

# 高效液相色谱法测定莪术油中 莪术二酮和牦牛儿酮的含量

李成网<sup>1,2\*</sup>, 王唯红<sup>1</sup>

(1. 山东大学药学院, 山东 济南 250100; 2. 安徽省医学科学研究所, 安徽 合肥 230061)

[摘要] 目的: 建立莪术油中莪术二酮和牦牛儿酮的含量测定方法。方法: 采用 Kromasil-CN 柱(150 mm × 4.6 mm), 乙腈-水(32:68)为流动相, 检测波长为 220 nm。结果: 莪术二酮的回收率为 100.4%, RSD=1.5% (n=5); 牦牛儿酮的回收率为 97.8%, RSD=1.6% (n=5)。结论: 该法简便、快速、重复性好, 可作为莪术油及其制剂的定量分析方法。

[关键词] 莪术油; 莪术二酮; 牦牛儿酮; 高效液相色谱

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2007)03-0012-03

## Determination of Curdione and Germacrone in Volatile Oil of Curcuma Wenyujin by HPLC

LI Cheng-wang<sup>1,2\*</sup>, WANG Wei-hong<sup>1</sup>

(1. The School of Pharmaceutical Sciences of Shandong University, Jinan 250100, China;

2. Anhui Institute of Medical Science, Hefei 230061, China)

[Abstract] **Objective:** To develop a method for determination of Curdione and germacrone in Zedoary turmeric oil. **Method:** The analysis was performed on a Kromasil-CN column, with a mobile phase of acetonitrile-water(32:68), the detection wavelength was 220 nm. **Result:** The recovery of curdione was 100.4%, RSD = 1.5%, The recovery of germacrone was 97.8%, RSD = 1.6%. **Conclusion:** This method is simple and repeatable, and it be used for the quantitative analysis of curdione and germacrone in Zedoary turmeric oil.

[Key words] Zedoary turmeric oil; curdione; germacrone; HPLC

莪术油主要用于病毒性感染及癌症的治疗。其制剂因疗效确切已广泛应用于临床, 如莪术油葡萄糖注射液、莪术油注射液、复方莪术油栓、复方莪术油软胶囊等均为国家药品标准收载的品种。莪术油的主要成分为莪术醇和莪术二酮及牦牛儿酮等。本文选择了其主要有效成分莪术二酮和牦牛儿酮作为定量指标成分, 建立了莪术油中莪术二酮和牦牛儿酮含量测定方法, 该方法具有简便、快速、重复性好

的特点, 可作为莪术油及其制剂的定量分析方法。

### 1 仪器与试剂

Waters 600 型液相色谱仪(美国); 996 二极管阵列检测器(美国); 莪术二酮对照品(安徽省医学科学研究所药物化学研究室, 纯度 99% 以上); 牦牛儿酮对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 111665-200401, 含量测定用, 纯度 94.96%); 莪术油(浙江瑞安); 乙腈(色谱纯); 水(重蒸水); 其他试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱: Kromasil-CN 柱(150 mm × 4.6 mm); 流动相: 乙腈-水(32:68); 检测波长: 220 nm; 柱温: 35 °C; 流速: 1.0 mL/min。在此条件下, 莪

[收稿日期] 2006-07-31

[基金项目] 安徽省优秀青年科技基金(04043055)

[通讯作者] \* 李成网, Tel: (0551) 2828461; E-mail: lcw100com@yahho.com.cn

术二酮和牦牛儿酮与其它组分能达到基线分离,且分离度良好。见图 1。

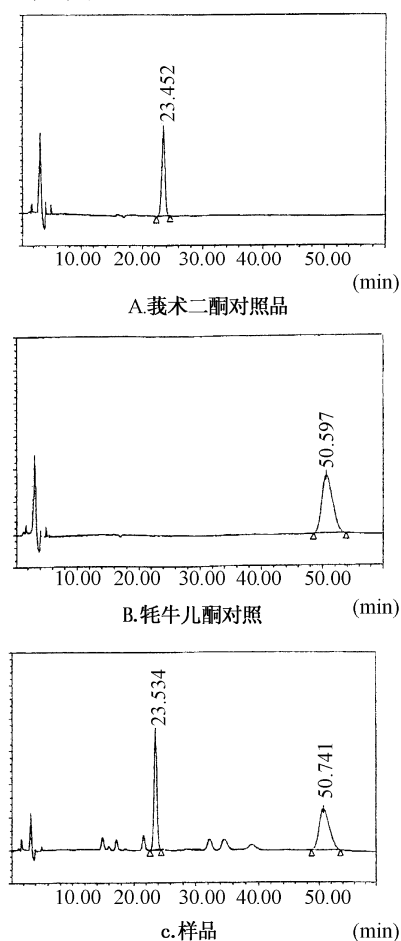


图 1 莪术油 HPLC 色谱图

**2.2 对照品溶液制备** 精密称取莪术二酮和牦牛儿酮对照品适量,加乙醇 10 mL 使溶解,加流动相稀释至刻度,分别加乙醇溶解制成每 1 mL 各含 0.06 mg 的对照品溶液。

**2.3 供试品溶液的制备** 取本品约 0.1 g,精密称定,置 50 mL 量瓶中,加乙醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 5 mL,置 25 mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,

摇匀,即得。

**2.4 线性关系的考察** 精密吸取莪术二酮对照品溶液(0.101 08 mg/mL) 2.0, 4.0, 6.0, 8.0 mL, 分别置 10 mL 量瓶中,加乙腈-水(32: 68) 稀释至刻度,摇匀;精密吸取牦牛儿酮对照品溶液(0.088 58 mg/mL) 2.0, 4.0, 6.0, 8.0 mL, 分别置 10 mL 量瓶中,加乙腈-水(32: 68) 稀释至刻度,摇匀。分别精密吸取上述对照品溶液各 20  $\mu$ L, 依次注入液相色谱仪中,按上述色谱条件测定,以莪术二酮和牦牛儿酮浓度为横坐标,相应的峰面积值为纵坐标,计算,得线性回归方程。莪术二酮为:  $A = 16\ 138C - 20\ 381$ ,  $r = 0.999\ 4$ , ( $n = 5$ )。牦牛儿酮为:  $A = 42\ 420C - 16\ 679$ ,  $r = 0.999\ 0$ , ( $n = 5$ )。

**2.5 稳定性试验** 取供试品溶液,按供试品测定方法,每隔 2 h 进样 20  $\mu$ L,连续进样 5 次,结果表明在 8 h 内莪术二酮和牦牛儿酮的峰面积值基本稳定,莪术二酮和牦牛儿酮的 RSD 分别为 0.6%、0.7%。

**2.6 精密度试验** 取供试品溶液,连续进样 5 次,进样量相同,按上述色谱条件测定吸收峰面积值,峰面积值基本稳定,莪术二酮和牦牛儿酮的 RSD 分别为 0.8%、1.4%,表明其精密度良好。

**2.7 重复性试验** 依法取同一样品,按样品测定方法项下,进行 5 次平行试验,结果表明本法重复性较好,莪术二酮(17.41%)和牦牛儿酮(8.08%)的 RSD 分别为 1.3%、1.4%。

**2.8 加样回收率试验** 按样品测定方法项下,精密称取已知含量的样品,分别加入一定量的莪术二酮和牦牛儿酮对照品,按上述色谱条件测定,计算回收率,结果表明本法具有良好的准确性,结果见表 1。

表 1 加样回收率试验结果

样品含量(mg)		对照品加入量(mg)		测得量(mg)		回收率(%)		平均回收率(%)		RSD(%)	
莪术二酮	牦牛儿酮	莪术二酮	牦牛儿酮	莪术二酮	牦牛儿酮	莪术二酮	牦牛儿酮	莪术二酮	牦牛儿酮	莪术二酮	牦牛儿酮
8.741	4.058	8.368	5.044	17.015	9.025	98.9	98.5				
9.054	4.203	8.368	5.044	17.341	9.053	99.0	96.2				
8.775	4.074	8.368	5.044	17.386	8.922	102.9	96.1	100.4	97.8	1.5	1.6
8.863	4.114	8.368	5.044	17.321	9.137	101.1	99.6				
9.159	4.252	8.368	5.044	17.516	9.225	99.9	98.6				

**2.9 样品的测定** 精密吸取对照品溶液 10  $\mu$ L 和 20  $\mu$ L 供试品溶液 20  $\mu$ L,按上述色谱条件测定,以外标法计算莪术二酮和牦牛儿酮含量,结果见表 2。

### 3 讨论

通过对莪术二酮和牦牛儿酮的紫外扫描显示莪术二酮分别在 202、227、298 nm 和牦牛儿酮分别在

表 2 样品中莪术二酮和牦牛儿酮含量( n = 3)

批号	平均含量(%)		RSD(%)	
	莪术二酮	牦牛儿酮	莪术二酮	牦牛儿酮
041225	17.3	8.3	1.2	1.1
041227	17.7	8.0	1.6	1.3
041229	16.9	8.2	1.8	1.5

203 245 nm 处有最大吸收峰, 由于 202 nm 为末端吸收, 溶剂干扰大, 为能同时测定且又干扰小, 经过摸索比较, 结果在 220 nm 波长处, 其色谱图中, 干扰小, 峰形对称、基线平稳。故选择 220 nm 作为检测波长。

中国药典 2005 年版收载了莪术油的 HPLC 法测定牦牛儿酮的含量, 其含量限度定为不低于 10%, 文献亦有报道<sup>[1]</sup> 莪术油中的牦牛儿酮含量大于 10%。我们曾采用该法对多批市售产品和自制产品进行测定, 结果其牦牛儿酮的含量均难以达到 10%。由于莪术二酮含量较牦牛儿酮和莪术醇高很

多, 临床应用对宫颈癌有很好的疗效<sup>[2]</sup>, 将其纳入质量控制指标, 可更有效控制莪术油的质量。多批产品测定结果表明莪术油中莪术二酮和牦牛儿酮总量达到 25% 左右, 因此莪术油的质量控制可采用莪术二酮和牦牛儿酮的总量控制, 更利于莪术油的使用和质量控制。

本法同时测定莪术油中的主要有效成分莪术二酮和牦牛儿酮的含量, 方法简便、灵敏度高、重复性好, 结果准确, 可作为莪术油及其制剂的质量控制提供依据。

### [参考文献]

- [1] 白政忠, 关大卫, 张秋生. 莪术油及其制剂的质量再评价[J]. 药品技术审评论坛, 2004, (2): 20-26.
- [2] 周欣, 梁光义, 沈万雁. 不同产地莪术油的研究[J]. 华西药学杂志, 2002, 17(3): 201-203.