

质。因此建议:播种前搞好种子精选,成熟度好的种子催芽时间也不要超过7 d,催芽开始后7 d为止不发芽的种子,想办法筛选掉。

References:

- [1] Liu D J, Feng W X. *Platycodon grandiflorum* (Jacq.) A. DC. [M]. Beijing: China Press of Traditional Chinese Medicine, 2001.
- [2] Shu L, Gao S L. Research progress of *Platycodon grandiflorum* (Jacq.) A. DC. [J]. *Chin Wild Plant Res* (中国野生植物资源), 2001, 20(2): 4-6.
- [3] Zhao M, Yu L H. GAP and cultivation of genuine medicinal plants [M]. Haerbin: Northeast Forestry University, 2002.
- [4] Sun L N, Yan Y Z, Wu J R, et al. Quality analysis of *Platycodon grandiflorum* (Jacq.) A. DC. seed in market [J]. *Chin Seed Indus* (中国种业), 2005, 12: 47-48.
- [5] Huang J Z, Qiu M Z, Fu J R, et al. Effect of storage conditions on germination rate of *Leonurus artemisia*, *Platycodon grandiflorum* and *Atractylodes macrocephala* seeds [J]. *J Trop Subtrop Bot* (热带亚热带植物学报), 2000, 8(4): 365-368.

GC-MS 法测定 12 个产地辛夷挥发油中 1,8-桉叶素

杨 柳,李艳福,何 娟*,刘德仓,高会云,程 杰

(河南工业大学化学化工学院,河南 郑州 450052)

辛夷为木兰科植物望春花 *Magnolia biondii* Pamp.、玉兰 *M. denudata* Desr. 或武当玉兰 *M. sprengeri* Pamp. 的干燥花蕾^[1],产于四川、湖北、湖南、河北、河南、陕西、甘肃等地。辛夷既是名贵的中药材,具有散风寒、通鼻窍的功能,用于风寒头痛、鼻塞、鼻渊、鼻流涕等症,又是很好的香料,提取的精油能用于食用香精、烟用香精和日化香精的生产。辛夷的药用及香用有效成分均为其所含的挥发油^[2]。其主要化学成分有 1,8-桉叶素、香桉烯、蒎烯等^[3],目前,对辛夷的研究主要包括其化学成分以及药理作用方面的研究^[4],徐丽华等^[5]采用 HPLC 法测定辛夷中木兰脂素的量,对于桉叶素定量测定尚未见报道,笔者采用气相色谱-质谱(GC-MS)外标法对辛夷挥发油中的主要化学成分 1,8-桉叶素进行了定量测定研究。试验结果表明,该方法简便、准确,对评价其质量有重要意义,为辛夷药材质量标准研究奠定基础。

1 材料

HP6890/5973 型气相色谱-质谱联用仪(GC-MS),美国 Agilent 公司。

1,8-桉叶素对照品(质量分数≥99.9%),购自上海友思生物技术有限公司,批号 050107。乙醚,无水乙醇为分析纯,样品由南阳市药品鉴定所鉴定并提供,共 12 种(见表 1)。

2 方法及结果

2.1 色谱条件:石英弹性毛细管柱 HP-5(30 m×

表 1 辛夷来源及采收期

Table 1 Source and collecting time of sample

批次	采收时间	来源	批次	采收时间	来源
1	2006-02	南召	7	2005-02	云阳皇后
2	2005-03	南召	8	2005-03	河南西峡
3	2004-02	南召	9	2005-03	河南大毛桃
4	2006-03	河南镇平	10	2006-02	市售 1#
5	2005-02	河南云阳镇	11	2006-02	市售 2#
6	2006-03	湖北玉峰	12	2006-02	市售 3#

0.25 mm×0.25 μm),载气:氮气,载气流量:1.0 mL/min。升温程序:60 ℃保持 4 min;以 1.5 ℃/min 升至 73 ℃,保持 1 min;再以 0.5 ℃/min 升至 74 ℃,保持 2.5 min;又以 2 ℃/min 升至 80 ℃,保持 5 min;又以 10 ℃/min 升至 140 ℃,保持 1 min;又以 1 ℃/min 升至 160 ℃,保持 1 min;再以 5 ℃/min 升至 170 ℃。进样口温度:240 ℃;分流比为 80:1;离子源:EI(70 eV);离子源温度:230 ℃;EI 电压:1 871 MV;质量范围:10~700 amu;溶剂延迟:3 min;进样量:1 μL。保留时间为 11.46 min,色谱图见图 1。

2.2 对照品溶液配制:精密称取 1,8-桉叶素对照品 0.009 8 g 于 10 mL 量瓶中,以无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,作为 1,8-桉叶素对照品储备溶液。按一定比例分别配制为 61.25、122.5、245、490、980 μg/mL 溶液,用无水乙醇定容,待测。

2.3 供试品溶液制备:取样品,粉碎,各称取 30 g,按《中国药典》2005 年版一部附录挥发油测定法测定,经无水硫酸钠干燥、滤过后,以无水乙醇定容至 1 mL,稀释 1 000 倍,作为供试品溶液,待测。

收稿日期:2007-02-16

基金项目:郑州市科技攻关计划项目(064SGDG25127-8);河南工业大学博士基金

作者简介:杨柳(1983—),女,在读硕士,从事药物及食品分析检测工作。E-mail:yangliu@haut.edu.cn

*通讯作者 何 娟

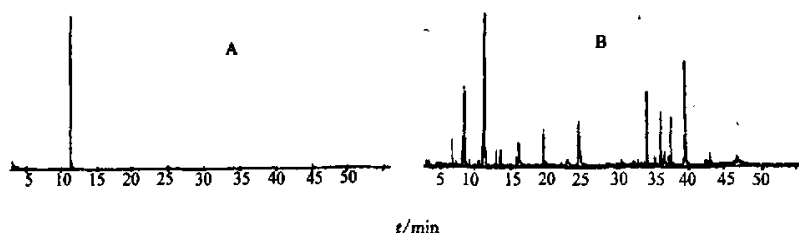


图1 1,8-桉叶素(A)和辛夷样品(B)色谱图

Fig. 1 GC-MS Chromatogram of 1,8-eucalyptol (A) and *Flos Magnoliae* sample (B)

2.4 线性关系考察:按上述仪器条件将已配制好的系列对照品溶液各进样1 μL ,进行测定。以1,8-桉叶素峰面积积分值(Y)对1,8-桉叶素进样量(X)进行回归分析,得回归方程: $Y=6\,790.8X-392\,936$, $r=0.998$,表明1,8-桉叶素在61.25~980 $\mu\text{g/mL}$ 线性关系良好。

2.5 精密度试验:取对照品溶液,连续重复进样5次,1,8-桉叶素峰面积的RSD为1.43%。

2.6 重现性试验:精密称取同一批样品5份,各约30 g,按2.3项下方法制备溶液后测定,1,8-桉叶素的质量分数为11.87%,RSD为2.1%。

2.7 稳定性试验:取供试样品溶液,在12 h内每隔3 h进样1次,每次1 μL ,测得1,8-桉叶素峰面积的RSD为1.11%,说明供试品溶液在12 h内是稳定的。

2.8 样品测定:精密吸取供试品溶液1 μL ,注入GC-MS联用色谱仪,依法测定,以外标法计算各样品中1,8-桉叶素的量,结果见表2。

表2 12产地辛夷挥发油中1,8-桉叶素($n=5$)Table 2 Content of 1,8-eucalyptol in essential oil of *Flos Magnoliae* from 12 habitats ($n=5$)

序号	1,8-桉叶素/ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	RSD/%	序号	1,8-桉叶素/ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	RSD/%
1	5.866	1.13	7	12.189	1.74
2	2.903	0.85	8	4.511	1.25
3	4.041	2.03	9	4.334	0.75
4	8.034	1.86	10	3.203	1.24
5	16.739	1.57	11	2.516	2.13
6	5.191	0.93	12	6.123	2.54

3 讨论

3.1 指标成分的选择:辛夷挥发油的成分比较复杂,含有1,8-桉叶素、香桉烯、蒎烯等,可作为定量测定的成分较多,选择1,8-桉叶素作为指标成分,主要是由1,8-桉叶素具有刺激、清凉和抗炎作用,量相对较高,与辛夷的功效密切相关,且其为挥发性成分,生产储存过程中容易损失,故控制它的量具有实际意义。

3.2 浸泡时间的确定:取同一产地的辛夷供试品约

30 g,精密称定,按《中国药典》2005年版一部附录挥发油测定法测定其出油率。

结果浸泡只能起到水散的作用,而辛夷精油易挥发,所以浸泡时间不宜过长,24 h以后出油率变化不大,选24 h为宜,与文献结果一致。

3.3 色谱条件的确定:色谱条件为60 $^{\circ}\text{C}$ 保持5 min,3 $^{\circ}\text{C/min}$ 升至80 $^{\circ}\text{C}$,保持5 min;以10 $^{\circ}\text{C/min}$ 升至140 $^{\circ}\text{C}$,保持1 min;再以2 $^{\circ}\text{C/min}$ 升至170 $^{\circ}\text{C}$,保持1 min;又以10 $^{\circ}\text{C/min}$ 升至230 $^{\circ}\text{C}$,保持1 min。可见峰分离得较差,从0~15 min,40~45 min,各组分峰之间排列紧密,尤其是保留时间在11.46 min 1,8-桉叶素峰,存在两个峰并未完全分离,170 $^{\circ}\text{C}$ 以后基本上没有物质分离出来,通过对升温程序的一系列调整,确定2.1所示色谱条件,可见出峰比较均匀,同时把两个峰分离开来。因此,将其确定为优化色谱条件。

通过对标样1,8-桉叶素线性关系考察试验和精密度试验的结果分析,1,8-桉叶素保留时间的RSD和峰面积的RSD都十分小,说明建立以1,8-桉叶素为标样的外标法是一种十分有效合理的测定辛夷成分的方法。可作为辛夷中的1,8-桉叶素的质量控制方法。

References:

- [1] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2005.
- [2] Cheng Z H, Gong C H, Jin B, et al. GC-MS of supercritical CO_2 extraction from *Flos Magnoliae* [J]. *China Food Addit* (中国食品添加剂), 2003(2): 109-111.
- [3] Wu W Z. GC-MS Analysis of chemical components in essential oil from *Flos Magnoliae* [J]. *J Chin Med Mater* (中药材), 2000, 23(9): 538-541.
- [4] Yu P M, Tian Z Y, Xu Q T, et al. New development of *Flos Magnoliae* [J]. *Lishizhen Med Mater Med Res* (时珍国医国药), 2005, 16(7): 652-653.
- [5] Xu L H, Cui B G, Yu Z Y. RP-HPLC Determination of magnolin and fargesin in *Flos Magnoliae* [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 2003, 23(6): 426-427.
- [6] Yin X Z, Li X, Li S H, et al. Study on extracting oil condition of Xinyi by steam distillation and its application in tobacco flavoring [J]. *J Zhengzhou Inst Light Indust; Nat Sci* (郑州轻工业学院学报:自然科学版), 2003, 18(4): 65-67.

GC-MS法测定12个产地辛夷挥发油中1, 8-桉叶素

作者：[杨柳](#), [李艳福](#), [何娟](#), [刘德仓](#), [高会云](#), [程杰](#)
作者单位：[河南工业大学化学化工学院, 河南, 郑州, 450052](#)
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: 3次

参考文献(6条)

1. [中华人民共和国药典\(二部\)](#) 2005
2. [Cheng Z H;Gong C H;Jin B](#) GC-MS of supercritical CO2 extraction from Flos Magnoliae[期刊论文]-[中国食品添加剂](#) 2003(02)
3. [Wu W Z](#) GC-MS Analysis of chemical components in essential oil from Flos Magnoliae[期刊论文]-[中药材](#) 2000(09)
4. [Yu P M;Tian Z Y;Xu Q T](#) New development of Flos Magnoliae[期刊论文]-[时珍国医国药](#) 2005(07)
5. [Xu L H;Cui B G;Yu Z Y](#) RP-HPLC Determination of magnolin and fargesin in Flos Magnoliae[期刊论文]-[药物分析杂志](#) 2003(06)
6. [Yin X Z;Li X;Li S H](#) Study on extracting oil condition of Xinyi by steam distillation and its application in tobacco flavoring[期刊论文]-[郑州轻工业学院学报\(自然科学版\)](#) 2003(04)

本文读者也读过(10条)

1. [唐熙](#), [TANG Xi](#) 花冠表面角质层对生药辛夷鉴定的意义[期刊论文]-[福建教育学院学报](#)2006, 7(4)
2. [于宗渊](#), [张希林](#), [刘青](#), [苏本正](#) HPLC法测定望春花花蕾中辛夷脂素的含量[期刊论文]-[中药材](#)2005, 28(10)
3. [傅大立](#), [赵东欣](#), [孙金花](#), [杜兰英](#) 辛夷挥发油含量及良种选育指标研究[期刊论文]-[河南农业大学学报](#)2004, 38(2)
4. [王兴宁](#), [张明时](#), [夏品华](#), [杨琼](#), [WANG Xing-ning](#), [ZHAGN Ming-shi](#), [XIA Pin-hua](#), [YANG Qiong](#) 毛细管气相色谱法测定辛夷药材中桉油精含量[期刊论文]-[时珍国医国药](#)2008, 19(1)
5. [马逾英](#), [马羚](#), [詹珂](#) 不同来源及加工方法的辛夷挥发油气相色谱-质谱联用分析[期刊论文]-[四川中医](#)2005, 23(7)
6. [王红霞](#), [陈随清](#), [王晓旭](#) 辛夷药材望春花不同栽培品种的鉴别[会议论文]-2009
7. [王文魁](#), [沈映君](#), [齐云](#), [Wang Wenkui](#), [Shen Yingjun](#), [Qi Yun](#) 辛夷油药效学初探[期刊论文]-[山西医药杂志](#) 2000, 29(3)
8. [黄从善](#), [HUANG Congshan](#) 辛夷挥发油类成分气相色谱-质谱仪指纹图谱研究[期刊论文]-[湖北中医学院学报](#) 2008, 10(3)
9. [赵东欣](#), [卢奎](#), [ZHAO Dong-xin](#), [LU Kui](#) 两产地伊丽莎白玉兰的辛夷挥发油化学成分[期刊论文]-[信阳师范学院学报\(自然科学版\)](#)2010, 23(1)
10. [何娟](#), [杨柳](#), [李艳福](#), [高会云](#), [刘德仓](#), [卢奎](#), [HE Juan](#), [YANG Liu](#), [LI Yan-fu](#), [GAO Hui-yun](#), [LIU De-tang](#), [LU Kui](#) 中药材辛夷挥发油GC-MS指纹图谱的建立[期刊论文]-[分析测试学报](#)2008, 27(4)

引证文献(3条)

1. [杨青山](#), [周建理](#) 中药辛夷的生药学研究概况[期刊论文]-[安徽中医学院学报](#) 2010(5)
2. [王祥培](#), [许乔](#), [许士娜](#), [李雨生](#), [吴红梅](#) 山木通挥发油成分的气相色谱-质谱联用分析[期刊论文]-[时珍国医国药](#) 2011(3)
3. [刘星](#), [单杨](#) 辛夷的提取、应用及其品质评价研究进展[期刊论文]-[食品工业科技](#) 2011(11)

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200711045.aspx