

GC 法测定苍术药材中苍术素及苍术酮

谢友良, 李卓明, 黄鸣清, 苏子仁*, 赖小平

(广州中医药大学, 广东 广州 510405)

苍术为菊科植物茅苍术 *Atractylodes lancea* (Thunb.) DC. 或北苍术 *A. chinensis* (DC.) Koidz. 的干燥根茎, 具有燥湿健脾、祛风散寒、明目、解郁辟秽之功, 用于脘腹胀满、泄泻、水肿、脚气痿痹、风湿痹痛、风寒感冒、夜盲、疟疾等^[1]。药理研究表明, 苍术有抑制溃疡、利胆、抑制小肠蠕动等作用, 还能保肝、降血糖、抗菌、抗病毒。但苍术药材的质量标准研究薄弱, 《中国药典》仅有苍术素的薄层鉴别, 而无明确的定量分析标准。针对挥发油的分析较多, 而对于其有效成分苍术素、苍术酮的定量分析较少^[2~4]。本实验以苍术素和苍术酮为指标, 采用毛细管气相色谱法建立了苍术中有效成分苍术素和苍术酮的定量测定方法, 为苍术的质量标准研究提供了依据。

1 仪器与试药

1.1 仪器: Varian 3900 气相色谱仪 (Chromatography Workstation Version 6.00 数据处理系统), 超声波清洗机 (SB-5200, 宁波新芝电器研究所), 十万分之一分析天平 (Sartorius CP225D)。

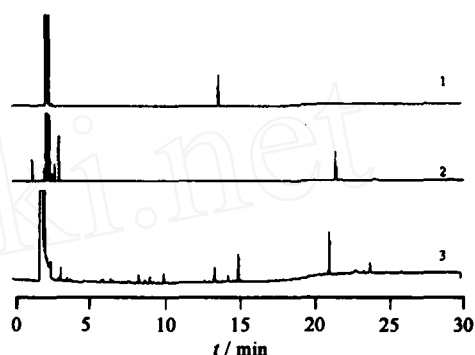
1.2 试药: 苍术素、苍术酮均由广州中医药大学新药开发研究中心提供, 经 GC 检测为单一成分, 其质量分数达 98% 以上; 氮气、氢气和空气均为色谱纯, 购自广州气体厂有限公司; 其余试剂均为分析纯。苍术药材购自清平药市, 经广州中医药大学新药中心陈建南研究员鉴定, 分别为北苍术 (东北、内蒙、陕西产) 和南苍术 (江苏产), 白术油、苍术油由广州市合诚三先生物科技有限公司提供, 为超临界二氧化碳萃取产物。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: 美国 Phenomenex 公司 ZB-YAX 毛细管柱 (30 m × 0.25 mm, 0.25 μm), 固定液二甲硅氧烷, 涂布浓度为 100%; 载气为高纯氮气 (25 mL/min); 检测器: FID, 氢气: 30 mL/min, 空气: 300 mL/min, 检测器温度为 250 °C; 进样口温

度: 210 °C, 分流进样, 分流比为 20:1。程序升温: 从 70 °C 开始以 15 °C/min 上升至 145 °C 并保持 4 min, 之后以 20 °C/min 上升至 190 °C 保持 5 min, 再以 10 °C/min 上升至 230 °C 保持 10 min。

在该色谱条件下, 苍术素、苍术酮与其他成分能够较好地分离, 阴性对照无干扰, 结果见图 1。



1-苍术酮 2-苍术素 3-苍术药材
1-atractylone 2-atractylodin 3-Rhizoma Atractylodis

图 1 GC 图谱

Fig. 1 GC Chromatogram

2.2 线性范围的考察及标准曲线的绘制: 精密称取对照品苍术素适量, 用正己烷溶解定容, 制成质量浓度为 0.970 mg/mL 的对照品溶液, 分别精密吸取对照品溶液 0.25、0.5、1、1.5、2、3 mL 置 10 mL 量瓶中, 加正己烷定容至刻度, 制成不同质量浓度的对照品溶液。按上述色谱条件测定, 进样量为 1 μL, 以进样量 (X) 对峰面积 (Y) 进行回归, 得标准曲线方程 $Y = 186\,689 X - 92.653$, $r = 0.9997$ 。

精密称取对照品苍术酮适量, 用正己烷溶解定容, 制成质量浓度为 1.233 mg/mL 的对照品溶液, 分别精密吸取对照品溶液 0.1、0.3、0.5、0.7、1.0、2.0 mL 置 10 mL 量瓶中, 加正己烷定容至刻度, 制成不同质量浓度的对照品溶液。按上述色谱条件测定, 进样量为 2 μL, 以进样量 (X) 对峰面积 (Y) 进行回归, 得标准曲线方程 $Y = 181\,449 X - 806.88$, $r = 0.9994$ 。

收稿日期: 2007-07-15

作者简介: 谢友良 (1977—), 男, 湖南耒阳人, 广州中医药大学 2008 届博士研究生, 研究方向为中药新药筛选与研发。

Tel: (020) 39358183 E-mail: xiey1101@yahoo.com.cn

* 通讯作者 苏子仁 Tel: (020) 36585814 E-mail: suziren@gzhtcm.edu.cn

结果表明,苍术素、苍术酮分别在 0.024~0.291 μg 、0.025~0.493 μg 线性良好。

2.3 供试品溶液的制备:取苍术干燥药材,粉碎成粗粉,取药材粉末约 0.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,准确加入正己烷 50 mL,称定质量,超声处理 30 min,取出放冷,称定质量,以正己烷补足损失的质量,滤过,取续滤液以 0.45 μm 的微孔滤膜滤过,取续滤液,即得供试品溶液。

2.4 精密度试验:取对照品溶液,连续进样 6 次,测定结果苍术素峰面积的 RSD 为 2.07% ($n=6$);苍术酮峰面积的 RSD 为 1.95% ($n=6$)。

2.5 稳定性试验:取同一份供试品溶液,分别于 0、1、2、4、6、8 h 进样 2 μL ,测定,结果苍术素峰面积 RSD 为 2.08% ($n=6$);苍术酮峰面积的 RSD 为 1.77% ($n=6$)。表明供试品溶液在放置 8 h 内稳定。

2.6 重现性试验:取苍术粗粉 0.5 g,共 6 份,精密称定,分别制备供试品溶液,依法测定,结果含苍术素为 4.73 mg/g, RSD 为 1.17% ($n=6$);含苍术酮为 1.45 mg/g, RSD 为 1.31% ($n=6$)。

2.7 加样回收率试验:取已知测定量的同一批药粉 6 份,每份约 0.25 g,精密称定,分别加入 0.798 mg/mL 苍术素、0.246 6 mg/mL 苍术酮对照品溶液各 1.5 mL,依法操作制备供试品溶液,测定峰面积,计算回收率。结果苍术素的平均回收率为 99.37%, RSD 为 2.03%,苍术酮的平均回收率为 98.14%, RSD 为 1.78%。表明本方法准确可靠。

2.8 样品测定:按拟订的方法,分别测定 4 批不同产地的苍术药材及苍术油、白术油中苍术素和苍术酮的量,结果见表 1。

3 讨论

试验中所用白术油因苍术酮量较高,供试品制

表 1 苍术药材中苍术素和苍术酮测定结果 ($\bar{x} \pm s$, $n=3$)

Table 1 Determination of atractylodin and atractylone in *Rhizoma Atractylodis* ($\bar{x} \pm s$, $n=3$)

产地	苍术素		苍术酮	
	质量分数/($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	RSD/%	质量分数/($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	RSD/%
东北	4.728 $\pm$ 0.055	1.17	1.448 $\pm$ 0.019	1.31
内蒙	3.406 $\pm$ 0.042	1.23	—	—
陕西	2.781 $\pm$ 0.056	2.02	0.560 $\pm$ 0.013	2.37
江苏	3.356 $\pm$ 0.071	2.12	0.422 $\pm$ 0.010	2.37
白术油	—	—	98.930 $\pm$ 1.943	1.96
苍术油	0.495 $\pm$ 0.010	2.02	—	—

备方法采用正己烷超声提取,再稀释 10 倍后进样测定;苍术油则用 10 mL 正己烷超声提取制备供试液。

采用本实验建立的苍术素和苍术酮的定量测定方法,方法简单、可靠,易于操作,重现性好,在避光条件下稳定性好。苍术素、苍术酮均为苍术的有效成分,苍术酮为倍半萜类成分,具有健脾保肝的功效^[5,6],对应激性溃疡有较强的预防效果^[7],考虑以苍术素和苍术酮为指标,建立其定量测定方法。但苍术酮熔点很低,其性质不稳定,苍术素在光照下也不稳定。因此,控制苍术药材质量的量化指标尚需进一步研究,本实验所建立的方法可作为苍术药材质量研究的参考。

References:

- [1] 中国药典[S]. 一部. 2005.
- [2] 闫雪生,刘青. 苍术挥发油中 β -桉叶醇的含量测定[J]. 中成药, 2004, 26(5): 414-415.
- [3] 欧阳耀,杨凌,宿树兰,等. 茅苍术挥发油的气相色谱-质谱指纹图谱研究[J]. 药学学报, 2007, 42(9): 968-972.
- [4] 陈炎明,俞桂新,王峰涛. 反相高效液相色谱法同时测定苍术中的两种聚乙炔类化合物[J]. 色谱, 2007, 25(1): 84-87.
- [5] 陈炎明,陈静,俞桂新. 苍术化学成分和药理活性研究进展[J]. 上海中医药大学学报, 2006, 20(4): 95-98.
- [6] 张全垂,徐连明,陈刚. 中药茅苍术研究进展及存在问题[J]. 时珍国医国药, 2004, 15(11): 781-782.
- [7] 杜培凤,聂进红. 白术研究综述[J]. 齐鲁药事, 2004, 23(9): 41-43.

《中草药》杂志被评为第六届“百种中国杰出学术期刊”

2007年11月15日中国科学技术信息研究所公布了第六届“百种中国杰出学术期刊”名单,《中草药》杂志又获此殊荣——第六届“百种中国杰出学术期刊”。这个名单是按照期刊评价指标体系对重要指标(影响力、总被引频次、他引总引比、基金论文比和即年指标)进行打分的结果。

摘引自中国科学技术信息研究所《2006年度中国科技论文统计与分析年度研究报告》