

# RP-HPLC 测定麸煨肉豆蔻中去氢二异丁香酚的含量

袁子民<sup>1</sup>, 陈剑锋<sup>2</sup>, 贾天柱<sup>1\*</sup>

(1. 辽宁中医药大学药学院, 辽宁 大连 116600; 2. 辽宁成大方圆医药有限公司, 沈阳 110005)

**[摘要]** 目的: 建立麸煨肉豆蔻饮片中去氢二异丁香酚的含量测定方法。方法: 采用高效液相色谱法, 以甲醇-水 (75:25) 为流动相, 柱温为室温, 检测波长为 274 nm。结果: 去氢二异丁香酚的进样量在 0.075 ~ 0.60  $\mu\text{g}$  呈现良好线性关系 ( $r = 0.9999$ ), 平均回收率为 98.22% ( $n = 6$ ), RSD 为 1.9%。结论: 采用高效液相色谱法测定麸煨肉豆蔻饮片中去氢二异丁香酚的含量, 方法简便、灵敏、准确, 可用于麸煨肉豆蔻饮片的质量控制。

**[关键词]** 麸煨肉豆蔻; 去氢二异丁香酚; 反相高效液相色谱法

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)18-0060-02

## Determination of Dehydrodiisoeugenol in Nutmeg Roasted with Wheat Bran by RP-HPLC

YUAN Zi-min<sup>1</sup>, CHEN Jian-feng<sup>2</sup>, JIA Tian-zhu<sup>1\*</sup>

(1. School of Pharmacy, Liaoning university of Traditional Chinese Medicine, Dalian 116600, China;  
2. Liaoning Chengda Fangyuan Medicine Chained Limited Company, Shenyang 110005, China)

**[Abstract]** **Objective:** To establish HPLC for determining the content of dehydrodiisoeugenol in Nutmeg roasted with wheat bran. **Method:** An HPLC method was developed. The chromatographic conditions were as follows: Diamonsil C<sub>18</sub> column and methanol-water (75:25) as mobile phase, detection wavelength at 274 nm. **Result:** The linear range of dehydrodiisoeugenol was 0.075 – 0.60  $\mu\text{g}$  ( $r = 0.9999$ ). The average recovery rate was 98.22% and RSD was 1.9%. **Conclusion:** The method is simple and accurate with good repeatability, and can be used for determination of dehydrodiisoeugenol in Nutmeg roasted with wheat bran.

**[Key words]** Nutmeg roasted with wheat bran; dehydrodiisoeugenol; RP-HPLC

肉豆蔻为肉豆蔻科植物肉豆蔻 *Myristica fragrans* houtt. 的干燥种仁。具有温中行气, 涩肠止泻之功。收载于 2010 年版《中国药典》<sup>[1]</sup>。肉豆蔻煨制后, 具有减毒增效作用, 本文采用高效液相色谱法测定了市售麸煨肉豆蔻饮片中去氢二异丁香酚的含量, 方法简便、灵敏、准确, 为提高麸煨肉豆蔻饮片

的质量标准提供科学依据。

### 1 仪器与试剂

Agilent1100 高效液相色谱仪 (chemstation system 工作站), 去氢二异丁香酚对照品为自行分离精制 (经高效液相色谱法面积归一化法测定, 纯度 > 98.0%), 甲醇为色谱纯, 水为重蒸水, 麸煨肉豆蔻饮片均为市售。

### 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱 DiamonsilC<sub>18</sub> (4.6 mm × 200 mm, 5  $\mu\text{m}$ ); 流动相甲醇-水 (75:25), 流速 1.0 mL · min<sup>-1</sup>, 柱温室温, 检测波长 274 nm。

**2.2 线性关系考察** 精密称取去氢二异丁香酚对照品 30.0 mg, 置 100 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀。精密吸取 1 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加

**[收稿日期]** 20101018(003)

**[基金项目]** 国家科技重大专项-中药饮片质量标准研究平台 (2009ZX09308-004); 《中国药典》2010 版一部标准研究 (YD-121)

**[第一作者]** 袁子民, 讲师, 主要从事中药新药研究与开发, Tel:0411-87586010

**[通讯作者]** \* 贾天柱, Tel: 0411-87586499, E-mail: tjia @ 263.net

甲醇稀释至刻度,摇匀,制成  $0.030 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  的溶液。分别精密吸取 2.5, 5, 10, 15, 20  $\mu\text{L}$  溶液,进样测定色谱峰峰面积。以峰面积积分值为纵坐标,进样量为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程如下  $Y = 3088.9X - 2.59$  ( $r = 0.9999$ )。结果表明,去氢二异丁香酚的进样量在  $0.075 \sim 0.60 \mu\text{g}$  与峰面积呈良好的线性关系。

**2.3 供试品溶液的制备** 取麸煨肉豆蔻药材粉末(过 20 目筛)约 0.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 50 mL,称定质量,超声处理(功率 250 W,频率 30 kHz)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。

**2.4 精密度试验** 精密吸取同一供试品溶液 10  $\mu\text{L}$ ,注入高效液相色谱仪,连续进样 6 次,测定去氢二异丁香酚色谱峰峰面积,结果表明,精密度良好, RSD 2.26%。

**2.5 重复性试验** 精密称取同一批样品各 6 份,分别按供试品溶液制备方法操作,精密吸取各供试品溶液 10  $\mu\text{L}$ ,分别注入高效液相色谱仪,测定。结果样品平均含量为 0.206%, RSD 1.78%。

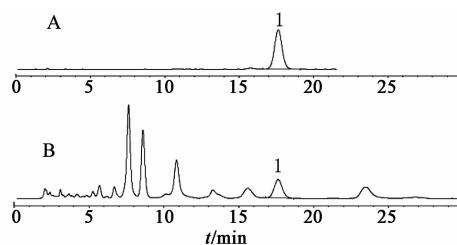
**2.6 稳定性试验** 精密吸取同一供试品溶液,按 0, 2, 4, 6, 8 h 时间间隔,分别进样,测定去氢二异丁香酚色谱峰峰面积,结果表明,样品溶液在 8 h 内保持稳定, RSD 2.30%。

**2.7 回收率试验** 取已知含量的肉豆蔻药材粉末(过 20 目筛,含量 0.208%)0.25 g 各 6 份,分别精密称定,置具塞锥形瓶中,各精密加入  $0.114 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  的去氢二异丁香酚对照品溶液 5.0 mL,再精密加入甲醇 45.0 mL,其余按样品供试品溶液项下方法操作,测定,结果方法回收率在 97.4% ~ 99.3% 之间,平均回收率为 98.22%, RSD 为 1.9%。

**2.8 样品含量测定** 取 10 批市售麸煨肉豆蔻饮片,按供试品溶液的制备方法以及上述色谱条件,进行测定,结果见表 1,图 1。

表 1 10 批麸煨肉豆蔻中去氢二异丁香酚含量测定 ( $n = 5$ )

No.	来源	产地	批号	含量/%
1	浙江中医药大学饮片厂	印度尼西亚-1	080812	0.115
2	浙江中医药大学饮片厂	印度尼西亚-2	080813	0.210
3	浙江中医药大学饮片厂	马来西亚	080814	0.223
4	河北安国	广西	080401	0.083
5	安徽沪淮中药饮片厂	云南	081015	0.076
6	四川利民中药饮片有限公司	广东	080901	0.260
7	禹州市金地中药饮片有限公司	广西	081007	0.345
8	沈阳 1	广东	080412	0.226
9	沈阳 2	广东	080523	0.147
10	沈阳 3	广东	080528	0.158



1. 去氢二异丁香酚; A. 对照品; B. 供试品

图 1 麸煨肉豆蔻色谱

### 3 讨论

目前市售的肉豆蔻炮制品以麸煨肉豆蔻较多,面裹煨法虽然为 2005 年版以前各版《中国药典》所收载,但实际应用很少,主要是由于其工艺比较繁琐、面结不易除去、不利于机械化生产等原因。另外有些饮片厂采用滑石粉煨,但炮制后黏附的滑石粉不易去除,其滑利之性与肉豆蔻收敛固涩之性恰恰相反,故采用麸煨较好。

### [参考文献]

[1] 中国药典.一部[S]. 2010:126.

[责任编辑 蔡仲德]