

## 荆芥穗挥发油的质量标准研究

张丽, 曹丽诞, 孔铭, 丁安伟\*

(南京中医药大学, 江苏 南京 210029)

荆芥穗 *Spica Schizonepeta* 挥发油具有解表、清热解毒之功效, 是常用解表药的原料药<sup>[1]</sup>。其主要有效成分为胡薄荷酮等萜类化合物, 且质量分数超过 50%<sup>[2]</sup>。有报道采用 GC-MS 技术分析荆芥穗中挥发油成分<sup>[3]</sup>。本实验采用 TLC 法, 以胡薄荷酮和荆芥油为对照, 建立荆芥穗挥发油的薄层鉴别方法, 同时采用香草醛-高氯酸比色法建立荆芥穗挥发油中总萜类成分的测定方法。实验结果表明, 该法具有操作方便等特点, 可作为荆芥穗挥发油的质量控制方法。

### 1 仪器和试剂

UV2401 可见-紫外分光光度计(日本岛津公司); 752 紫外光栅分光光度计(上海第三分析仪器厂); FA1004 电子天平(上海天平仪器厂)。

胡薄荷酮对照品购自美国 Aldrich 公司(批号 10529PO, 质量分数 ≥ 98%)。荆芥油购自中国药品生物制品检定所(供鉴别用, 批号 1042-20001)。

荆芥穗挥发油: 取 3 批荆芥穗药材, 各自按《中国药典》2000 版一部挥发油测定法中的 A 法测定其挥发油的得率, 得其平均得率为 0.956%。提取后的挥发油加无水硫酸钠脱水。

薄层色谱用硅胶 G(青岛海洋化工厂); 甲醇为色谱纯。其余试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

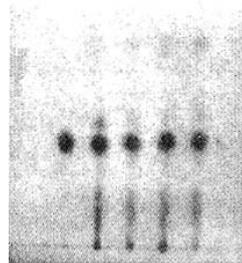
#### 2.1 薄层色谱定性鉴别

2.1.1 对照品溶液的制备: 取胡薄荷酮对照品适量, 加石油醚(60~90℃)制成 4 mg/mL 的溶液作为胡薄荷酮对照品溶液。取荆芥油对照品适量, 加石油醚(60~90℃)制成 5 mg/mL 的溶液作为荆芥油对照品溶液。

2.1.2 供试品溶液的制备: 取荆芥穗挥发油 50 mg, 置 10 mL 量瓶中, 加石油醚(60~90℃)溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.1.3 鉴别: 按薄层色谱法(《中国药典》2000 年版

一部附录)试验, 吸取荆芥穗挥发油供试品溶液、胡薄荷酮对照品溶液和荆芥油对照品溶液各 10 μL, 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(60~90℃)-醋酸乙酯(37:3)为展开剂, 展开, 展距 8 cm, 取出, 晾干, 喷以 1% 香草醛硫酸溶液, 在 90℃ 加热 5 min。供试品色谱中, 在与胡薄荷酮对照品和荆芥油对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。色谱图见图 1。



1-胡薄荷酮 2-荆芥挥发油  
3~5 荆芥穗挥发油

1-pulegone 2-volatile oil  
of *Spica Schizonepetae*  
3-5-volatile oil of  
*Spica Schizonepetae*

图 1 荆芥穗挥发油  
薄层色谱图

Fig. 1 TLC of volatile  
oil of *Spica  
Schizonepetae*

中, 加无水乙醇至刻度, 摇匀, 即得。

2.2.3 吸收波长的确定: 取对照品溶液和供试品溶液适量于具塞试管中, 加无水乙醇补足至 3 mL, 分别精密加入新配制的 5% 香草醛-冰醋酸溶液 1 mL, 高氯酸 2.5 mL, 摇匀, 置 70℃ 水浴中分别加热 15 min, 取出, 立即用流动水冷却 2 min, 精密加入冰醋酸 5 mL, 摇匀。以相应的试剂为空白, 于 400~700 nm 波长扫描, 由扫描结果确定测定波长为 538 nm。

2.2.4 标准曲线的绘制: 精密量取胡薄荷酮对照品

收稿日期: 2005-05-25

基金项目: “十五”国家攻关项目(2001BA701A11)

作者简介: 张丽(1971—), 女, 南京中医药大学药学院药物分析教研室副主任, 现在南京中医药大学攻读中药学博士, 主要研究方向为

中药炮制与质量控制。Tel: (025) 51998192

\* 通讯作者 丁安伟 Tel: (025) 51997178

溶液 0.0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL 于具塞试管中,加无水乙醇补足至 3 mL。分别精密加入新配制的 5%香草醛-冰醋酸溶液 1 mL,高氯酸 2.5 mL,摇匀,置 70 °C 水浴中分别加热 15 min,取出,立即用流动水冷却 2 min,精密加入冰醋酸 5 mL,摇匀。以第 1 份溶液为空白,于 538 nm 处测定吸光度值。以吸光度值  $Y$  为纵坐标,胡薄荷酮的量(mg) $X$  为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程: $Y = -0.0110 + 3.6597X$ ,  $r = 0.9992$ 。表明胡薄荷酮在 0.049 95~0.249 8 mg 与吸光度值呈良好的线性关系。

2.2.5 精密度试验:取含胡薄荷酮 0.099 90 mg/mL 对照品溶液 1.5 mL 显色后,连续测定 6 次,吸光度的 RSD 为 0.10%。

2.2.6 稳定性试验:精密量取批号为 20030427 供试品溶液 1.5 mL 于具塞试管中,按照“标准曲线的绘制”项下方法,自“加无水乙醇补足至 3 mL”起依法显色,每隔 20 min 测定吸光度值,共测 7 次。测定结果表明,供试品显色后溶液在 2 h 内稳定,吸光度值的 RSD 为 0.81%。

2.2.7 重现性试验:批号 20030427 同一批号荆芥穗挥发油,依法处理样品 6 份,依法测定,结果总萜类的平均质量分数为 71.70%,RSD 为 2.01%。

2.2.8 回收率试验:取批号 20030427 本品 0.15 g,共 6 份,精密称定,每份分别加入胡薄荷酮对照液(21.51 mg/mL) 5 mL,依法显色、测定,计算得总萜类成分平均回收率为 98.99%,RSD 为 2.71%。

2.2.9 样品测定:取荆芥穗挥发油,依法测定,结果见表 1。

表 1 荆芥穗挥发油中总萜类成分的测定结果 ( $n=3$ )

Table 1 Determination of terpenoids in volatile oil of *Spica Schizonepetae* ( $n=3$ )

批号	总萜类成分/%
20030427	71.59
20030428	72.32
20030429	74.30

### 3 讨论

在建立薄层色谱定性鉴别方法时,考虑到胡薄荷酮为荆芥穗挥发油中主要成分,但其专属性又不是很强的特点,增加荆芥油对照品为对照,可见,荆

芥穗挥发油与荆芥油对照品无明显差异。

具体操作时还应注意硅胶种类,若采用 H 板,则板面泡松,斑点易散;若采用 G 板,则因显色剂中有硫酸,故加热时间不宜太长,斑点显色即可,否则板面发黑,但若加热时间不够,则挥发油只显胡薄荷酮斑点,其他斑点不易显出。

荆芥穗挥发油作为常用解表药荆芥穗的有效部位,其质量控制方法既需有单一成分测定法,亦需有总量控制法。挥发油总量控制法常见的有水蒸气蒸馏法<sup>[4]</sup>和总成分测定法。其中水蒸气蒸馏法中样品用量很大,给以后制剂留样带来较大困难,故本实验建立的挥发油中总成分测定法可对以后采用该原料所制剂的质量控制提供借鉴。

对比色法中溶剂甲醇、无水乙醇、95%乙醇进行了考察,考察结果表明:甲醇的沸点很低,在水浴中加热易爆沸,给结果带来误差;95%乙醇中的水影响了显色剂的显色,使反应灵敏度降低,故最后选定无水乙醇为溶剂。

对比色法中显色条件的考察结果表明:显色剂用量:随着显色剂香草醛-冰醋酸溶液用量的增加,显色产物最大吸收波长增大,吸光度值增大,当加入 1 mL 5%香草醛-冰醋酸溶液反应已近完全,故选择加入 1 mL 5%香草醛-冰醋酸溶液;而对高氯酸用量的考察结果表明:当高氯酸的用量到 2.4 mL 时,反应趋于平缓,为取样方便,故选定加入高氯酸 2.5 mL。加热温度:随着温度升高,显色产物吸光度值增大,但高温易导致乙醇挥发,影响结果,故选定加热温度为 70 °C。加热时间:加热时间 15 min,显色产物较稳定,重复性好,因此选择加热时间为 15 min。

### References:

- [1] Bian R L, Yang Q H, Ren X Y, et al. Research on pharmacological effect of the volatile oil of *Schizonepeta tenuifolia* Briq. [J]. *J Zhejiang Med Univ* (浙江医科大学学报), 1981, 10 (5): 219.
- [2] Zhang L, Shan M Q, Kong M, et al. Determination of pulegone in *Spica Schizonepetae* by RP-HPLC [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2004, 35 (12): 1414-1415.
- [3] Yang Z Y, Yan C J, Zhang S J, et al. Research on chemical ingredients of the volatile oil of *Schizonepeta tenuifolia* Briq. *Spica* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1996, 27 (7): 397.
- [4] *Ch P* (中国药典) [S]. Vol 1. 2000.