

• 质量标准 •

# 河南产山檀挥发油的指纹图谱研究

雷敬卫<sup>1,2</sup>, 陈随清<sup>2</sup>, 吴德康<sup>1\*</sup>

(1. 南京中医药大学, 江苏 南京 210046; 2. 河南中医学院, 河南 郑州 450008)

[摘要] 目的: 研究山檀药材挥发油的 GC 指纹图谱分析方法; 方法: 色谱柱: HP-5(5%)-二苯基聚硅氧烷共聚物; 毛细管柱(30 m × 0.32 mm, 0.25 μm); FID 检测器温度: 240 °C; 程序升温: 65 °C 持续 3 min; 再以 3 °C·min<sup>-1</sup>, 65 °C → 85 °C; 1 °C·min<sup>-1</sup>, 85 °C → 90 °C; 3 °C·min<sup>-1</sup>, 90 °C → 99 °C; 0.2 °C·min<sup>-1</sup>, 99 °C → 100 °C; 5.0 °C·min<sup>-1</sup>, 100 °C → 200 °C, 200 °C 持续 3 min。结果: 建立山檀挥发油的气相色谱指纹图谱。结论: 山檀药材挥发油指纹图谱的特征性及专属性强, 可用于山檀药材的鉴别及质量控制。

[关键词] 山檀; 挥发油; 气相色谱; 指纹图谱

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2009)10-0001-03

## GC Fingerprints of Volatile Oil from Radix Linderae Reflexae in Henan Province

LEI Jing-wei<sup>1,2</sup>, CHEN Sui-qing<sup>2</sup>, WU De-kang<sup>1\*</sup>

(1. Nanjing University of TCM, Nanjing 210046, China; 2. Henan University of TCM, Zhengzhou 450008, China)

[Abstract] **Objective:** To develop a capillary GC for fingerprint analysis of the volatile oil from Radix Linderae Reflexae. **Method:** The analysis was carried out on a HP-5. capillary column(30 m × 0.32 mm, 0.25 μm). The temperature of FID detector was set to 240 °C; The temperature program was as follows: 65 °C for three minutes, the 3 °C·min<sup>-1</sup> to 85 °C, 1 °C·min<sup>-1</sup> to 90 °C, 3 °C·min<sup>-1</sup> to 99 °C; the 0.2 °C·min<sup>-1</sup> to 100 °C; 5.0 °C·min<sup>-1</sup> to 200 °C, and then retained the temperature at 200 °C for three minutes. **Result:** The GC fingerprints of the volatile oil from Radix Linderae Reflexae was established. **Conclusion:** This method is simple and reliable, and it can be used for quality control of Radix Linderae Reflexae.

[Key words] Radix Linderae Reflexae; essential oil; GC; fingerprint

山檀为樟科山胡椒属植物山檀 *Lindera reflexa* Hemsl 的干燥根。性温、味辛, 归肺、胃经, 具有行气止痛、健脾消积、活血消肿等作用。山檀地上部分挥发油中分离得到 33 个化合物, 地下部分挥发油得到 34 个化合物, 两部分挥发油都以桉油精为主<sup>[1]</sup>。为了对河南产山檀药材资源建立客观、整体和多指标

的综合评价体系, 本试验以其所含挥发性成分为控制指标对河南信阳地区不同产地、不同采收期的 10 批山檀样品进行了测定, 以桉油精为参照峰, 得到 14 个比较稳定的共有指纹峰, 建立了山檀药材的挥发油标准指纹图谱<sup>[2-3]</sup>, 以此作为山檀挥发油的质量控制的标准, 为评价山檀质量稳定性和市场商品质量的一致性的判别提供依据, 同时也为该植物资源的开发利用和深入研究奠定了基础。

### 1 材料

气相色谱仪(Agilent6890N, 美国安捷伦公司); 正己烷、石油醚、甲醇(分析纯, 天津市化学试剂三厂); 桉油精对照品(批号: 110788-9202, 中国药品生物制品检定所)。

[收稿日期] 2009-03-02

[基金项目] 教育部科学技术研究重点项目(206085); 河南省科技攻关项目(0523031800); 河南省教育厅科技攻关项目(2008A360016)

[通讯作者] \* 吴德康, Tel: (025) 85811511; E-mail: wudekang2008@126.com

山檀样品分别于 2005 年 4~ 10 月采自河南省信阳地区, 经河南中医学院生药教研室陈随清教授鉴定系樟科山胡椒属植物山檀 *Lindera reflexa* Hemsl 的根, 标本存于河南中医学院生药研究室。

表 1 山檀样品来源

No	产地	No	产地
S1	河南省新县江淮岭(4月)	S6	河南省新县江淮岭(10月)
S2	新县田铺(4月)	S7	新县田铺(10月)
S3	新县金兰山	S8	信阳狮河港
S4	新县北冲山	S9	信阳鸡公山
S5	新县县城	S10	西峡县

## 2 实验部分

**2.1 色谱条件** 色谱柱: HP-5(5%)-二苯基聚硅氧烷共聚物, 毛细管柱(30 m × 0.32 mm, 0.25 μm); 检测器: 氢焰离子化检测器(FID); 检测器温度: 240 °C; 空气流量: 300 mL · min<sup>-1</sup>; 氢气流量: 30 mL · min<sup>-1</sup>; 载气: 氮气; 载气流速: 1.0 mL · min<sup>-1</sup>; 程序升温条件: 65 °C持续 3 min; 再以 3 °C · min<sup>-1</sup>, 65 °C → 85 °C; 1 °C · min<sup>-1</sup>, 85 °C → 90 °C; 3 °C · min<sup>-1</sup>, 90 °C → 99 °C; 0.2 °C · min<sup>-1</sup>, 99 °C → 100 °C, 5.0 °C · min<sup>-1</sup>, 100 °C → 200 °C, 200 °C持续 3 min。

**2.2 供试品溶液的制备** 取山檀样品粗粉 50 g, 参照 2005 版《中国药典》挥发油测定法甲法进行提取<sup>[4]</sup>。得 10 批山檀挥发油。分别精密量取 10 批山檀挥发油各 0.1 mL, 置 1 mL 量瓶中, 加正己烷至刻度, 摇匀作为供试品溶液。

**2.3 对照品溶液的制备** 山檀挥发油中桉油精含量较高<sup>[1]</sup>, 故选用桉油精作为参照物, 精密量取桉油精对照品 0.05 mL, 置 1 mL 量瓶中, 加正己烷至刻度, 摇匀作为桉油精对照品溶液。

**2.4 精密度考察** 以 S4 山檀药材的挥发油为供试品, 按上述方法进行制备并进行检测, 连续进样 6 次, 检测指纹图谱, 以桉油精的保留时间和积分面积为参照, 计算各共有色谱峰的相对保留时间和相对峰面积的 RSD 均小于 3.0%, 结果表明仪器检测系统的精密度良好。

**2.5 重复性试验** 取 S4 山檀药材的挥发油 6 份, 按上述方法进行制备并进行检测, 记录各共有色谱峰保留时间和积分面积, 以桉油精的保留时间和积分面积为参照, 计算各色谱峰的相对保留时间和相对峰面积的 RSD 均小于 3.0%, 结果表明方法重复性良好。

**2.6 稳定性试验** 取新鲜制备的编号为 S4 的供试

品溶液, 在 0, 1, 2, 4, 8, 24 h 时进行测定, 记录各共有色谱峰保留时间和积分面积。以桉油精的保留时间和积分面积为参照, 计算各色谱峰的相对保留时间和相对峰面积的 RSD 均小于 3.0%, 结果表明, 样品溶液在 24 h 内稳定性良好。

**2.7 山檀挥发油指纹图谱的建立** 根据 10 批供试品气相图谱所给出的相关参数见图 1, 山檀挥发油所有成分的色谱峰在 49 min 之内全部出现。通过与对照品图谱对照, 指认其中的 4 号峰为桉油精。从指纹图谱中可以看出桉油精峰面积积分百分比较大, 因此选桉油精为参照峰, 参照《中药注射剂指纹图谱研究的技术要求》(暂行), 并根据 10 批供试品气相图谱, 采用“中药色谱指纹图谱相似度评价系统”软件生成对照指纹图谱, 见图 2。

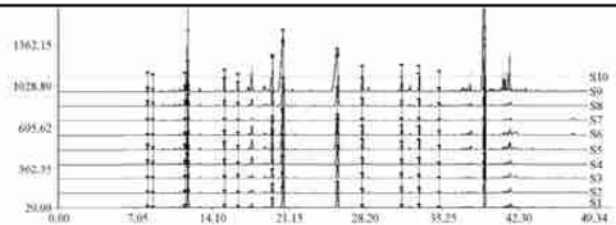


图 1 匹配后不同来源山檀药材的气相色谱图

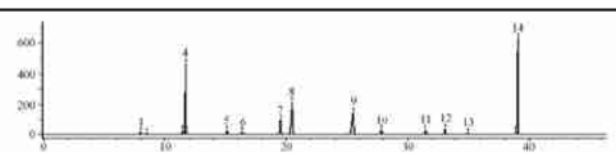


图 2 山檀挥发油共有模式对照指纹图谱

**2.8 山檀药材挥发油指纹图谱相似度分析** 10 个不同山檀药材挥发油与共有模式对照指纹图谱的相似度分别为 0.981, 0.971, 0.912, 0.972, 0.961, 0.970, 0.965, 0.985, 0.898, 0.776, 结果显示, 不同产地山檀药材在上述色谱条件下分析所获得的气相指纹图谱, 以共有模式为参照进行相似度分析, 其相似度除 S10(河南省西峡县) 为 0.776 外, 其余均在 0.89 以上。说明山檀药材挥发油的化学成分一致性较好, 比较稳定。

## 3 结果与讨论

本实验曾采用石油醚为溶剂, 结果发现石油醚溶剂峰数甚多, 并且溶剂峰与样品中的峰重合, 很难分离。又换其它溶剂, 如乙醚, 正己烷等, 结果发现正己烷溶剂峰较少, 且不与样品峰重合, 故选用正己烷作溶剂进行指纹图谱的测定。

从 10 批山檀挥发油气相色谱图相似度比较中可以看出, S9(河南省西峡县) 气相色谱图与其他产地的色谱图存在显著差异。河南省新县各个地方所

产的山檀药材挥发油各个共有峰比较一致,这说明本实验建立的山檀挥发油指纹图谱共有模式可以较为全面地反映样品中化学成分的信息,故河南产用于临床的山檀样品气相指纹图谱应与标准指纹图谱一致。为建立山檀的质量控制方法提供了科学依据。

#### [参考文献]

[1] 罗永明,黄璐琦,汪平,等.山檀地上、地下部分挥发

油成分的研究[J].中国药学杂志,2004,39(4):307.

[2] 洪筱坤,王智华.中药数字化色谱指纹图谱[M].上海:上海科学技术出版社,2003:18.

[3] 谢培山.中药色谱指纹图谱[M].北京:人民卫生出版社,2005:8-13.

[4] 国家药典委员会.中华人民共和国药典[S].一部,北京:化学工业出版社,2005:57.