

HPLC法测定木香中去氢木香内酯的含量

徐宇¹,方鲁廷²,谈红³,孟莉^{3*}

(1. 四川大学华西药学院,四川 成都 610041; 2 四川大学分析测试中心,四川 成都 610041;

3. 四川华星中医药有限公司,四川 成都 610041)

木香为菊科植物木香 *Aucklandia lappa* Decne. 的干燥根,为常用中药,木香的主要有效成分为挥发性木香内酯和去氢木香内酯,这些有效成分具有松弛平滑肌和解痉作用,《中华人民共和国药典》2000年版一部中的含量测定为木香内酯^[1]。本实验采用 HPLC法测定了 10批木香药材中去氢木香内酯的含量,为木香药材的质量控制提供另一种含量测定方法

1 仪器、试剂和样品

日本岛津 LC-9A 高效液相色谱仪,SPD-6AV 紫外可见检测器,C-R4A 数据处理机,SIL-6B 自动进样器,HS6150D 超声波清洗仪,台式离心机;甲醇(色谱纯),高纯水(成都西物所),去氢木香内酯对照品(日本和光纯药工业株式会社),纯度 98% 以上(040-21881),木香药材(四川)粉碎,过 40 目筛备用,由本院生药教研室王王志教授鉴定,其余试剂均为分析纯

2 实验部分

2.1 色谱条件: 色谱柱: Shim-pack CLC-ODS(150 mm×6.0 mm, 5 μ m), 预柱: Shim-pack CLC-ODS(4); 流动相: 甲醇-水(70:30); 体积流量: 1 mL/min, 柱温: 常温, 灵敏度: 0.04 AUFS, 检测波长: 225 nm 理论板数按去氢木香内酯峰计不低于 3000

2.2 线性关系考察: 精密称取去氢木香内酯对照品一定量,加醋酸乙酯 5 mL 溶解,再加甲醇至刻度,制成浓度分别为 0.052 0.087 0.173 0.260 0.433 mg/mL,摇匀,精密吸取 10 μ L 注入色谱仪,记录色谱图,以峰面积为纵坐标,进样量为横坐标,绘制标准曲线,得线性回归方程: $Y = 615.984x + 488.879X$, $r = 0.9999$ 去氢木香内酯在 0.05~0.5 μ g 具有良好的线性关系。

2.3 精密度试验: 在选定的色谱条件下,取木香样品(8号)连续进样 5次,按去氢木香内酯质量分数计算 RSD 为 0.47%。

2.4 重现性试验: 取同一批木香样品(8号),精密称取 5份,按含量测定方法测定,按去氢木香内酯质量分数计算 RSD 为 1.99%。

2.5 稳定性试验: 取同一批木香样品进行不同时间段的考察,以 0 8 24 30 48 h 分别进样 10 μ L,按去氢木香内酯质量分数计算 RSD 为 1.12%,48 h 内木香药材中的去氢木香内酯质量分数稳定

2.6 加样回收试验: 精密称取已知去氢木香内酯含量的木香样品(8号)0.05 g,加去氢木香内酯对照品溶液 10 mL,按样品测定项下的方法同样操作,平均回收率为 99.42%,RSD=1.30% ($n=3$)

2.7 样品含量测定: 取木香药材 0.05 g,精密称定,置 50 mL 磨口锥形瓶中,加入乙醇(1 \rightarrow 2) 15 mL,超声提取 30 min,离心分取上清液(3000r/min,10 min),残留物再加乙醇(1 \rightarrow 2) 10 mL 超声提取 30 min,离心分取上清液,合并两次清液于 25 mL 量瓶中至刻度,摇匀,过 0.45 μ m 微孔滤膜,进样 10 μ L 测定。结果见表 1,图 1

表 1 木香中去氢木香内酯的含量 ($n=3$)

Table 1 Dehydrocostuslactone in root of *A. lappa* ($n=3$)

批号	去氢木香内酯 %	批号	去氢木香内酯 %
1	1.57	6	2.22
2	1.64	7	2.06
3	2.03	8	1.18
4	2.08	9	1.51
5	2.01	10	1.62

3 讨论

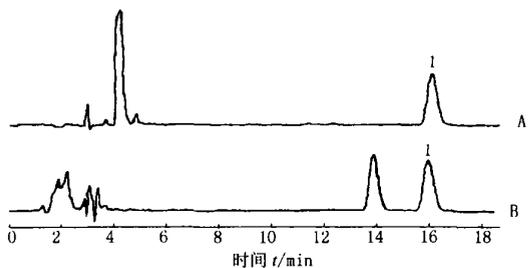
3.1 在提取条件的筛选中,采用氯仿-乙醇(1 \rightarrow 2)、乙醇-93% 分别进行回流提取 30 min 和超声提取 2 次各 30 min 的比较,其含量测定结果差异很小,由于氯仿作提取溶剂毒性较大,所以选择了乙醇(1 \rightarrow 2) 超声提取作为该实验的提取溶剂及提取方法。

3.2 对含量测定的木香内酯峰及相邻峰进行了分离度的测定,两峰分离度为 $R = 3.39$

* 收稿日期: 2004-02-12

作者简介: 徐宇(1953-),女,浙江人,副教授,1980年毕业于四川大学,现主要从事中药新药研究开发。

Tel (028) 85503028



1-去氢木香内酯

1-dehydrocostus lactone

图 1 对照品 (A)和样品 (B) 色谱图

Fig. 1 Chromatograms of reference substance (A) and sample (B)

3.3 《中华人民共和国药典》规定木香内酯的含量不得低于 0.6%, 该实验测定的木香内酯平均含量为 1.7%, 另文献报道^[2]对 19 个产地中木香的去氢木香内酯含量测定的结果平均值为 1.65%, 木香内酯含量和去氢木香内酯含量比较, 后者的含量高于前者, 建立去氢木香内酯含量测定方法更有利于药材及产品的质量的控制。

References

[1] Ch P (中国药典) [S]. Vol I . 2000.
 [2] Wang Y B, Xu H, Zhang Y F. Quality evaluation study of *Radix Aucklandiae* determination of two sesquiterpene lactones in *Aucklandia lappa* Decne. by HPLC [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 2000, 20(6): 366 -367.

HPLC-ELSD法测定山楂中熊果酸和齐墩果酸含量的研究

谢颖¹, 吴春红², 谢宝金^{3*}

(1. 四川省第四人民医院 药剂科, 四川 成都 610016; 2. 四川省成都卫生学校附属医院 药剂科, 四川 成都 611830; 3. 四川省成都市制药十二厂 质检科, 四川 成都 610213)

山楂为蔷薇科植物山里红 *Crataegus pinnatifida* var. *major* N. E. Br. 或山楂 *C. pinnatifida* Bge., 野山楂 *C. cuneata* Sieb. et Zucc. 的干燥成熟果实。前者药材称“北山楂”, 后两者称“南山楂”。文献报道, 山楂含有熊果酸和齐墩果酸等多种有机酸^[1]。熊果酸和齐墩果酸是多种药材和制剂的质量控制指标, 因其紫外吸收为末端吸收, 目前多采用薄层扫描法经硫酸乙醇显色后对其进行定量, 但熊果酸和齐墩果酸在薄层板上不易分离, 且操作繁琐, 重现性差。笔者参考有关文献^[1, 2], 建立了基于蒸发光散射检测 (ELSD) 的 HPLC 法, 对山楂中熊果酸和齐墩果酸进行含量测定的研究

1 仪器与试剂

美国 Agilent 1100 型色谱仪, 美国 Alltech 2000 型蒸发光散射检测器。

山楂药材购自四川省中药材公司成都分公司, 经四川大学华西药学院植物化学教研室李正邦博士鉴定为北山楂。熊果酸和齐墩果酸对照品由中国药品生物制品检定所提供。水为重蒸水, 甲醇为色谱纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Alltima C₁₈ 色谱柱 (250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水 (87: 13); 体流量: 1 mL/min; 柱温: 25 °C; 漂移管温度: 70 °C; 气体流量: 2.0 L/min

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取熊果酸和齐墩果酸对照品适量, 用甲醇分别配制成含熊果酸 1.0 mg/mL, 含齐墩果酸 1.0 mg/mL 的对照品溶液, 及含熊果酸 0.5 mg/mL, 齐墩果酸 0.25 mg/mL 的对照品混合溶液。

2.3 供试品溶液的制备: 山楂果肉经 70 °C 干燥 1 h, 粉碎。精密称取 10 g, 加乙醚 250 mL, 置索氏提取器中提取至近无色, 将乙醚提取液抽滤后浓缩至干, 残渣用甲醇溶解, 转移至 25 mL 量瓶中, 用甲醇定容至刻度。

2.4 系统适用性试验: 按前述色谱条件, 分别吸取熊果酸对照品溶液、齐墩果酸对照品溶液、熊果酸和齐墩果酸对照品混合溶液、供试品溶液 10 μL, 进样, 记录色谱图, 结果见图 1。熊果酸保留时间为 24.3 min, 理论板数为 12 916; 齐墩果酸保留时间为 23.1 min, 理论板数为 11 283。两者分离良好, 分离度大于 1.5。

* 收稿日期: 2004-02-12

作者简介: 谢颖, 女, 江苏南京人, 主管药师, 长期从事医院药房工作。