

## GC 法测定灵丹草油中 $\alpha$ -芹子烯的含量

余启荣<sup>1</sup>, 高柏丽<sup>1</sup>, 胡玉霞<sup>1</sup>, 周春莺<sup>1</sup>, 高茗<sup>2</sup>, 和芳<sup>1\*</sup>

(1. 北京创立科创医药技术开发有限公司, 北京 100029; 2. 云南盘龙云海药业有限公司, 云南 675000)

[摘要] 目的: 建立灵丹草油中  $\alpha$ -芹子烯的含量测定方法。方法: 采用气相色谱法, 色谱柱为 HP-5MS 毛细管柱; 检测器为 FID; 程序升温为初始温度 80  $^{\circ}\text{C}$ , 保持 2 min, 以每分钟 2  $^{\circ}\text{C}$  的速率升温至 150  $^{\circ}\text{C}$ , 再以每分钟 10  $^{\circ}\text{C}$  的速率升温至 200  $^{\circ}\text{C}$ , 保持 8 min。结果:  $\alpha$ -芹子烯在 0.014 76 ~0.590 4  $\mu\text{g}$  线性关系良好 ( $r = 0.999\ 9$ ,  $n = 5$ ), 平均回收率为 99.38% ( $n = 5$ ), RSD 1.26%。结论: 本实验方法可靠, 重复性好, 专属性强, 可用于灵丹草油中  $\alpha$ -芹子烯的含量测定, 以控制灵丹草油的质量。

[关键词] 灵丹草油;  $\alpha$ -芹子烯; 气相色谱法

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)09-0044-02

## Determination of $\alpha$ -selinene in Volatile Oil from *Laggera pterodonta*( DC. ) Benth by GC

YU Qi-rong<sup>1</sup>, GAO Bai-li<sup>1</sup>, HU Yu-xia<sup>1</sup>, ZHOU Chun-ying<sup>1</sup>, GAO Ming<sup>2</sup>, HE Fang<sup>1\*</sup>

(1. Beijing Supertrack Medical Technology Develop Ltd., Beijing 100029, China;

2. Yunnan PanLongYunHai Pharmaceutical Co., Ltd., Yunnan 675000, China)

**[Abstract] Objective:** To establish a method for determination of  $\alpha$ -selinene in *Laggera pterodonta*( DC. ) Benth Oil by GC. **Method:** The GC equipped with FID detector, and a HP-5MS capillary column was used. The temperature program of column oven was set as follows: 80  $^{\circ}\text{C}$  for 2 min, increased to 150  $^{\circ}\text{C}$  at a rate of 2  $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ , then at 10  $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  to 200  $^{\circ}\text{C}$ , held for 8 min. **Result:**  $\alpha$ -selinene was linear ( $r = 0.999\ 9$ ,  $n = 5$ ) in the range of 0.014 76 ~0.590 4  $\mu\text{g}$ ; The average recovery was 99.38% ( $n = 6$ ), and RSD 1.26%. **Conclusion:** The method can be used to determine the content of  $\alpha$ -selinene in *L. pterodonta* Oil.

**[Key words]** *Laggera pterodonta* Oil;  $\alpha$ -selinene; gas chromatography

灵丹草油为菊科植物臭灵丹 *Laggera pterodonta* ( DC. ) Benth. 的干燥地上部分<sup>[1]</sup>经水蒸气蒸馏提取的挥发油。臭灵丹 *L. pterodonta*( DC. ) Benth., 别名狮子草、臭叶子、六棱菊、野辣烟、归经草、鱼富有, 始载于《滇南本草》。其基源植物为菊科 Compositae 六棱菊属 *Laggera* Sch. -Bip. ex Hochst. 植物翼齿六棱菊的全草或叶, 翼齿六棱菊主要分布于云南、四川和西

藏等地, 是民族用药, 云南资源丰富。研究表明该植物的挥发油具有较好祛痰作用, 对实验性急性支气管炎也有效<sup>[2]</sup>。本试验对灵丹草油中  $\alpha$ -芹子烯的含量进行测定, 为制定灵丹草油质量标准提供实验依据。

### 1 仪器与试剂

美国 Thermo Finnigan Trace 2000 气相色谱仪; KQ-250DB 型数控超声波清洗器( 昆山市超声仪器有限公司); Sartorius CP225D 电子天平( 北京赛多利斯仪器系统有限公司);  $\alpha$ -芹子烯对照品( 自制, 纯度达 98.5% 以上); 正己烷为分析纯; 灵丹草油( 云南盘龙云海药业有限公司提供, 批号为 080701, 080702, 080703)。

### 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱为弹性石英毛细管柱( 0.25

[收稿日期] 20100204(001)

[基金项目] 国家十一五科技支撑计划项目(2006BAI06A18-01)

[第一作者] 余启荣, 甘肃通渭人, 主要从事新药研究, E-mail: longyuanren686@sina.com

[通讯作者] \* 和芳, 主要从事药学研究及管理工作, E-mail: fanghe@vip.sina.com

mm ×30 m, 0.25 μm) HP-5MS; 进样口温度 250 ; 检测器温度 250 ; 载气(氦气)流速 10.0 mL · min<sup>-1</sup>; FID 检测器 Air 350 mL · min<sup>-1</sup>, H<sub>2</sub> 35 mL · min<sup>-1</sup>, N<sub>2</sub> 30 mL · min<sup>-1</sup>; 分流比 10 : 1; 进样量 1 μL。程序升温初始温度 80 , 保持 2 min, 以 2 · min<sup>-1</sup>的速率升温至 150 , 再以 10 · min<sup>-1</sup>的速率升温至 200 , 保持 8 min。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取 -芹子烯对照品适量, 加正己烷制成 0.2 g · L<sup>-1</sup>的溶液, 即得。

**2.3 供试品溶液的制备** 取灵丹草油 60 mg, 精密称定, 置 25 mL 量瓶中, 加正己烷 20 mL, 超声处理(功率 250 W, 频率 40 KHz) 5 min, 放冷, 加正己烷至刻度, 摇匀, 即得。

**2.4 系统适应性试验** 在上述色谱条件下, 分别吸取对照品溶液、供试品溶液各 1 μL, 注入气相色谱仪, 得色谱图见图 1; 结果供试品中各峰与待测成分分离良好, 理论板数按 -芹子烯峰计算应不低于 20 000。

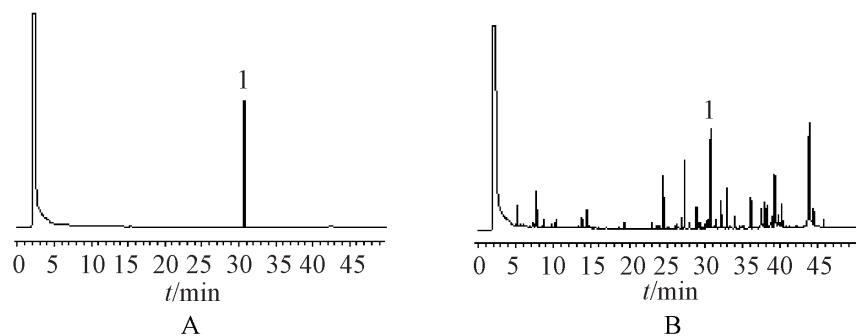


图 1 灵丹草油中 -芹子烯含量测定 GC 色谱图  
A. 对照品; B. 样品; 1. -芹子烯

**2.5 线性关系考察** 精密量取 -芹子烯(浓度为 1.476 g · L<sup>-1</sup>) 对照品溶液 0.02, 0.20, 0.40, 0.50, 0.80 mL, 置于 2 mL 量瓶中, 加正己烷稀释至刻度, 摇匀, 分别精密吸取 1 μL, 注入气相色谱仪, 进行测定; 以 -芹子烯进样量对色谱峰面积值作标准曲线。计算得回归方程  $Y = 8.09 \times 10^7 X - 1.44 \times 10^5$ ,  $r = 0.9999$ , 表明 -芹子烯在 0.014 76 ~ 0.590 4 μg 呈良好线性关系。

**2.6 精密度试验** 取供试品溶液, 连续测定 6 次, 计算得 -芹子烯峰面积 RSD 为 0.97%。

**2.7 稳定性试验** 取供试品溶液分别在 0, 1, 4, 8, 24 h 进样测定, 计算得 -芹子烯峰面积 RSD 为 1.08%, 结果表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

**2.8 重复性试验** 取灵丹草油(批号 080701) 适量, 精密称取 6 份, 按供试品溶液制备方法制备后进行测定, 计算得 -芹子烯含量平均值为 78.99 mg · g<sup>-1</sup>, RSD 为 1.05%, 表明该方法重复性良好。

**2.9 回收率试验** 采用加样回收法, 取本品(批号

080701) 约 30 mg, 精密称定, 分别置 25 mL 量瓶中, 加 -芹子烯对照品溶液 3 mL(0.784 g · L<sup>-1</sup>), 加正己烷 15 mL, 超声处理(功率 250 W, 频率 40 KHz) 5 min, 放冷, 加正己烷至刻度, 摇匀, 即得; 精密量取 1 μL, 注入气相色谱仪, 测定, 计算加样回收率, 数据表明供试品溶液中 -芹子烯平均加样回收率为 99.38%, RSD 1.26%。结果见表 1。

表 1 灵丹草油中 -芹子烯的回收率(n=6)

样品中含量 / mg	测定量 / mg	回收率 / %	平均值 / %	RSD / %
2.060 8	4.360 7	97.78	99.38	1.26
2.283 5	4.635 0	99.97		
2.328 6	4.672 3	99.65		
2.504 7	4.823 3	98.58		
2.162 7	4.547 2	101.38		
2.444 7	4.772 3	98.96		

注: 加入量为 2.352 mg。

**2.10 样品测定** 取本品 3 批样品, 按正文供试品溶液制备方法制备后进行测定, 经计算 3 批灵丹草油中 -芹子烯含量(n=2) 分别为 7.88%, 7.83%, 7.75%。

### 3 讨论

参考文献<sup>[3]</sup> 色谱条件, 对柱温的升温程序进行了优化, 经如下不同程序升温实验 初始温度为 50 , 保持 2 min, 以 4 · min<sup>-1</sup> 升温至 240 ; 初始温度为 80 , 保持 2 min, 以 2 · min<sup>-1</sup> 升温至 200 ; 初始温度为 80 , 保持 2 min, 2 · min<sup>-1</sup> 升温至 150 , 再以 5 · min<sup>-1</sup> 升温至 200 , 保持 2 min; 初始温度为 80 , 保持 2 min, 以 2 · min<sup>-1</sup> 升温至 165 , 再以 10 · min<sup>-1</sup> 升温至 200 , 保持 2 min; 初始温度为 80 , 保持 2 min, 以 2 · min<sup>-1</sup> 升温至 150 , 再以 10 · min<sup>-1</sup> 升温至 200 , 保持 8 min。由上述 5 个测定条件结果看, 程序升温 各峰分离良好, 分析时间适中, 故将程序升温 确定为本品测定色谱条件。

### [参考文献]

[1] 国家药典委员会编. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 1977: 482.  
[2] 江苏新医学院. 中药大辞典[M]. 下册. 上海: 上海人民出版社, 1977: 1889.  
[3] 魏均嫻, 胡建林, 王传宝. 臭灵丹挥发油的化学成分研究[J]. 昆明医学院学报, 1992, 13(2): 21.

[责任编辑 顾雪竹]