

# 毛细管气相色谱法测定八角茴香油中草蒿脑的含量

林霄, 刘元\*, 柴玲, 刘布鸣, 张宁宁, 李齐修, 稂文旺

(广西中药质量标准重点实验室 广西中医药研究院, 南宁 530022)

**[摘要]** 目的: 采用毛细管气相色谱建立八角茴香油中草蒿脑的含量测定方法。方法: 通过水蒸气蒸馏从八角茴香中提取挥发油, 采用毛细管气相色谱进行分析测定。HP-INNOWax 毛细管柱 (0.32 mm × 30 m, 0.50 μm), 分流比 100:1 程序升温, FID 检测器。结果: 草蒿脑在 0.08 ~ 0.32 μg 峰面积与进样量呈良好线性关系 ( $r = 0.9998$ ), 草蒿脑定量限为 2.0 ng, 平均回收率为 101.0%, RSD 1.27% ( $n = 9$ )。结论: 该方法简便、准确、重复性好, 可作为八角茴香油中草蒿脑的质量控制方法。

**[关键词]** 草蒿脑; 八角茴香油; 气相色谱

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)19-0089-03

**[网络出版地址]** <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20120727.1039.007.html>

**[网络出版时间]** 2012-07-27 10:39

## Determination of Estragole in Anise Oil by Capillary Gas Chromatography

LIN Xiao, LIU Yuan\*, CHAI Ling, LIU Bu-ming, ZHANG Ning-ning, LI Qi-xiu, LANG Wen-wang

(Guangxi Key Laboratory of Traditional Chinese Medicine Quality Standards, Guangxi Institute of Chinese Medicine and Pharmaceutical Science, Nanning 530022, China)

**[Abstract]** **Objective:** To establish a method for the determination of estragole in anise oil. **Method:** The essential oil was extracted from *Illicium verum* and then analyzed by GC. the GC was fitted with HP-INNOWax capillary column (0.32 mm × 30 m × 0.50 μm) film thickness; flame ionization detector and operated under the following conditions: Nitrogen carrier gas; split injection 100:1; temperature programming. **Result:** The calibration curves were linear in the range of 0.08-0.32 μg for estragole,  $r = 0.9998$ , average recovery of estragole was 101.0%, RSD was 1.27% ( $n = 9$ ). **Conclusion:** The method is simple, accurate, reproducible and can be used as the quality control for *Illicium verum*.

**[Key words]** estragole; anise oil; GC

木兰科植物八角茴香 *Illicium verum* Hook. f. 主产于我国的广西、云南<sup>[1]</sup>, 是南亚热带地区特有的经济树种, 其新鲜枝叶或成熟果实经水蒸气蒸馏可得到八角茴香油<sup>[2]</sup>, 油中含有反式茴香脑及草蒿脑等成分, 临床上可用于寒疝腹痛, 肾虚腰痛, 胃寒呕吐, 脘腹冷痛<sup>[2]</sup>。目前, 我国八角茴香油的质量控

制标准有药典标准、国家标准和出口标准。《中国药典》2010年版中八角茴香油的标准规定了反式茴香脑的含量<sup>[3]</sup>, 对草蒿脑没做具体要求, 然草蒿脑具有一定的毒性, 故在八角茴香油的国家标准<sup>[4]</sup>和出口标准<sup>[5]</sup>中均规定了油中草蒿脑的含量上限, 但国家标准和出口标准以面积归一化法测定草蒿脑含量具有一定的局限性。为了完善八角茴香油的标准, 本实验采用毛细管柱气相色谱建立了八角茴香油中草蒿脑含量测定方法。

### 1 仪器与试剂

美国安捷伦 7890A 气相色谱仪。草蒿脑对照品 (estragole), Lot: A0241809, 含量 ≥ 98.0%, 购自美国 ACROS 公司; 水为蒸馏水, 其余试剂均为分析纯。八角茴香油样品, 提取自广西金秀、马山、大新

**[收稿日期]** 20120227(021)

**[基金项目]** 广西科技成果推广与产业化示范项目(桂科产0915010-7E)

**[第一作者]** 林霄, 博士研究生, 从事天然药物化学成分与质量标准研究

**[通讯作者]** \* 刘元, 高级实验师, 从事中药药理学研究与新药开发, Tel: 0771-5881020, E-mail: liuyuan0821@vip.163.com

的八角枝叶,由广西中医药研究院中药所提供。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱为 Agilent HP-INNOWAX 毛细管柱(0.50 μm × 0.32 mm × 30 m);FID 检测器温度 240 ℃,进样口温度 240 ℃,程序升温(初温 120 ℃,保持 5 min,以 2 ℃·min<sup>-1</sup>的速率升温至 160 ℃,再以 30 ℃·min<sup>-1</sup>的速率升温至 220 ℃,保持 10 min);载气氮气,流速 0.5 mL·min<sup>-1</sup>,分流比 100:1。进样量 0.2 μL,理论板数按草蒿脑峰计算 >2 万。对照品及样品气相色谱见图 1,2。

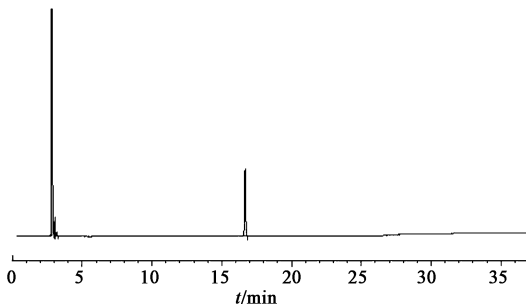


图 1 草蒿脑对照品气相色谱

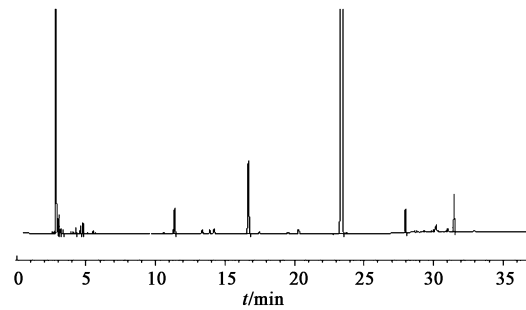


图 2 八角茴香油样品气相色谱

**2.2 对照品溶液的制备** 称取草蒿脑对照品约 100 mg,精密称定,加乙酸乙酯定量稀释成每 1 mL 中约含草蒿脑 1.0 mg。

**2.3 供试品溶液的制备** 取八角茴香油约 200 mg,精密称定,置 10 mL 量瓶中,加乙酸乙酯至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

**2.4 线性范围考察** 称取草蒿脑对照品约 100 mg,精密称定,得 101.70 mg,置 10 mL 量瓶中,加乙酸乙酯至刻度,摇匀,作为标准品储备溶液。精密吸取该对照品储备溶液 0.4,0.6,0.8,1.0,1.2,1.4,1.6 mL,分别置 10 mL 量瓶中,加乙酸乙酯溶解并稀释至刻度,摇匀,按上述色谱条件,进样 0.2 μL,测定,以草蒿脑峰面积积分为纵坐标,草蒿脑进样浓度为横坐标做标准曲线图,得回归方程  $Y = 751.75X + 3.4369$  ( $r = 0.9995$ ),表明草蒿脑进样量在 0.08136 ~ 0.32544 μg 呈良好的线形关系。

**2.5 检测限与定量限** 取草蒿脑对照品适量,精密称定,用乙酸乙酯溶解并制成适宜浓度的溶液,在上述色谱条件下测定,以信噪比为 3:1 及 10:1 计算,测得草蒿脑的检测限及定量限分别为 0.68, 2.0 ng。

**2.6 精密度和重复性试验** 分别吸取同一供试品(广西金秀八角油)溶液,重复进样 6 次,依法测定,记录草蒿脑峰面积,测得草蒿脑含量为 5.22%,RSD 0.40% ( $n = 6$ )。

**2.7 加样回收试验** 取同一批次已测知含量(5.22%)的八角茴香油 9 份,每份 100 mg,精密称定,平均分为 3 组,按高中低浓度分别精密加入草蒿脑对照品溶液 3,5,7 mL,按供试品溶液制备方法制备,再按上述色谱条件进样,计算,结果见表 1。

表 1 草蒿脑的加样回收率

No.	取样量 /mg	样品中含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	102.94	5.3759	3.0022	8.3535	99.18		
2	103.09	5.3837	3.0022	8.3712	99.51		
3	102.87	5.3722	3.0022	8.4078	101.11		
4	103.07	5.3826	5.0036	10.4805	101.88		
5	102.87	5.3722	5.0036	10.3648	99.78	100.99	1.27
6	102.96	5.3769	5.0036	10.4728	101.85		
7	103.08	5.3832	7.0050	12.6075	103.13		
8	102.87	5.3722	7.0050	12.4454	100.97		
9	102.86	5.3717	7.0050	12.4807	101.48		

# 宁夏不同产地野生与种植甘草中总黄酮的含量比较

张立明<sup>1,2\*</sup>, 张霞<sup>1,2</sup>, 权洪峰<sup>1,2</sup>, 钱志强<sup>1,3</sup>, 纪涛<sup>1,3</sup>, 杨丽<sup>1,3</sup>, 鲍丹娜<sup>1,3</sup>

(1. 宁夏医科大学药学院, 银川 750004; 2. 宁夏回药现代化工程技术研究中心, 银川 750004;  
3. 宁夏医药研究所, 银川 750004)

**[摘要]** 目的: 比较宁夏不同产地野生及种植甘草中总黄酮含量。方法: 采用紫外分光光度法测定总黄酮含量, 对宁夏各产地野生与种植甘草中总黄酮含量进行比较分析。结果: 甘草黄酮在  $4.36 \sim 43.6 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  成良好的线性关系, 回归方程为  $Y = 0.013X + 0.054 (R = 0.9992)$ ; 宁夏不同产地甘草中总黄酮含量差异较大, 同一产地野生甘草的总黄酮含量大于种植品, 旱地种植甘草中总黄酮含量高于水地种植品。结论: 环境综合机制对甘草中总黄酮含量的影响明显, 该研究为宁夏甘草的可持续利用与研究提供参考。

**[关键词]** 甘草; 总黄酮; 野生; 种植;

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)19-0091-03

**[网络出版地址]** <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20120731.1211.014.html>

**[网络出版时间]** 2012-07-31 12:11

## Comparative Study on Total Flavonoids Content of Several Kinds of Wild and Cultivated Glycyrrhiza uralensis in Different Producing Regions in Ningxia

ZHANG Li-ming<sup>1,2\*</sup>, ZHANG Xia<sup>1,2</sup>, QUAN Hong-feng<sup>1,2</sup>, QIAN Zhi-qiang<sup>1,3</sup>,  
JI Tao<sup>1,3</sup>, YANG Li<sup>1,3</sup>, BAO Dan-na<sup>1,3</sup>

(1. College of Pharmacy, Ningxia Medical University, Yinchuan 750004, China;  
2. Ningxia Engineering and Technology Research Center for Modernization of Hui Medicine, Yinchuan 750004, China; 3. Ningxia Pharmaceutical Institute, Yinchuan 750004, China)

**[Abstract]** **Objective:** The essay aims at making a comparative study on the total flavonoids content of

**[收稿日期]** 20111129(004)

**[基金项目]** 宁夏自然科学基金项目(NZ1091); 宁夏医科大学面上项目(XM201014); 宁夏大学生创新实践项目(宁教函[2010]381号)

**[通讯作者]** \*张立明, 硕士, 教授, 从事天然药物研究, Tel:13995117389, E-mail:nyzlm@163.com

**2.8 样品含量测定** 按供试液溶液的制备及检测方法, 分别测定广西金秀、马山、大新3个产地的八角油样品, 其含量分别为5.22%, 5.33%, 5.27%。

### 3 讨论

采用气相色谱面积归一化法测定的是组分的相对含量, 现行的八角茴香油的药典标准、国家标准和出口标准均有一定的局限性。八角茴香油中草蒿脑的实际含量测定未见文献报道, 本方法采用了毛细管气相色谱外标法建立了八角茴香油中草蒿脑的含量测定方法, 研究结果可为更好地控制八角茴香油

的质量提供参考依据。

### [参考文献]

- [1] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1998: 450.
- [2] 中国药典[S]. 一部, 2010: 4.
- [3] 中国药典[S]. 一部, 2010: 365.
- [4] GB 15068-2008, 八角茴香(精)油[S].
- [5] SN/T 0039-1992, 出口八角茴香油[S].

[责任编辑 顾雪竹]