

参考文献:

- [1] 李 薇, 王运亮, 蔡绍哲, 等. 丹皮酚和阿司匹林对大鼠血液流变性影响的比较[J]. 中草药, 2000, 31(1): 29.
- [2] 章灵华, 肖培根, 黄 艺, 等. 丹皮酚的药理与临床研究进展[J]. 中国中西医结合杂志, 1996, 16(3): 187.
- [3] 孙言才, 沈玉先, 孙国平, 等. 反相高效液相色谱法检测小鼠血清中丹皮酚浓度[J]. 中国医院药学杂志, 2004, 24(1): 7.
- [4] Wu X A, Chen H L, Chen X G, *et al.* Determination of paeonol in rat plasma by high performance liquid chromatography and its application to pharmacokinetic studies following oral administration of Moutan cortex decoction [J]. *Biomed Chromatogr*, 2003, 16: 504-508.
- [5] 任天池. 兔血浆中丹皮酚的高效液相测定[J]. 中成药, 1989, 11(12): 3.
- [6] Riley C M, Ren T. Simple method for the determination of paeonol in human and rabbit plasma by high performance liquid chromatography using solid-phase extraction and ultraviolet detection [J]. *J Chromatogr*, 1989, 489: 432-437.
- [7] 钟大放. 以加权最小二乘法建立生物分析标准曲线的若干问题[J]. 药物分析杂志, 1996, 16(5): 343.

气相色谱法测定牡荆油胶丸中 β -丁香烯魏惠珍¹, 陈燕军², 张红红¹, 金浩鑫¹, 饶 毅^{1*}, 杨世林¹

(1. 中药固体制剂制造技术国家工程研究中心, 江西 南昌 330006; 2. 江西中医学院, 江西 南昌 330004)

摘要:目的 建立气相色谱法测定牡荆油胶丸中 β -丁香烯的方法。方法 用气相色谱法。色谱条件: 色谱柱为 HP-5 石英毛细管柱(30 0 m $\times$ 320 μ m $\times$ 0 25 μ m); 进样口温度: 230 $^{\circ}$ C; 恒流: 1 mL/min; 分流比 10: 1; 检测口温度: 260 $^{\circ}$ C; 进样量 1 μ L; 程序升温, 起始温度 80 $^{\circ}$ C, 以 8 $^{\circ}$ C/min 升至 200 $^{\circ}$ C, 保持 5 min。结果 β -丁香烯在 0 002~0 16 mg/mL 呈良好的线性关系, 回归方程为 $Y=0 055 1 X-0 008$, $r=0 999 9$, 平均回收率为 99 32%, RSD 为 1 56%。结论 采用气相色谱法对牡荆油胶丸中 β -丁香烯进行测定, 方法简便、快速、准确、重复性好。

关键词: 牡荆油胶丸; β -丁香烯; 气相色谱

中图分类号: R286 02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2009)05-0734-02

牡荆油胶丸是牡荆油与适量稀释剂经加工制成的胶丸^[1], 临床上用于治疗慢性支气管炎, 疗效确切。牡荆油主要含有 α -蒎烯、芳樟醇、 β -丁香烯和丁香烯氧化物等成分^[2], 其中 β -丁香烯的量较高, 是牡荆油治疗慢性支气管炎的重要成分^[3,4]。因此本研究以 β -丁香烯为指标成分, 采用气相色谱法对 10 批牡荆油胶丸中的 β -丁香烯进行了测定方法学研究, 证明该方法简便、准确、重现性好, 可作为牡荆油胶丸的质量控制方法。

1 仪器与材料

Agilent 6890N 型气相色谱仪(美国 Agilent 公司), 氢火焰离子化检测器(FID)。 β -丁香烯对照品购于 Sigma 公司, 批号 1321406, 质量分数 $\geq$ 98 5%。牡荆油胶丸为市售样品, 分别来源于江西天海药业股份有限公司(批号: 070121、070707、080122), 广州星群(药业)股份有限公司(批号: EF50002、EF50004、EF50005、EF50007、EF50008、FF50001、FF50003), 规格均为 20 mg/粒。醋酸乙酯, 正十八烷等均为分析纯试剂。

2 方法与结果

2 1 色谱条件: 色谱柱为 HP-5 石英毛细管柱(30 0 m $\times$ 320 μ m $\times$ 0 25 μ m); 进样口温度: 230 $^{\circ}$ C; 恒流: 1 mL/min; 分流比 10: 1; 检测口温度: 260 $^{\circ}$ C; 进样量 1 μ L; 程序升温, 起始温度 80 $^{\circ}$ C, 以 8 $^{\circ}$ C/min 升至 200 $^{\circ}$ C, 保持 5 min。

2 2 内标溶液的制备: 取内标物正十八烷溶液适量, 加醋酸乙酯制成 0 15 mg/mL 的内标溶液, 即得。

2 3 供试品溶液的制备: 取胶丸内容物, 约 0 1 g, 精密称定, 置 50 mL 量瓶中, 用醋酸乙酯稀释至刻度, 摇匀。从中精密吸取 1 mL 置 10 mL 量瓶中, 再精密加入内标溶液 1 mL, 用醋酸乙酯稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2 4 对照品溶液的制备: 取 β -丁香烯对照品约 20 mg, 精密称定, 置 100 mL 量瓶中, 用醋酸乙酯溶解稀释至刻度, 摇匀。从中精密吸取 1 mL 置 10 mL 量瓶中, 再精密加入内标溶液 1 mL, 用醋酸乙酯稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2 5 专属性试验: 按牡荆油胶丸生产工艺处方比

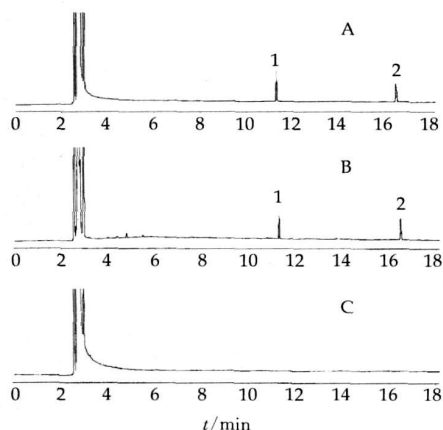
* 收稿日期: 2008-10-14

作者简介: 魏惠珍(1965—), 女, 江西南昌人, 副主任药师, 主要从事药物质量控制研究工作。

Tel: (0791) 7119651 E-mail: weihuzhen101@126.com

* 通讯作者 饶 毅 Tel: (0791) 7119609 E-mail: raoyi99@126.com

例, 制得缺牡荆油的阴性样品, 按供试品溶液的制备方法制备阴性样品溶液。取 β -丁香烯对照品溶液、供试品溶液和阴性样品溶液适量, 进样测定, 结果阴性样品溶液对测定结果无干扰, 色谱图见图 1。



1- β -丁香烯 2-正十八烷

1- β -caryophyllene 2-n-octadecane

图 1 β -丁香烯对照品(A)、牡荆油胶丸(B)和阴性样品(C)气相色谱图

Fig. 1 GC Chromatograms of β -caryophyllene reference substances (A), *Capsulae Olei Viticis Negundo* (B), and negative sample (C)

2.6 线性关系的考察: 精密称取 β -丁香烯对照品 20 mg, 置 100 mL 量瓶中, 加入醋酸乙酯稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品贮备液。分别吸取对照品贮备液 0.1、0.3、0.5、0.8、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、8.0 mL, 置 10 mL 量瓶中。另精密加入 1 mL 内标溶液, 用醋酸乙酯稀释至刻度, 摇匀, 进样。每种质量浓度进样 2 次, 进样量为 1 μ L。以质量浓度为横坐标, 对照品峰面积与内标物峰面积的比值为纵坐标, 进行回归。结果 β -丁香烯在 0.002~0.16 mg/mL 线性关系良好, 回归方程为 $Y = 0.0551X - 0.008$, $r = 0.9999$ 。

2.7 稳定性试验: 取批号 070121 样品制备的供试品溶液, 分别在配制后 0、1、2、4、8、12、18、24 h 进样 1 μ L, 测定, 结果 β -丁香烯峰面积与内标物峰面积比值的 RSD 为 1.05%。

2.8 精密度试验: 取批号 070121 样品制备的供试品溶液, 重复进样 6 次, 每次进样 1 μ L, 按色谱条件测定, 计算, 结果 β -丁香烯峰面积与内标物峰面积比值平均值的 RSD 为 0.28%。

2.9 重现性试验: 取批号 070121 样品 6 份, 制备供试品溶液, 测定, 以 β -丁香烯峰面积与内标物峰面积比值的平均值计算质量分数, 结果 β -丁香烯的平均

质量分数为 10.54 mg/粒, RSD 为 1.29%。

2.10 加样回收率试验: 取 9 份批号 070121 牡荆油胶丸内容物, 每份约 0.05 g, 精密称定, 置于 50 mL 量瓶中, 分别加入 β -丁香烯对照品 4.03、5.04、6.05 mg, 不同加入量各 3 份, 制备供试品溶液, 依法测定。结果平均回收率为 99.32%, RSD 为 1.56% ($n = 9$)。

2.11 样品的测定: 取 10 批牡荆油胶丸, 每个批号取 3 份样品, 制备供试品溶液, 并照色谱条件测定, 按内标法定量计算, 结果见表 1。

表 1 牡荆油胶丸中 β -丁香烯的测定结果

Table 1 Determination of β -caryophyllene in *Capsulae Olei Viticis Negundo*

批号	β -丁香烯/(mg·粒 ⁻¹)	RSD/%
070121	10.39	0.74
070707	10.11	0.57
080122	10.86	0.40
EF50002	13.00	0.37
EF50004	13.09	0.32
EF50005	13.08	0.13
EF50007	13.30	0.22
EF50008	13.41	0.51
FF50001	13.48	0.75
FF50003	12.51	0.73

3 讨论

3.1 色谱柱的选择: 本实验分别采用了 HP-5 石英毛细管柱与 DB-Wax 石英毛细管两种不同型号的色谱柱进行测定, 结果表明 HP-5 石英毛细管柱对牡荆油的分离效果较好, 达到基线分离。

3.2 程序升温的选择: 实验中参照文献报道^[4,5], 比较了不同的升温程序, 结果起始温度 80 $^{\circ}$ C, 以 8 $^{\circ}$ C/min 升至 200 $^{\circ}$ C, 保持 5 min 的程序升温条件较好, 分析时间短, 分离效果好。

3.3 内标物的选择: 本实验曾经选用水杨酸甲酯、正十六烷、正十八烷作为内标物, 结果以正十八烷作为内标物, 对样品中其他共存成分无干扰, 不影响测定的准确性。

参考文献:

- [1] 中国药典[S]. 一部. 2005.
- [2] 潘炯光, 徐植灵, 樊菊芬. 牡荆、荆条、黄荆和蔓荆叶挥发油的 GC-MS 分析[J]. 中国中药杂志, 1989, 14(6): 37-39.
- [3] 江西省上饶地区卫生局气管炎办公室, 中医研究院气管炎研究组, 江西省德兴县卫生局科研组. 牡荆挥发油治疗慢性气管炎的研究[J]. 医药研究杂志, 1977(1): 9-11.
- [4] 黄琼, 林翠梧, 黄克建, 等. 牡荆叶茎和花挥发油成分分析[J]. 时珍国医国药, 2007, 18(4): 807-809.
- [5] 何夏秋, 刘会涛, 郭宇洁, 等. GC 测定牡荆油中 β -丁香烯的含量[J]. 中国中药杂志, 2007, 32(10): 982-983.