

面积,以对照品质量浓度为横坐标,被测成分峰面积与内标物峰面积比值为纵坐标,进行回归。结果桉油精在 0.015 7~0.393 6 mg/mL 线性关系良好,回归方程为  $Y=13.659X+0.0665$ ,  $r=0.9998$ ; 芳樟醇在 0.009 5~0.236 6 mg/mL 线性关系良好,回归方程为  $Y=13.526X+0.0166$ ,  $r=0.9996$ 。

2.7 稳定性试验:取批号 20090201 山蜡梅叶制备的供试品溶液,分别在配制 0、2、4、6、8、12 h 后进样 1  $\mu$ L,测定。结果显示桉油精峰面积与内标物峰面积比值的 RSD 为 1.29%; 芳樟醇峰面积与内标物峰面积比值的 RSD 为 1.40%。

2.8 精密度试验:取批号 20090201 山蜡梅叶制备的供试品溶液,重复进样 6 次,每次进样 1  $\mu$ L,按色谱条件测定,计算,结果桉油精峰面积与内标物峰面积比值的 RSD 为 0.84%; 芳樟醇峰面积与内标物峰面积比值的 RSD 为 1.06%。

2.9 重现性试验:取批号 20090201 样品 6 份,制备供试品溶液,测定,以被测成分峰面积与内标物峰面积比值计算质量分数,结果桉油精的平均质量分数为 43.52%, RSD 为 0.71%; 芳樟醇的平均质量分数为 28.68%, RSD 为 0.45%。

2.10 加样回收率试验:取 9 份批号 20090201 山蜡梅,每份 25 g,分别按相当于供试品中桉油精、芳樟醇 80%、100%、120% 的量加入对照品(不同加入量各 3 份),制备供试品溶液,依法测定。结果桉油精平均回收率为 96.48%, RSD 值为 1.81%; 芳樟醇平均回收率为 97.16%, RSD 值为 1.94%。

2.11 样品的测定:分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 1  $\mu$ L,注入气相色谱仪,按内标法定量计算供试品中桉油精和芳樟醇的量。结果见表 1。

表 1 山蜡梅叶桉油精和芳樟醇测定结果

Table 1 Determination of cineole and linalool in oil of *C. nitens*

批号	桉油精/%	芳樟醇/%	批号	桉油精/%	芳樟醇/%
20090201	1.5	1.0	20090803	2.0	0.5
20090202	1.0	0.7	20090901	1.3	0.9
20090203	1.2	0.6	20090902	1.1	0.8
20090801	1.4	1.1	20090903	1.4	1.3
20090802	1.5	1.2	20090904	1.2	1.1

### 3 讨论

3.1 提取时间的选择:分别考察了提取 1、2、3、4、5、6 h,结果显示 5 h 后,桉油精和芳樟醇在供试品中的量不再增加。故确定提取时间为 5 h。

3.2 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 DB-Wax 石英毛细管柱对山蜡梅挥发油的分离效果较好,达到基线分离。

3.3 程序升温的选择:实验中参照文献方法<sup>[8]</sup>,比较了不同的升温程序,程序升温:起始温度 60  $^{\circ}$ C,保持 5 min,以 25  $^{\circ}$ C/min 速率升至 200  $^{\circ}$ C,保持 2 min。该条件较好,分析时间短,分离效果好。

#### 参考文献:

- [1] 谢宗万. 全国中草药汇编[M]. 第 2 版. 北京:人民卫生出版社,1996
- [2] 李晓宇,何明,李萍,等. 山蜡梅叶镇痛、镇咳、祛痰作用的实验研究[J]. 中国中医药科技,1997,4(6):366
- [3] 陈莺颖,刘锡钧. 山蜡梅对小鼠的减肥作用[J]. 海峡药学,2002,14(5):30-33
- [4] 孙丽仁,何明珍,冯育林,等. 山蜡梅叶的化学成分研究[J]. 中草药,2009,40(8):1214-1216
- [5] 李莎莎,舒任庚. 山蜡梅化学成分及药理作用的研究进展[J]. 华西药学杂志,2009,24(2):198-200
- [6] 中国药典[S]. 一部. 1977.
- [7] 白会强,蔡少华,徐亮,等. HPLC 法测定山蜡梅中黄酮素、槲皮素、夏蜡梅碱[J]. 中草药,2010,41(3):486-487
- [8] 徐年军,白海波,严小军,等. 山蜡梅中挥发油成分分析[J]. 分析测试学报,2006,25(1):90-93

## GC 法测定地枫皮中芳樟醇

黄捷\*

(广西食品药品检验所,广西南宁 530021)

摘要:目的 研究 GC 法测定不同产地的地枫皮药材中芳樟醇的量。方法 色谱柱:聚乙二醇弹性石英毛细管柱(30 m  $\times$  0.53 mm, 1  $\mu$ m),程序升温:进样口温度 230  $^{\circ}$ C,检测器温度 230  $^{\circ}$ C。结果 芳樟醇在 0.02~0.25  $\mu$ g 线性关系良好, $r=0.9994$ 。平均加样回收率为 100.5%, RSD 为 2.2%。结论 本法简单易行,方法学验证符合要求,可作为地枫皮药材中芳樟醇的定量测定方法。

关键词:GC 法;地枫皮;芳樟醇

中图分类号:R284.2

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2010)07-1192-03

\* 收稿日期:2010-02-25

作者简介:黄捷(1968—),女,广西南宁人,副主任药师,主要从事中药质量分析研究。

Tel:(0771)2611653 E-mail:huangjie\_1121@163.com

地枫皮是广西特产药材,为木兰科植物地枫皮 *Illicium difengpi* B. N. Chang et al. 的干燥树皮。微辛、涩,有小毒。具有祛风除湿,行气止痛的功效。用于风湿痹痛、腰肌劳损等症。文献报道地枫皮精油中含有黄樟醚、芳樟醇、 $\alpha$ -蒎烯、 $\beta$ -蒎烯、蒎烯、樟脑6种成分<sup>[1]</sup>。目前关于地枫皮中芳樟醇的定量测定尚无文献报道。

本实验采用GC法测定了不同产地地枫皮中挥发油成分芳樟醇的量,为地枫皮药材质量控制提供参考。

## 1 仪器、试剂与样品

Agilent 6890N 气相色谱仪, Agilent 6890/5973N 气质联用仪,芳樟醇对照品(中国药品生物制品检定所提供,批号1503-200001,供鉴别用,质量分数为97.12%),环己酮(广东光华化学厂有限公司提供,分析纯)。其余试剂均为分析纯。地枫皮药材样品经本所中药室韦家福鉴定,均为正品地枫皮。

## 2 方法与结果

2.1 色谱柱的选择:采用极性柱(DB-WAX)和ZB-FFAP进行分离,结果极性柱分离色谱峰峰形较好,分离良好。故选择极性柱(DB-WAX)为测定用色谱柱。

2.2 色谱条件:采用聚乙二醇弹性石英毛细管柱DB-WAX(30 m $\times$ 0.53 mm, 1  $\mu$ m),进样口温度230  $^{\circ}$ C,检测器温度230  $^{\circ}$ C,进样量1  $\mu$ L。程序升温:初始温度40  $^{\circ}$ C,以4  $^{\circ}$ C/min的速率升温至150  $^{\circ}$ C,保持10 min,再以30  $^{\circ}$ C/min的速率升温至230  $^{\circ}$ C,保持10 min。

2.3 内标溶液的制备:精密称取环己酮对照品52.24 mg,加醋酸乙酯制成1 mg/mL的溶液,即得。

2.4 对照品溶液的制备:精密称取芳樟醇52.96 mg,置5 mL量瓶中,加醋酸乙酯稀释至刻度,摇匀,精密量取1.0 mL置100 mL量瓶中,加醋酸乙酯稀释至刻度(质量浓度0.1 mg/mL)摇匀,作为对照品溶液。

2.5 供试品溶液的制备:取本品约30 g,精密称定,置1000 mL烧瓶中,加水400 mL,加玻璃珠数粒,连接挥发油提取器,自冷凝管上端加水使充满挥发

油测定器刻度部分,再加入4 mL醋酸乙酯,加热提取3 h,放冷,静置,小心分离醋酸乙酯部分置20 mL量瓶中,用少量醋酸乙酯洗涤3次,加醋酸乙酯至刻度,摇匀,即得。

2.6 线性关系考察:精密称取环己酮497.16 mg,置50 mL量瓶中,加醋酸乙酯稀释至刻度,精密量取10 mL置50 mL量瓶中作为内标溶液。另精密称取芳樟醇对照品15.64 mg,置25 mL量瓶中,加醋酸乙酯稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。分别精密量取上述混合对照品溶液0.5、1.0、2.0、3.0、5.0、8.0 mL置于20 mL量瓶中,精密加入内标溶液2 mL,加醋酸乙酯稀释至刻度,摇匀,作为标准溶液。按拟定测定色谱条件,注入气相色谱仪,测定。以对照品进样量为横坐标( $X$ ),被测组分峰面积与内标峰面积比值为纵坐标( $Y$ )绘制标准曲线,回归方程为: $Y = 5.5389X + 281.93$  ( $r = 0.9994, n = 6$ ),结果表明:芳樟醇进样量在0.0156~0.2496  $\mu$ g线性关系良好。

2.7 稳定性试验:取同一份供试品溶液,按2.2色谱条件,每隔一定时间测定1次,共测定了6次,考察46 h,结果表明供试品溶液至少在24 h内稳定。

2.8 精密度试验:取同一份供试品溶液,按2.2色谱条件,连续测定6次。结果6次测定的被测组分峰面积与内标峰面积比值的RSD为0.51% ( $n = 6$ ),表明精密度良好。

2.9 重现性试验:精密量取同一批样品30 g,平行测定6份。6份样品测得芳樟醇质量分数的平均值为68.7  $\mu$ g/g, RSD为2.99% ( $n = 6$ )。表明重现性良好。

2.10 回收率试验:精密量取已测定的本品(D2,芳樟醇质量分数为68.7  $\mu$ g/g)15 g,共6份,各精密加入上述对照品溶液(2.1184 mg/mL)1 mL,测定,计算加样回收率,结果芳樟醇平均加样回收率为100.46%, RSD为2.22% ( $n = 6$ )。

2.11 样品测定:取8批地枫皮样品测定芳樟醇的量,测定结果见表1。色谱图见图1。

表1 样品中芳樟醇测定结果( $n = 2$ )

Table 1 Determination of linalool in different samples ( $n = 2$ )

编号	产地或来源	芳樟醇/( $\mu$ g $\cdot$ g $^{-1}$ )	RSD/%
D1	江苏省食品药品检验所提供,产地不详	81	0.1
D2	广西玉林制药有限公司,产地:广西	69	3.0
D3	广西食品药品检验所购自广西玉林药材市场,产地:云南	158	0.0
D4	广西食品药品检验所购自广西玉林药材市场,产地:广西	64	0.7
D5	广西食品药品检验所购自广西玉林药材市场,产地:广西	70	2.8
D6	广西食品药品检验所购自广西南宁,产地:云南	59	2.0
D7	广西食品药品检验所购自广西南宁,产地:越南	197	1.9
D8	成都荷花池中药材专业市场,产地:广西	252	0.0

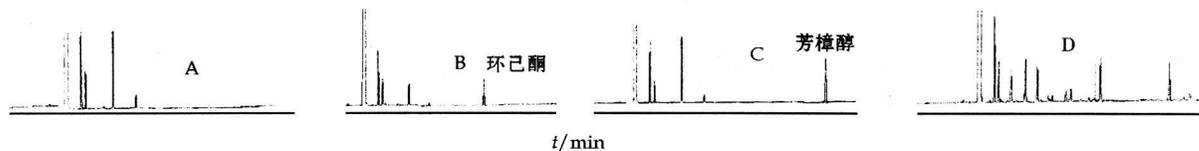


图1 溶剂(A)、内标(B)、芳樟醇对照品(C)和地枫皮药材(D)GC图

Fig 1 GC Chromatograms of solvent (A), internal standard (B), linalool (C), and *Illicii Cortex* (D)

### 3 讨论

3.1 内标的选择: 本实验选用水杨酸甲酯、环己酮适量作为内标物, 结果以环己酮峰的保留时间较适中, 对样品峰无干扰, 故选择环己酮作为定量测定的内标。

3.2 所测定的8批样品中, 芳樟醇的量最高的是的D8批, 为252  $\mu\text{g/g}$ , 最低的是D6批, 为59  $\mu\text{g/g}$ , 各批平均质量分数为119  $\mu\text{g/g}$ , 测定结果表明不同产

地的样品差异较大。

3.3 本研究首次建立了测定地枫皮药材中挥发油成分芳樟醇的方法, 结果表明, 该方法简单易行, 方法学验证符合要求, 可以作为地枫皮药材质量控制的一种方法。

参考文献:

- [1] 芮和恺, 袁明耀, 余秋妹, 等. 地枫皮精油成分的研究[J]. 中草药, 1981, 12(5): 17.

## 西红花的真伪优劣检定

王玉英<sup>1</sup>, 林慧萍<sup>2</sup>, 李水福<sup>3\*</sup>

(1. 浙江省富阳市中医骨伤医院, 浙江 富阳 311400; 2. 浙江省丽水市人民医院, 浙江 丽水 323000;

3. 浙江省丽水市药品检验所, 浙江 丽水 323000)

**摘要:** 目的 揭示并健全西红花的真伪优劣检定方法, 特别是经验法。方法 根据《中国药典》和药籍文献记载等资料, 再结合药品市场现状和笔者实际工作经验阐明及论证。结果 最容易混淆的菊科植物红花与西红花区别较大; 其他混杂优劣可增加经验法判定。结论 西红花应严格检定真伪优劣, 市场混乱现象亟需整肃。

**关键词:** 西红花; 真伪优劣; 检定

中图分类号: R284.2

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2010)07-1194-02

西红花又名藏红花、番红花, 为鸢尾科植物番红花 *Crocus sativus* L. 的干燥柱头, 始载于《本草纲目》, 现代药理实验研究表明西红花药理作用广泛<sup>[1,2]</sup>。番红花是经印度传入我国西藏。所以, 人们把由西藏运往内地的番红花, 误认为西藏所产, 称做“藏红花”。藏红花主产西班牙、希腊、法国及中亚西亚一带, 在北京、上海、浙江、江苏等地有引种栽培。注意西藏也有栽培红花者, 不能误作西红花或藏红花。何种花不能光注重名称和产地等, 主要看原植物来源。

### 1 真伪鉴定

#### 1.1 真品西红花

1.1.1 性状: 本品成松散线状, 柱头三分枝, 长3 cm, 暗红色, 上部较宽而略扁平, 顶端边缘显不整齐

的齿状, 内侧有一短裂隙, 下段有时残留一小段黄色花柱。质松软, 无油润光泽, 干燥后质脆, 易断。气特异, 微有刺激性, 味微苦。

由于产地加工不同可分成干与湿两种。将干红花再加工使之油润光亮者为湿红花, 柱头红棕色, 有油润光泽, 细长线形, 长约3 cm, 基部较窄, 向顶端逐渐变宽, 内方有一短裂隙, 顶端边缘为不整齐的齿状。柱头常单独存在。直接干燥者为干红花, 呈弯曲的细丝状, 暗红棕色, 带有黄棕色部分。质轻松, 无光泽及油润感。其余与湿红花相同。

#### 1.1.2 鉴别

**经验鉴别:** 长期以来, 有用其他植物花丝、狭条状花冠或纸质条片等染色伪充真品, 可采用水试法经验鉴别: 取样品少许, 浸入水中, 用放大镜观察, 真

\* 收稿日期: 2009-12-11

作者简介: 王玉英, 女, 副主任药师, 从事中药专业, Tel: 13777567899