

2.3 测定波长的选择:精密移取对照品储备液 1 mL 置于 5 mL 量瓶中,加甲醇稀释,得对照品溶液 (0.98 mg/mL)。在 3 mL 比色皿中加入新鲜配制的 Kedde 试剂 2 mL,再加入 1 mL 甲醇摇匀后作为空白,在另一 3 mL 比色皿中加入 2 mL Kedde 试剂,再加入 1 mL 对照品溶液或供试品溶液,摇匀,于紫外分光光度计上在 400~700 nm 波长进行扫描。结果供试品溶液与对照品溶液均在 534 nm 波长处有最大吸收,故确定测定波长为 534 nm。

2.4 线性关系考察:精密移取对照品储备液 100、200、400、600、800、1000 μ L 置于 5 mL 量瓶中,加甲醇稀释成 5 mL 的对照品系列溶液。在 3 mL 比色皿中加入新鲜配制的 Kedde 试剂 2 mL,再加入 1 mL 甲醇摇匀后为空白,在另一 3 mL 比色皿中加入 2 mL Kedde 试剂,再加入 1 mL 对照品溶液,摇匀后立即在 534 nm 波长处测定,并记录 3 min 内吸光度随时间的变化值,记录最大吸光度值,以最大吸光值为纵坐标,质量浓度为横坐标,绘制标准曲线,得线性回归方程为 $Y=0.3354 X$, $r=0.9998$,结果表明 squamocin 在 0.1~1.0 mg/mL 与吸光度呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验:精密移取对照品储备液 1 mL 5 份分别置于 5 mL 量瓶中,加甲醇稀释成 5 mL 溶液。依法显色后测定吸光度,结果 RSD 为 0.5%。

2.6 重现性试验:精密移取阿诺宁脂肪乳注射剂 5 mL,制备供试品溶液,共制备样品 5 份,依法分别测定吸光度,计算,结果 RSD 为 2.3%。

2.7 稳定性试验:移取对照品储备液,配置成质量浓度约为 0.6 mg/mL 的溶液,分别在 4、24、34 $^{\circ}$ C 下依法显色后测定,并记录 3 min 内吸光度随时间的变化值。结果表明,反应随温度的升高而加快,在 4~

34 $^{\circ}$ C,温度越高,最大吸光度值出现的越快。记录不同温度下最大吸光度,结果 RSD 为 2.9%,说明温度在 3 min 对测定结果影响不大。

2.8 加样回收率试验:精密吸取含番荔枝内酯 0.092 mg/mL 阿诺宁脂肪乳注射剂 5 mL (编号 040905) 5 份,加入 squamocin 对照品适量,制备供试品溶液,依法显色后测定吸光度,计算得平均回收率为 101.6%,RSD% 为 3.0 ($n=5$)。

2.9 样品测定:取阿诺宁脂肪乳注射剂 5 mL,制备供试品溶液,测定吸光度,代入线性回归方程,计算质量浓度,结果见表 1。

表 1 阿诺宁脂肪乳注射剂中总内酯的测定结果 ($n=3$)

Table 1 Determination of acetogenin in Annonia Injection ($n=3$)

样品编号	总内酯/(mg $\cdot$ mL) $^{-1}$	RSD/%
040905	0.092	1.8
050407	0.092	2.3

3 讨论

由于番荔枝内酯与 Kedde 试剂反应显色后只能维持一定的时间,温度对其反应速度有很大影响,通常在 24 $^{\circ}$ C 时,大约在 1 min 左右可达到最大吸收,2 min 后颜色开始渐渐退去,所以采用测试吸光度值随时间的变化,记录最大吸光度值,可以减少误差。在不同温度下,显色后到达最大吸收的时间不同,但最大吸光度值变化不大。

采用硅胶柱色谱分离纯化阿诺宁内酯,然后采用比色法测定内酯的总量,可以消除杂质干扰。

References:

- [1] Wei X Y, Xie H H, Wu S H, et al. Anti-cancer activity components and its preparation method [P]. CN: ZL01107594.5, 2004-03-18.
- [2] Xu R S, Ye Y, Zhao W M. Natural Product Chemistry (天然产物化学) [M]. Beijing: Science Press, 2004.
- [3] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2005.

木香炮制品中木香烃内酯和去氢木香内酯的 HPLC 测定

李 慧,陈宝田,翁立冬,刘 强*

(南方医科大学中医药学院,广东 广州 510515)

木香系菊科植物木香 *Aucklandia lappa* Decne. 的干燥根,味苦,性辛温,归脾、胃、大肠、胆、三焦经,具有行气止痛、消食健脾之功效。木香烃内酯

和去氢木香内酯是木香的主要活性成分之一。木香烃内酯具有利胆和抑制溃疡,抑制由 KCl 诱导的主动脉收缩^[1],诱导癌细胞凋亡的作用^[2]。木香的炮制

收稿日期:2006-12-31

作者简介:李 慧(1982—),女,山东省淄博市人,在读硕士。Tel:(020)62841816 E-mail:lihui36@fimmu.com

*通讯作者 刘 强 Tel:(020)61648264

方法有蒸制、酒制(酒泡)、煨制(面煨、纸煨、麸煨)和清炒等^[4],现在多用煨法和清炒法。本实验采用HPLC法测定木香生品及其不同炮制品中木香羟内酯和去氢木香内酯的变化,探讨其炮制机制。

1 材料与仪器

木香购于广东广弘药材有限公司,经南方医科大学中医药学院中药鉴定教研室陈兴兴鉴定为木香 *A. lappa* Decne. 的干燥根。木香羟内酯对照品(批号 111524-200503)和去氢木香内酯对照品(批号 111525-200505)由中国药品生物制品检定所提供。甲醇为色谱纯,其余试剂均为分析纯。

Agilent 1100 高效液相色谱仪(安捷伦科技有限公司),美国惠普 Hewlett Packard 8453 紫外检测器, BP110S 电子天平(德国 Sartorius 公司), SK1200H 超声波清洗器(上海科导超声仪器有限公司)。

2 方法与结果

2.1 木香炮制品的制备

2.1.1 清炒品的制备:取木香饮片 100 g,置锅中,文火炒至表面微黄色,取出放凉,得木香清炒品 92.5 g。

2.1.2 麸炒品的制备:锅预热后,撒入麸皮 15 g,炒至冒烟时投入饮片 100 g,炒至深黄色,筛去麸皮,放凉,得木香麸炒品 91.5 g。

2.1.3 麸煨品的制备:将麦麸 40 g 和木香 100 g 同置锅内,文火加热,适当翻动,至木香呈棕黄色时取出,筛去麦麸,放凉,得木香麸煨品 93.4 g。

2.1.4 面裹煨品的制备:取面粉适量加水适量,做成面团,压成薄片,将木香 100 g 逐个包裹,放入炒动灵活的滑石粉中煨制,待面皮呈焦黄时取出,剥去面皮,放凉,得木香面裹煨品 98.5 g。

2.1.5 纸煨品的制备:取未干燥的木香片 100 g,平铺于吸油纸上,一层木香一层纸,如此间隔平铺数层,上下用平坦木板夹住,以绳捆扎结实,使木香与吸油纸紧密接触,置 80℃ 烘干箱 2 h,取出,放凉得木香纸煨品 94.5 g。

2.2 木香羟内酯和去氢木香内酯的 HPLC 法测定

2.2.1 色谱条件^[4]:填充剂:十八烷基硅烷键合硅胶,流动相:甲醇-水(65:35),检测波长:225 nm。理论板数按木香羟内酯峰计算应不低于 3 000。

2.2.2 标准曲线的制备:精密称取木香羟内酯和去氢木香内酯各 0.5 mg,用甲醇溶解,定容至 5 mL。分别精密吸取 2、4、6、8、10、12、14、16、18、20 μ L,进样测定。以进样量对峰面积进行线性回归,得回归方程。木

香羟内酯: $A=1\ 888.127\ C-14.04$, $r=1.000$; 去氢木香内酯: $A=2\ 059.785\ C-22.393$, $r=1.000$ 。线性范围均为 0.2~2.0 μ g。

2.2.3 供试品溶液的制备:将生木香和各炮制品粉碎,过 4 号筛,各精密称取 0.3 g,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 50 mL,密塞,称定质量,放置过夜,超声处理 30 min,取出,放冷,再称定质量,用甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.2.4 精密度试验:精密吸取木香羟内酯和去氢木香内酯对照品溶液,重复进样 5 次,每次 10 μ L,测定峰面积,计算得其 RSD 分别为 0.72% 和 0.76%。

2.2.5 重现性试验:精密称取 5 份木香清炒品 0.3 g,制备供试品溶液,进样测定峰面积,计算质量分数,结果木香羟内酯和去氢木香内酯的 RSD 分别为 1.24% 和 1.26%。

2.2.6 稳定性试验:木香生品供试品溶液于 0、4、8、12、24 h 分别进样 10 μ L 测定,计算质量分数,结果木香羟内酯和去氢木香内酯在 24 h 内基本稳定, RSD 分别为 1.36% 和 1.44%。

2.2.7 加样回收率试验:精密称取木香清炒品 0.3 g,各 5 份,加入 10 mL 木香羟内酯和去氢木香内酯对照品溶液,混匀,制备供试品溶液,进样测定,计算,结果平均回收率分别为 100.2% 和 100.4%, RSD 分别为 0.88% 和 0.92%。

2.2.8 样品测定结果:分别吸取木香生品、清炒品、麸炒品、麸煨品、面裹煨品、纸煨品供试品溶液和对照品溶液各 10 μ L,注入高效液相色谱仪,进样测定,计算样品中木香羟内酯和去氢木香内酯的质量分数,结果见表 1,色谱图见图 1。结果显示,木香不同炮制品中的木香羟内酯与生品相比依次为:生品>麸煨品=清炒品>麸炒品>纸煨品>面裹煨品,去氢木香内酯依次为:麸煨>清炒>纸煨>麸炒>面裹煨>生品。

表 1 不同木香炮制品中木香羟内酯和去氢木香内酯的测定结果($n=5$)

Table 1 Determination of costunolide and dehydrocostus lactone in various processed products of *Radix Aucklandiae* ($n=5$)

样品	木香羟内酯/%	RSD%	去氢木香内酯/%	RSD%
生品	1.04	1.14	0.66	1.18
清炒	0.98	1.24	0.98	1.26
麸炒	0.92	0.62	0.90	0.72
麸煨	0.98	0.64	1.00	0.66
面裹	0.74	0.78	0.76	0.74
纸煨	0.84	0.80	0.94	0.82

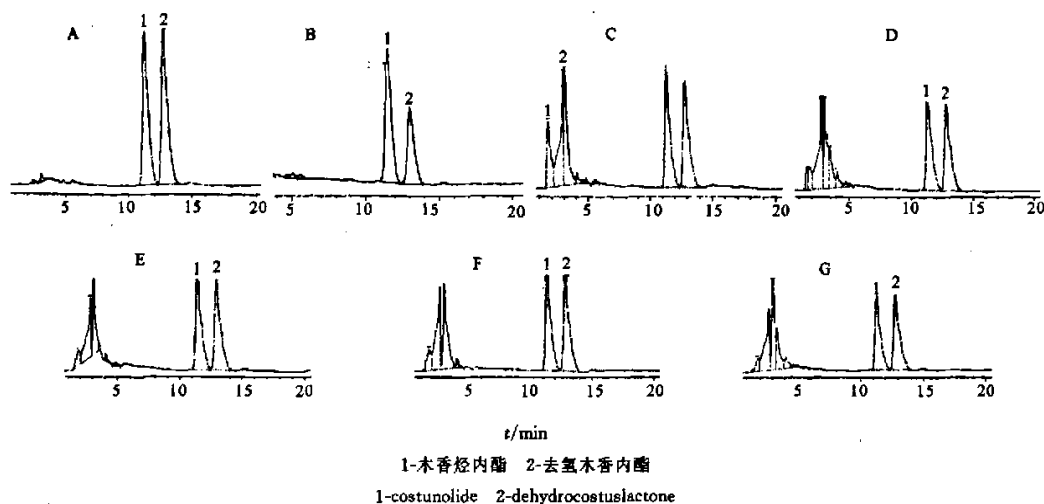


图1 混合对照品(A)、木香生品(B)、木香清炒品(C)、麸炒品(D)、麸煨品(E)、面煨品(F)和纸煨品(G)的HPLC图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of mixed reference substances (A), crude *Radix Aucklandiae* (B), fried *Radix Aucklandiae* without adding anything (C), fried *Radix Aucklandiae* by bran (D), roasting *Radix Aucklandiae* by bran (E), roasting *Radix Aucklandiae* in flour (F), and roasting *Radix Aucklandiae* in paper (G)

3 讨论

木香不同炮制品中木香烯内酯的量均有降低,而去氢木香内酯的量均有提高,原因可能是炮制后有其他物质和木香烯内酯部分转化为去氢木香内酯,这有待进一步研究的证实。不同炮制方法对木香中木香烯内酯和去氢木香内酯的量有一定影响,这对阐述木香的炮制理论有一定意义。

从目前的研究情况看,去氢木香内酯可能是木香起实肠止泻作用的主要有效成分,可通过炮制,提

高其量,以用于泄泻腹痛的治疗。

References:

- [1] Jiangsu New Medical College. *Dictionary of Chinese Materia Medica* (中药大辞典) [M]. Shanghai, Shanghai People's Publishing House, 1977.
- [2] Nakaya K. Basic studies for the development of anticancer, antidementia, and taste modifier drugs [J]. *Yakugaku Zasshi*, 2004, 7: 371-396.
- [3] Gong Q F. *Chinese Materia Medica Preparation* (中药炮制学) [M]. Beijing, China Press of Traditional Chinese Medicine, 1994.
- [4] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2005.

GC 法测定荆连软胶囊中胡薄荷酮和 β -蒎烯

杨 威¹, 周春玲^{2*}, 勾大卉³, 李庆民²

(1. 丹东市药品检验所, 辽宁 丹东 118000; 2. 辽宁省药品检验所, 辽宁 沈阳 110023;

3. 锦州鑫汇医药科技开发有限公司, 辽宁 锦州 121000)

荆连软胶囊由荆芥油、连翘油与大豆油组成,具有疏散风热、清热解毒、消肿利咽的功效,用以治疗风热感冒和急性咽炎等症。方中荆芥油来源于唇形科植物荆芥 *Schizonepeta tenuifolia* Briq. 的干燥地上部分或全草提取的挥发油,其中主要成分为胡薄荷酮^[1]。荆芥油具有明显的镇静、镇痛、抗炎、止血、抗过敏、解痉、平喘、祛痰的功效^[2]。连翘为木犀科植

物连翘 *Forsythia suspensa* (Thunb.) Vahl 的干燥果实,连翘油为连翘中的挥发油,其中主要成分为 β -蒎烯^[3,4],具有抗真菌和抗病毒作用^[5]。本实验经过反复摸索,采用毛细管气相色谱程序升温法测定胡薄荷酮和 β -蒎烯,获得了良好的分离度。

1 仪器与试药

Agilent Technologies 6890N 气相色谱仪,附工

木香炮制品中木香烃内酯和去氢木香内酯的HPLC测定

作者：[李慧](#)，[陈宝田](#)，[翁立冬](#)，[刘强](#)
作者单位：[南方医科大学中医药学院, 广东, 广州, 510515](#)
刊名：[中草药](#) [ISTIC](#) [PKU](#)
英文刊名：[CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年，卷(期)：2007, 38 (11)
被引用次数：8次

参考文献(4条)

1. [Jiangsu New Medical College](#) [中药大辞典](#) 1977
2. [Nakaya K](#) [Basic studies for the development of anticancer, antimentia, and taste modifier drugs](#) 2004
3. [Gong Q F](#) [中药炮制学](#) 1994
4. [中华人民共和国药典\(一部\)](#) 2005

本文读者也读过(10条)

1. [赵小民](#), [殷高彬](#), [ZHAO Xiao-ming](#), [YIN Gao-bin](#) [不同产地木香中木香烃内酯和去氢木香内酯的HPLC测定](#) [期刊论文] - [安徽医药](#) 2009, 13 (6)
2. [何之源](#), [付大友](#), [王海容](#), [杨胜丹](#), [谭文渊](#), [HE Zhi-yuan](#), [FU Da-you](#), [WANG Hai-rong](#), [YANG Sheng-dan](#), [TAN Wen-yuan](#) [微波法提取川木香中的木香烃内酯和去氢木香内酯的研究](#) [期刊论文] - [应用化工](#) 2009, 38 (6)
3. [刘俊红](#), [李棣华](#), [伍孝先](#), [LIU Jun-hong](#), [LI Di-hua](#), [WU Xiao-xian](#) [微波辅助提取木香有效成分的研究](#) [期刊论文] - [中国实验方剂学杂志](#) 2010, 16 (11)
4. [李慧](#), [陈宝田](#), [刘莉](#), [刘强](#), [LI Hui](#), [CHEN Bao-tian](#), [LIU Li](#), [LIU Qiang](#) [HPLC法测定抱龙丸中木香烃内酯及去氢木香内酯的含量](#) [期刊论文] - [中国实验方剂学杂志](#) 2008, 14 (12)
5. [李泽友](#), [潘扬](#), [丁岗](#) [木香药材中木香烃内酯和去氢木香内酯的定性和定量研究](#) [期刊论文] - [时珍国医国药](#) 2004, 15 (11)
6. [王永兵](#), [王强](#), [毛福林](#), [张玉凤](#), [黄芳](#), [窦昌贵](#) [木香的药效学研究](#) [期刊论文] - [中国药科大学学报](#) 2001, 32 (2)
7. [刘俊红](#), [李棣华](#), [伍孝先](#) [提取木香中木香烃内酯及去氢木香内酯影响因素的初步研究](#) [期刊论文] - [时珍国医国药](#) 2009, 20 (12)
8. [徐宇](#), [方鲁延](#), [谈红](#), [孟莉](#) [HPLC法测定木香中去氢木香内酯的含量](#) [期刊论文] - [中草药](#) 2004, 35 (12)
9. [孙全明](#), [朱朝德](#), [李春雨](#), [SUN Quan-ming](#), [ZHU Chao-de](#), [LI Chun-yu](#) [HPLC测定木香顺气丸中的4种有效成分](#) [期刊论文] - [华西药理学杂志](#) 2008, 23 (2)
10. [宋粉云](#), [梁从庆](#), [毋福海](#), [钟兆健](#) [拈痛丸中木香烃内酯与去氢木香内酯含量的HPLC法测定](#) [期刊论文] - [中药材](#) 2007, 30 (8)

引证文献(8条)

1. [战宏利](#), [许枏](#) [木香麸煨前后化学成分变化研究](#) [期刊论文] - [中成药](#) 2010 (1)
2. [刘晓哲](#) [HPLC法同时测定香砂六君丸中3种成分](#) [期刊论文] - [中成药](#) 2013 (6)
3. [赖增发](#), [姜建伟](#) [一测多评法测定香砂六君丸中木香内酯类成分](#) [期刊论文] - [中国药师](#) 2013 (11)
4. [王瑞芬](#) [HPLC法测定麻仁润肠丸中木香烃内酯和去氢木香内酯的含量](#) [期刊论文] - [中国药事](#) 2011 (7)
5. [夏丽珍](#), [李春娇](#), [赖增发](#) [“一测多评”测定木香中木香烃内酯和去氢木香内酯的含量](#) [期刊论文] - [福建中医药](#) 2013 (3)
6. [魏华](#) [彭勇](#), [马国需](#), [许利嘉](#), [肖培根](#) [木香有效成分及药理作用研究进展](#) [期刊论文] - [中草药](#) 2012 (3)

7. [王绪颖](#), [贾晓斌](#), [陈彦](#) [木香类药材的研究进展](#)[期刊论文]-[中药材](#) 2010(1)
8. [丁晓菊](#), [赵云丽](#), [高晓霞](#), [唐倩](#), [李琳](#), [于治国](#) [高效液相色谱法同时测定厚朴温中胶囊中的7种有效成分](#)[期刊论文]-[色谱](#) 2009(1)

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200711022.aspx