

肉豆蔻、麸煨肉豆蔻中总木脂素的含量测定

袁子民, 胡娜, 王静, 贾天柱*, 刘欢
(辽宁中医药大学, 辽宁 大连 116600)

[摘要] 目的: 建立肉豆蔻、麸煨肉豆蔻中总木脂素的含量方法。方法: 采用紫外分光光度法, 以去氢二异丁香酚为对照品, 测定波长 275 nm。结果: 去氢二异丁香酚质量浓度在 1.5 ~ 9.0 mg·L⁻¹ 与吸光度呈良好线性关系, $r=0.9998$, 平均回收率 97.6% ($n=6$), RSD 1.2%。结论: 建立的方法简便、快速、重复性好。

[关键词] 肉豆蔻; 麸煨肉豆蔻; 总木脂素

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2013)12-0112-02

[doi] 10.11653/syfy2013120112

Determination of Total Lignans in *Myristica fragrans* and *M. fragrans* Roasted with Wheat Bran

YUAN Zi-min, HU Na, WANG Jing, JIA Tian-zhu*, LIU Huan
(Liaoning University of Traditional Chinese Medicine, Dalian 116600, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a method for determining the content of total lignans in *Myristica fragrans* and *M. fragrans* roasted with wheat bran. **Method:** UV spectrophotometry was developed at 275 nm with dehydrodiisoeugenol as a reference substance. **Result:** The concentration of dehydrodiisoeugenol had a good linear relationship with absorbance in the range of 1.5-9.0 mg·L⁻¹, $r=0.9998$, the average recovery was 97.6% with RSD of 1.2%. **Conclusion:** This method was simple, rapid and repeatable.

[Key words] *Myristica fragrans*; *M. fragrans* roasted with wheat bran; total lignans

肉豆蔻具有温中行气、涩肠止泻之功效, 收载于 2010 年版《中国药典》。肉豆蔻麸煨后, 具有减毒增效作用^[1], 化学成分主要有挥发油、脂肪油、木脂素和苯丙素等^[2-3]。其中木脂素类成分具有抗氧化、保肝、抗炎、抗肿瘤等作用^[4-6]。目前对肉豆蔻、麸煨肉豆蔻中总木脂素的含量测定尚未见有报道。本实验采用紫外分光光度法对肉豆蔻、麸煨肉豆蔻中总木脂素含量进行测定, 为肉豆蔻、麸煨肉豆蔻的质量评价、药效学及木脂素类成分的深入研究提供实验

依据。

1 材料

U-3010 型紫外-可见分光光度计(日本日立公司), AR2140 型电子分析天平(上海奥豪斯公司)。

肉豆蔻及麸煨肉豆蔻(市售, 辽宁中医药大学药学院贾天柱教授鉴定为肉豆蔻科植物肉豆蔻 *Myristica fragrans* Houtt. 的干燥成熟种仁及其炮制品), 去氢二异丁香酚对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 11838-201102), 试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液制备 取肉豆蔻、麸煨肉豆蔻粉末(过 20 目筛)约 0.2 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 50 mL, 密塞, 称定质量, 超声处理(250 W, 30 kHz)30 min, 放冷, 再称定质量, 用甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 2.0 mL, 置蒸发皿中, 水浴蒸干, 残渣加甲醇溶解并定容至 25 mL 量瓶中, 摇匀, 即得。

[收稿日期] 20121229(001)

[基金项目] 国家自然科学基金项目(81274084)

[第一作者] 袁子民, 博士, 副教授, 从事中药炮制工艺及质量标准研究, Tel: 0411-87586010, E-mail: yuanzmin@163.com

[通讯作者] * 贾天柱, 硕士, 教授, 从事中药炮制工艺及机制研究, Tel: 0411-87586499, E-mail: jiatianzhu51@yahoo.com.cn

2.2 线性关系考察 精密称取去氢二异丁香酚对照品 15.0 mg 置 100 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,作为贮备液。分别精密量取贮备液 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6 mL 置 10 mL 量瓶中,加甲醇定容至刻度,摇匀,得系列对照品溶液,以甲醇为空白,于 275 nm 处测吸光度(A)。以 A 为纵坐标,对照品质量浓度为横坐标,得回归方程 $Y = 0.0905X + 0.0042$ ($r = 0.9998$),表明去氢二异丁香酚质量浓度 1.5 ~ 9.0 mg·L⁻¹ 与 A 呈良好线性关系。

2.3 精密度试验 取同一供试品溶液,于 275 nm 处重复测定 6 次 A,结果 RSD 0.52%,表明仪器精密度良好。

2.4 重复性试验 精密称取肉豆蔻样品 6 份,按 2.1 项下方法制备供试液,于 275 nm 处测定 A,结果 RSD 1.3%。

2.5 稳定性试验 取同一供试品溶液,分别在 0, 2, 4, 6, 8 h 于 275 nm 处测定 A,结果 RSD 1.4%,表明样品溶液在 8 h 内保持稳定。

2.6 回收率试验 精密称取已知含量的肉豆蔻粉末(批号 080812)6 份,每份 0.1 g,分别置具塞锥形瓶中,精密加入 0.15 g·L⁻¹ 去氢二异丁香酚对照品溶液 8.0 mL,精密加入甲醇 42.0 mL,制备供试品溶液,测定 A,结果见表 1。

表 1 肉豆蔻中总木脂素含量测定的加样回收率试验

No.	称样量 /g	样品中含量 /mg	实测量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1	0.100 2	1.202 4	2.400 4	99.8		
2	0.100 8	1.209 6	2.375 0	97.1		
3	0.100 3	1.203 6	2.360 5	96.4	97.6	1.2
4	0.101 1	1.213 2	2.381 9	97.4		
5	0.102 2	1.226 4	2.402 3	98.0		
6	0.101 5	1.218 0	2.381 1	96.9		

2.7 样品测定 取肉豆蔻、麸煨肉豆蔻样品各 10 批,按 2.1 项下方法制备供试品溶液,以甲醇为空白测定 A,计算总木脂素含量,结果见表 2。

3 讨论

将对照品溶液、供试品溶液分别在 200 ~ 400 nm 进行扫描,结果对照品溶液、肉豆蔻供试品溶液、麸煨肉豆蔻供试品溶液均在 275 nm 处有最大吸收,因此选择 275 nm 为紫外测定波长。

曾对提取方法(回流、索氏提取、超声)、提取时间、提取溶剂(甲醇、乙醇、80% 乙醇)进行了考察,

表 2 10 批肉豆蔻、麸煨肉豆蔻中总木脂素含量测定($n = 3$)

来源(批号)	产地	肉豆蔻	麸煨肉豆蔻
		/%	/%
浙江中医药大学饮片厂(080812)	印度尼西亚	1.20	1.17
浙江中医药大学饮片厂(080813)	印度尼西亚	1.53	1.46
浙江中医药大学饮片厂(080814)	马来西亚	1.19	1.34
河北安国(080401)	广西	2.13	1.45
安徽沪漕中药饮片厂(081015)	云南	0.913	1.18
四川利民中药饮片有限公司(080901)	广东	0.982	2.21
禹州市金地中药饮片有限公司(081007)	广西	1.08	1.48
辽宁沈阳(080412)	广东	1.28	1.22
浙江中医药大学饮片厂(090414)	印度尼西亚	1.23	1.77
浙江中医药大学饮片厂(090415)	马来西亚	1.76	1.73

结果甲醇超声处理 30 min 总木脂素提取效果较好。由于肉豆蔻中挥发油类成分在紫外 275 nm 处也有吸收,因此为去除挥发油类成分的干扰,供试品溶液的制备采用水浴蒸干后,残渣加甲醇溶解的方法,同未蒸干比较,影响明显降低。通过 HPLC 进一步验证,甲醇-水梯度洗脱,结果发现相应挥发油的色谱峰消失,且重复性较好。

本实验采用紫外分光光度法测定肉豆蔻、麸煨肉豆蔻中总木脂素的含量,方法简便、快速、重复性好。测定结果表明不同产地或批号的肉豆蔻、麸煨肉豆蔻中总木脂素含量存在一定差异,但炮制后是否对总木脂素含量产生影响,还需进一步深入研究。

[参考文献]

- [1] 袁子民,陈剑锋,贾天柱. RP-HPLC 法测定麸煨肉豆蔻中去氢二异丁香酚的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(18): 60.
- [2] 王莹,杨秀伟. 肉豆蔻中新木脂素类化合物的定量分析[J]. 中国现代中药, 2005, 10(2): 10.
- [3] 张蕾,徐云峰,沈硕,等. 肉豆蔻的化学成分研究[J]. 中国现代中药, 2010, 12(6): 16.
- [4] 李峰,张凡,赵佳,等. HPLC 测定长形肉豆蔻中木脂素类成分的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(13): 59.
- [5] 李飞,杨秀伟,程燕,等. 肉豆蔻木脂素的体外代谢初步研究[J]. 中国新药杂志, 2008, 17(7): 560.
- [6] 裴凌鹏,崔箭. 维药肉豆蔻体内抗肿瘤及其免疫调节作用的实验研究[J]. 中国民族民间医药, 2009, 23(7): 23.

[责任编辑 仝燕]