

苍术油定性定量方法

杨立新¹, 王维皓¹, 冯伟红¹, 刘丽梅², 王瑞海², 陈琳², 朱晓宇³, 许剑琴⁴, 刘凤华^{3*}

(1. 中国中医科学院中药研究所, 北京 100700; 2. 中国中医科学院基础理论研究所, 北京 100700;
3. 北京农学院, 北京 102206; 4. 中国农业大学, 北京 100083)

[摘要] 目的: 制定苍术油定性定量方法。方法: 采用薄层色谱法对苍术挥发油进行 TLC 鉴别; 气相色谱法测定苍术挥发油中 β -桉叶醇的含量。以正十六烷为内标物, HP-5 弹性石英毛细管柱。结果: β -桉叶醇在 6~14 μg 范围线性关系良好, $r=0.9999$, 平均回收率 98.8%。结论: 苍术的 TLC 鉴别具有专属性; β -桉叶醇的测定方法稳定, 重复性好, 可作为苍术油原料质量控制方法。

[关键词] 苍术油; β -桉叶醇; 气相色谱法

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2008)10-0016-02

苍术以提取的挥发油入药。至今苍术油尚无完整的质量标准可依, 在参考有关含量测定, 定性鉴别及指纹图谱分析等文献基础上^[1-4], 本文报道苍术油的 TLC 专属鉴别及活性主成分 β -桉叶醇的含量测定方法。

1 仪器、材料与试剂

1.1 仪器 TRACE GC 气相色谱仪(美国 Finnigan 公司), FID 检测器。

1.2 试剂 β -桉叶醇(Sigma 公司批号 1227341-13905225, 纯度为 98% 以上)。苍术对照药材(120932-200405), 购自中国生物制品检定所, 内标物正十六烷(色标 951010), 正己烷分析纯, 北京化学试剂公司。

1.3 材料 苍术药材购于湖北英山茅苍术种植基地, 经中国中医科学院中药研究所冯学峰副研究员鉴定为菊科植物茅苍术 *Atractylodes lancea* (Thunb.) DC. 的干燥根茎。苍术油以上述药材为原料, 由中国中医科学院中医方正研究中心提取制备。

2 方法与结果

2.1 定性鉴别 取挥发油 0.1 g, 加正己烷 10 mL 使溶解, 作为供试品溶液。另取苍术对照药材 1 g, 加正己烷 10 mL, 超声处理 15 min, 滤过, 滤液作为对照药材溶液。再取 β -桉叶醇对照品, 加正己烷制成每

1 mL 含 4 mg 的溶液, 作为对照品溶液。吸取上述 3 种溶液各 3 μL , 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(60~90) °C-乙酸乙酯(10:1.5) 为展开剂, 展至约 12 cm, 取出, 晾干, 再以环己烷为展开剂, 展至约 18 cm, 取出, 晾干, 喷以 5% 对二甲氨基苯甲醛的 10% 硫酸乙醇溶液, 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照药材、对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

2.2 含量测定

2.2.1 色谱条件 HP-5 石英毛细管色谱柱(300 mm \times 0.32 mm, 0.25 μm , 交联 5% 苯基甲基聚硅氧烷为固定相); 氢火焰离子检测器; 流动相: 高纯氮恒流模式, 流速 1 mL \cdot min⁻¹, 分流比 20:1, 进样器温度 230 °C, 检测器温度 240 °C; 初始柱温 150 °C; 保持 20 min; 以 15 °C \cdot min⁻¹ 速度升温到 200 °C; 保持 5 min。理论板数按 β -桉叶醇峰计为 50 000。上述色谱条件下, 苍术油中 β -桉叶醇色谱峰与其它成分分离良好, 见图 1, 图 2。

2.2.2 内标溶液的制备 精密称取内标物正十六烷 0.205 0 g, 置 10 mL 量瓶中, 以正己烷稀释至刻度, 制成 20.5 mg \cdot mL⁻¹ 的内标溶液。

2.2.3 校正因子测定 精密称取 β -桉叶醇对照品约 25 mg, 精密称定, 置 25 mL 量瓶中, 精密加入内标溶液 1 mL, 加正己烷至刻度, 摇匀, 取 1 μL , 注入气相色谱仪, 计算校正因子。

2.2.4 供试品溶液的制备 取苍术油约 75 mg, 精密称定, 置 25 mL 量瓶中, 精密加入内标溶液 1 mL,

[收稿日期] 2008-03-04

[基金项目] 北京市科委项目(Y0705003041631)

[通讯作者] * 刘凤华, Tel: (010) 80799147

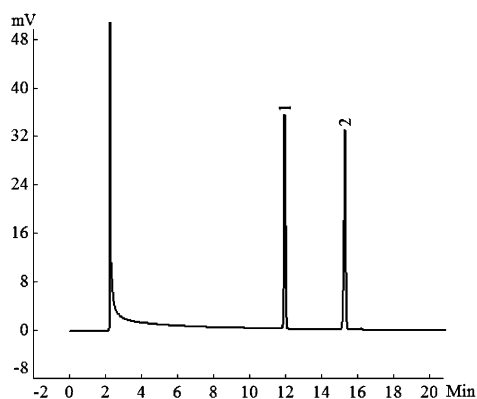


图 1 β -桉叶醇及内标物气相色谱图
1. 正十六烷; 2. β -桉叶醇

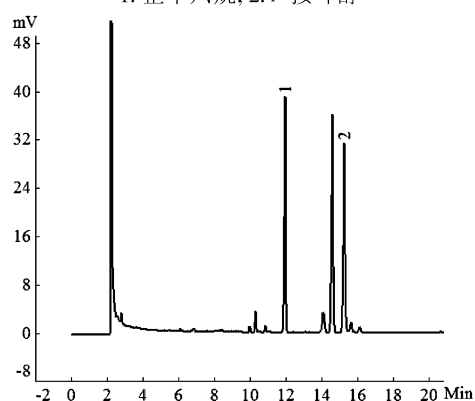


图 2 苍术油气相色谱图
1. 正十六烷; 2. β -桉叶醇

用正己烷溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.2.5 测定法 吸取供试品溶液 1 μ L, 注入气相色谱仪, 测定, 根据色谱图的峰面积, 以内标校正因子计算, 即得。

2.2.6 线性关系考察 取 β -桉叶醇对照品制成 4 $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的溶液, 精密吸取 1.5 2 2.5 3 3.5 ml 置 10 ml 量瓶中, 加入内标溶液 0.4 ml, 以正己烷稀释至刻度, 摇匀, 吸取 1 μ L 注入气相色谱仪, 连续进样三次, 测定峰面积, 以对照品/内标物面积之比为纵坐标(Y), 对照品进样量(μ g) 为横坐标, 绘制标准曲线, 其回归方程为 $Y = 1.07 \times 10^{-1} X - 1.22 \times 10^{-2}$, $r = 0.9999$, 结果表明 β -桉叶醇在 6~ 14 μ g 范围内线性关系良好。

2.2.7 精密度试验 取供试品溶液, 连续进样 5 次, 测得 β -桉叶醇与内标峰面积比值的 RSD 为 1.5%。

2.2.8 重复性试验 取同一批号样品(060911) 按 2.2.4 项下操作制备供试品溶液 5 份, 按 2.2.1 色谱条件测定, 计算样品中 β -桉叶醇平均含量为 29.1%, RSD 为 0.65%。

2.2.9 加样回收率试验 取已知含量的挥发油 6 份, 每份约 0.04 g, 精密称定, 分别精密加入 β -桉叶醇对照品约 10 mg, 测定并计算加样回收率, 结果见表 1。

表 1 β -桉叶醇加样回收率

编号	取样量 (mg)	加入量 (mg)	样品中含量 (mg)	测出总量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	37.04	11.50	10.79	22.12	98.5		
2	36.89	11.50	10.74	21.88	96.8		
3	37.42	11.55	10.90	22.47	100.1		
4	37.88	11.25	11.03	22.09	98.2	98.8	1.7
5	37.25	10.15	10.85	20.74	97.4		
6	37.66	10.50	10.97	21.63	101.5		

2.2.10 样品测定 精密称取 3 批样品, 按拟定方法制备成供试品溶液, 精密吸取供试品溶液 1 μ L, 注入气相色谱仪, 按内标法计算苍术油中 β -桉叶醇含量, 结果见表 2。

表 2 β -桉叶醇含量测定结果($n = 3$)

批号	含量 (%)	RSD (%)
060911	29.1	0.32
060915	28.7	0.69
060920	29.2	0.13

3 讨论

本文选用气相色谱内标法进行含量测定, 内标较外标法更准确可靠。

实验曾选用十五醇、十八烷作为内标, 结果两者的保留时间与 β -桉叶醇相差较远。最后选择正十六烷为内标物, 其出峰时间在 β -桉叶醇前 2 min, 正值恒温区域, 故基线平整, 分离度及重复性较好, 图谱清晰。

[参考文献]

- [1] 傅梅红, 王金华, 张颖, 等. 气相色谱法测定苍术中有效成分 β -桉叶醇含量的方法学研究[J]. 中国中药杂志, 2000, 25(11): 680.
- [2] 闫雪生, 刘青. 苍术中 β -桉叶醇含量测定[J]. 中成药, 2004, 26(5): 414-416.
- [3] 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: 30.
- [4] 苗明三, 李振国. 现代实用中药质量控制技术[M]. 北京, 人民卫生出版社, 2000: 499.