  
 [2] Zhu L, Guo J X, Leng H W, et al. The influence of volatile oil of Jiang-xiang to the thrombus formation and the activity of thrombayte cAMP and plasma fibrinolysin [J]. Chin Tradit Pat Med (中成药), 1992, 14(4): 30.  
 [3] Cai M, Zhao L H, Chen Y Y. Determination of Jiangxing in injection Salvia Miltiorrhiza Composita by GC [J]. Strait Pharm J (海峡药学), 2002, 14(4): 47-48.

## RP-HPLC 测定虎杖中白藜芦醇苷的含量

衣洪福, 陈万生, 张汉明<sup>X</sup>

(第二军医大学药学院, 上海 200433)

虎杖系蓼科蓼属植物虎杖 *Polygonum cuspidatum* Sieb. et Zucc. 的根茎和根, 采挖时间在春秋两季。虎杖异名(《尔雅》), 入药始见于《雷公炮制论》, 传统上用于瘀诸症, 可活血散瘀, 祛风通络, 清热利湿, 解毒。根据《中华本草》记载: 虎杖“主治妇女闭经, 产后恶露不下, 症瘕积聚, 跌扑损伤, 风湿痹痛, 湿热黄疸, 淋浊带下, 疮疡肿毒, 毒蛇咬伤, 火烫伤”。虎杖根和根茎含游离蒽醌及蒽醌苷, 还含有类化合物; 白藜芦醇(resveratrol) 即 3, 4, 5-三羟基(3, 4, 5-trihydroxybenzene), 虎杖苷(polydatin) 即白藜芦醇 3-O-β-D-葡萄糖苷(resveratrol-3-O-β-D-glucoside)<sup>[1]</sup> 等。白藜芦醇苷具有抗菌, 镇咳, 防止动脉内皮损伤性血栓形成, 改善休克微循环, 提高大鼠存活率, 减轻缺血再灌注、自由基、内毒素等造成的

组织器官损伤, 降血脂抗脂质过氧化及抗肿瘤等方面的活性, 对治疗血栓性疾病及改善休克微循环等疾病有很好的前景<sup>[2]</sup>。

虎杖药材生长分布广泛。据调查, 目前市场上的药材主要来源于江西、江苏、安徽、广东、浙江、贵州等地区; 当地药农均采用传统初加工方法是将采挖新鲜药材切断后用沙磨水洗除掉的泥沙和须根, 再经晾晒后出售。笔者对不同产地和加工方法的药材进行白藜芦醇苷的含量测定, 以期为保证虎杖药材的质量提供科学依据。

### 1 材料

高效液相色谱仪(美国 Waters 公司): Waters515 泵; 2487 检测器; Rherdyne7725 进样阀; DL—3600 超声震荡器; Sartarius 十万分之一天平。

X 收稿日期: 2003-11-08

\* 通讯作者 Tel: (021) 65513056 E-mail: hmzhang@smmu.edu.cn