

# 气相色谱法测定抗感至宝合剂中百秋李醇的含量

刘雅琴\*, 李凤丽, 薛坤

(天津中医药大学第一附属医院, 天津 300193)

**[摘要]** **目的:**建立毛细管气相色谱测定抗感至宝合剂中百秋李醇含量的方法,制定并提高抗感至宝合剂质量标准。**方法:**样品经石油醚(30~60)℃萃取处理后进行含量测定。色谱条件:HP-5 毛细管柱(0.25 μm × 0.25 mm × 30 m);FID 检测器,1 177 进样口初始温度 180℃,保持 10 min,以每分钟 5℃的速率升温至 230℃,保持 3 min;进样口温度 280℃,检测器温度 280℃,分流比 37:1,流速 1 mL·min<sup>-1</sup>,进样量 1 μL。以正十八烷为内标,理论板数按百秋李醇峰计算不低于 50 000。**结果:**百秋李醇进样量在 0.012~0.072 μg 线性关系良好  $Y=294X+12.8$ , ( $r=0.9996$ ),平均加样回收率为 98.45%,RSD 1.09%。**结论:**该方法稳定、结果可靠、重复性好,可作为抗感至宝合剂质量控制标准之一。

**[关键词]** 毛细管气相色谱法; 抗感至宝合剂; 百秋李醇; 含量测定

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)15-0124-03

**[doi]** 10.11653/syfy2013150124

## Determination of Patchouli Alcohol in Kangganzhibao Mixture by GC

LIU Ya-qin\*, LI Feng-li, XUE Kun

(First Hospital Affiliated to Tianjin University of Traditional Chinese Medicine, Tianjin 300193, China)

**[Abstract]** **Objective:** To establish a method for the determination of patchouli alcohol in Kangganzhibao Mixture by capillary gas chromatography, and develop and improve the quality standards of this mixture. **Method:** Samples were pretreated with petroleum ether (30-60℃). Chromatographic condition was as follows: HP-5 capillary column (0.25 mm × 0.25 μm × 30 m), FID detector and 1 177 injector; the column temperature was controlled by programming: the initial temperature was set at 180℃ for 10 min, and then rose up (5℃·min<sup>-1</sup>) to 230℃ for 3 min; the detector and injector temperature were set at 280℃; split ratio was 37:1; the flow rate of nitrogen was 1 mL·min<sup>-1</sup> and the injection volume was 1 μL; internal standard was *n*-octadecane; and the number of theoretical plates was not less than 50 000 (calculated by patchouli alcohol). **Result:** Patchouli alcohol was linear in the range of 0.012-0.072 μg ( $Y=294X+12.8$ ) ( $r=0.9996$ ). The average recovery was 98.45% with RSD 1.09% ( $n=6$ ). **Conclusion:** The method is stable and reliable with good repetition, which can be used as one of the quality control methods for Kangganzhibao Mixture.

**[Key words]** capillary gas chromatography; Kangganzhibao mixture; patchouli alcohol; content determination

抗感至宝合剂由广藿香、厚朴、粉葛等 10 多味中药材组成,具有疏解清化、调理脾胃的功效<sup>[1]</sup>。用于体弱易感、消瘦厌食、腹胀发枯以及营养紊乱,脾胃功能失调造成的慢性疾患等症。广藿香为方中

主要药材,其主要活性成分为百秋李醇<sup>[2]</sup>,具有抗菌、止咳、化痰、平喘等作用<sup>[3]</sup>。为保证该制剂临床应用的安全性、有效性,采用毛细管气相色谱法测定抗感至宝合剂中百秋李醇的含量,提高抗感至宝合剂质量标准,为其临床应用提供科学理论依据。

### 1 材料

美国 Varian cp3800 型气相色谱仪(FID 检测器,1177 进样器),JA2003 型电子分析天平(上海精科天平厂),DK98-1 型电热恒温水浴锅(天津市泰

**[收稿日期]** 20120905(008)

**[通讯作者]** \*刘雅琴,副主任药师,从事中药制剂质量及工艺研究, Tel: 13032232279, E-mail: tjlyq0630@sina.com

斯特仪器有限公司), DGH-300 型氢气发生装置(天津市蓝珂科技实业有限公司)等。

百秋李醇对照品(批号 110772-200404)购自中国药品生物制品检定所。正己烷、正十八烷等均为分析纯,购自天津市化学试剂批发公司,水为自制蒸馏水,10 批抗感至宝合剂样品由天津中医药大学第一附属医院提供(批号 20110603, 20110608, 20110620, 20111202, 20111210, 20111220, 20120113, 20120125, 20120203, 20120220)。

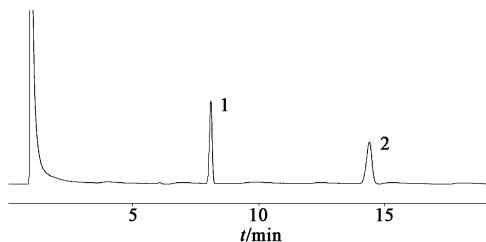
## 2 方法与结果

**2.1 GC 条件** HP-5 毛细管柱(0.25 μm × 0.25 mm × 30 m), FID 检测器, 1 177 进样口, 程序升温, 初始温度 180 °C, 保持 10 min, 以每分钟 5 °C 的速率升温至 230 °C, 保持 3 min, 进样口温度 280 °C, 检测器温度 280 °C, 分流比 37:1, 进样 1 μL。理论板数按百秋李醇峰计算不低于 50 000。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取正十八烷适量, 加正己烷制成 12.296 g·L<sup>-1</sup> 的溶液, 作为内标溶液。精密称定百秋李醇对照品 11.392 mg, 加入正己烷制成 2.87 g·L<sup>-1</sup> 的对照品母液, 精密移取母液 1 mL 至 2 mL 量瓶中, 精密加入内标溶液 0.2 mL, 用正己烷稀释至刻度, 摇匀即得每 1 mL 对照品溶液含 1.435 mg 百秋李醇和 1.230 mg 正十八烷内标物。

**2.3 供试品溶液的制备** 量取抗感至宝合剂约 10 mL, 精密加入内标溶液 0.2 mL, 用石油醚(30~60) °C 水浴蒸干, 正己烷定容 2 mL, 即得供试品溶液。

**2.4 阴性试验** 将除广藿香外的其他药材按处方所述方法制成阴性供试品, 按 2.3 项操作, 精密吸取对照品溶液, 供试品溶液及阴性供试品溶液各 1 μL, 结果在 2.1 色谱条件下供试品得到良好分离。色谱见图 1~3。



1. 百秋李醇峰; 2. 内标物峰(表 2~3 同)

图 1 百秋李醇对照品色谱

**2.5 线性关系考察** 精密吸取百秋李醇对照品溶液(0.240 g·L<sup>-1</sup>) 0.1, 0.2, 0.4, 0.5, 0.6 mL, 置 2 mL 量瓶中, 精密加入内标溶液, 加正己烷稀释至刻度, 摇匀, 吸取 1 μL 注入气相色谱仪, 记录色谱图及

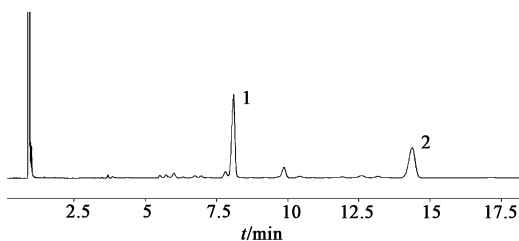


图 2 抗感至宝合剂样品色谱

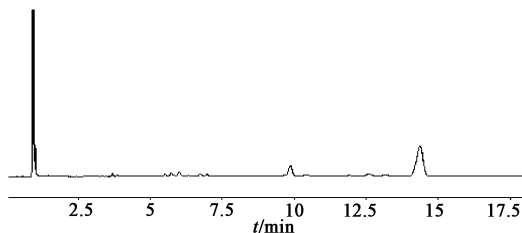


图 3 抗感至宝合剂阴性色谱

峰面积, 以百秋李醇与内标峰面积之比为纵坐标, 百秋李醇浓度为横坐标, 绘制标准曲线, 计算得回归方程  $Y = 294X + 12.8$  ( $r = 0.9996$ ), 结果表明百秋李醇进样量在 0.012~0.072 μg 呈良好的线性关系。

**2.6 精密度试验** 精密吸取 2.2 项百秋李醇对照品溶液 1 μL, 重复进样 5 次, 记录色谱图及峰面积, 计算百秋李醇峰面积与内标物峰面积的比值, 结果 RSD 1.10%, 表明精密度良好。

**2.7 稳定性试验** 精密吸取 2.3 项供试品溶液 1 μL, 分别于配制后 0, 1, 2, 4, 6, 8, 12 h 进样, 记录色谱图及峰面积, 计算百秋李醇峰面积与内标物峰面积的比值, 结果 RSD 1.50%, 该溶液在 12 h 内稳定。

**2.8 重复性试验** 取同一批号的样品(批号 20110603)共 6 份, 分别按 2.3 项方法配制供试品溶液, 精密吸取供试品溶液 1 μL 进行测定, 记录色谱图及峰面积, 计算百秋李醇含量, 结果抗感至宝合剂中百秋李醇的平均含量为 0.052 g·L<sup>-1</sup>, RSD 1.31%, 表明本法具有良好的重复性。

**2.9 加样回收率试验** 精密量取已知含量的样品(批号 20110603) 5 mL, 共 6 份, 分别精密加入 2.2 项下百秋李醇对照品溶液 0.2 mL, 按供试品配制方法操作, 精密吸取 1 μL 进行百秋李醇含量测定, 计算回收率, 结果见表 1。

**2.10 样品含量测定** 取 10 批不同批号的样品, 分别按 2.3 和 2.4 项制备方法制备对照品溶液和供试品溶液, 分别精密吸取上述溶液 1 μL 注入气相色谱仪, 记录色谱图及峰面积, 按内标法计算百秋李醇含量, 即得。结果见表 2。

## 3 讨论

样品提取溶剂选择了三氯甲烷、正己烷、石油醚

表 1 抗感至宝合剂中百秋李醇加样回收率

样品中量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
0.260	0.287	0.541	98.9		
0.260	0.287	0.534	97.6		
0.260	0.287	0.537	98.2		
0.260	0.287	0.549	100.4	98.45	1.09
0.260	0.287	0.534	97.6		
0.260	0.287	0.536	98.0		

表 2 样品中百秋李醇含量测定 g·L<sup>-1</sup>

批号	百秋李醇
20110603	0.054
20110608	0.053
20110620	0.050
20111202	0.054
20111210	0.049
20111220	0.056
20120113	0.047
20120125	0.052
20120203	0.057
20120220	0.056

(60~90)℃、石油醚(30~60)℃进行试验研究<sup>[4]</sup>,根据结果发现石油醚(30~60)℃最好,提取方法进行了振摇萃取、超声提取和水浴回流提取相比较,结果萃取提取率最好,故选定萃取提取。

选择正十八烷为内标,通过调节升温程序使得百秋李醇和正十八烷与其他成分得以很好地分离。

对于柱温等其他色谱条件经过反复试验,最后确定的色谱条件使其达到最好的分离效果稳定可行。

[参考文献]

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:42.

[2] 刘志华,周德英. GC-MS 法检测广藿香挥发油的化学成分[J]. 中国农学通报,2009,25(16):95.

[3] 孙立亚,易红,高进,等. 气相色谱法测定广藿香紫苏叶挥发油微乳中百秋李醇的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2009,15(4):4.

[4] 刘珍清,刘颖,卢建秋. 毛细管气相色谱法测定藿香正气水中百秋李醇的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2009,15(12):18.

[5] 赵书策,贾强,廖富林,等. 广藿香提取物的止咳、化痰、平喘药理研究[J]. 中成药,2008,30(3):449.

[6] 邹玉繁,张健泓,汪小根. 双指数方程拟合广藿香酮巴布剂体外透皮特性的研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2011,17(3):1.

[7] 刘颖,刘珍清,卢建秋,等. 毛细管气相色谱法测定藿香正气软胶囊中百秋李醇的含量[J]. 北京中医药大学学报,2010,33(2):120.

[8] 徐晶晶,刘斌. 中草药治疗呼吸道合胞病毒感染研究概况[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(21):326.

[9] 王吉春. 广藿香中挥发油成分的研究进展[J]. 中国医药指南,2010,11(8):43.

[10] 刘志华,周德英. GC-MS 法检测广藿香挥发油的化学成分[J]. 中国农学通报,2009,25(16):95.

[11] 赵喜兰,刘秋鹤. 气相色谱法测定保济丸中百秋李醇的含量[J]. 中国药房,2010,21(40):3833.

[责任编辑 顾雪竹]

《中国中药杂志》2014 年征订启事

《中国中药杂志》系中国科协主管,中国药学会主办,中国中医科学院中药研究所承办的综合性中药学术期刊。创刊于 1955 年 7 月,是创刊最早、发行量最大的中药学术刊物。《中国中药杂志》全面反映我国中医科研最高学术水平,主要报道该领域新成果、新技术、新方法与新思路,内容包括栽培、资源与鉴定、炮制、药剂、化学、药理、不良反应、临床等。设有专论、综述、研究论文、研究报告、临床、学术探讨、药事管理、经验交流、信息等栏目。主要读者对象为医药领域各级管理部门、研究院所、大专院校、企业以及医院等从事医药科研、管理、生产、医院制剂及临床研究等方面的专业人员。

《中国中药杂志》现为半月刊,128 页,2014 年定价每期 30 元,全年 24 期定价为 720 元。国内刊号 11-2272/R,国际刊号 1101-5302。

本刊现已全面实现网络编辑办公,如欲投稿或联系本刊、获取本刊各种信息动态请登录中国中药杂志网站 www. ejcmm. com. cn 或 www. 中国中药杂志. com。

联系电话:稿件查询 010-64045830 转 602;主任电话 010-64058556;资源与栽培栏编辑:010-64048925;制剂栏编辑:010-64040392;化学栏编辑:010-64040113;药理栏编辑:010-84022522;临床栏编辑:010-64059766;电子杂志制作发行及网上维护:010-64030625。