

# 气相色谱法测定山柰中对甲氧基桂皮酸乙酯的含量

周国平<sup>1</sup>, 章 红<sup>2</sup>

(江西省药品检验所, 江西 南昌 330046)

**摘要:**目的: 建立山柰中对甲氧基桂皮酸乙酯的含量测定方法。方法: GC 测定山柰中对甲氧基桂皮酸乙酯的含量。采用 SE-30 为固定相的色谱柱, 柱温为 200℃。结果: 此方法线性关系良好( $r = 0.9995$ ), 平均回收率为 97.8%, 相对标准偏差 RSD 为 1.1% ( $n = 5$ )。结论: 本法可控制药材的质量。

**关键词:** 气相色谱; 山柰; 对甲氧基桂皮酸乙酯

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2004)06-0033-02

## Determination of ethyl-p-methoxy-cinnamate in Rhizoma Kaempferiae by GC

ZHOU Gou-ping, Zhang Hong

(Jiangxi Provincial Institute for Drug Control, Nanchang 335200, China)

**Abstract:** Objective: A method of determination of ethyl-p-methoxy-cinnamate in Rhizoma Kaempferiae is developed. Method: GC was performed to determine the content of ethyl-p-methoxy-cinnamate on SE-30 column, column temperature at 200℃. Results: The linearity of this method was good, and the average recovery was 98.7%, RSD = 1.1% ( $n = 5$ ). Conclusion: The method is suit to control the quality of the drug.

**Key words:** GC; Rhizoma Kaempferiae; ethyl-p-methoxy-cinnamate

山柰为姜科植物 *Kaempferia galanga* L. 的干燥根茎, 栽培于台湾、广东、广西和云南等地, 是一种传统中药<sup>[1]</sup>, 具有行气温中、消食止痛之功效。中国药典

2000 年版一部规定挥发油含量不得少于 4.5% (mL/g), 其中对甲氧基桂皮酸乙酯 (ethyl-p-methoxy-cinnamate) 为主要成分<sup>[2]</sup>。本文采用气相色谱法测定山柰中对甲氧基桂皮酸乙酯的含量, 方法简便, 可作为山柰的质量评价指标。

## 1 仪器与试药

**1.1 仪器** 岛津公司生产的 GC-14B 气相色谱仪, C-R6A 数据处理机。CQF-F6 超声波清洗器。

**1.2 试药** 对甲氧基桂皮酸乙酯(ethyl p-methoxy-cinnamate)对照品由中国药品生物制品检定所提供,批号 0835-9601,并以重结晶方法精制,经 GC 检验,纯度在 98% 以上。其它试剂均为分析纯。

**1.3 试验样品** 药材均为市售,经本室鉴定为山柰(Kaempferia galanga L.)的根茎,取药材粉碎,过 40 目筛备用。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱:玻璃柱,2.1 米长,直径 0.3 厘米。固定相为 SE-30,涂布浓度 10%。柱温:200 °C,进样口温度与检测器温度为 250 °C,载气流速为 80Kpa,氢气流速为 100Kpa,空气流速为 50Kpa,灵敏度为  $10^{-1}$ 。

**2.2 样品提取条件的选择** 分别以氯仿、醋酸乙酯、甲醇作溶剂,超声提取 30min,结果甲醇提取含量最高;并对提取时间进行了考察,结果 30min 即可提取完全。

**2.3 线性关系考察** 取对甲氧基桂皮酸乙酯对照品,加甲醇制成浓度分别为 0.5, 1.0, 2.0, 5.0, 10.0mg/mL 的溶液,分别精密吸取上述各对照品溶液 2 $\mu$ L,注入气相色谱仪,测定峰面积。以进样量( $\mu$ g)为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,回归方程为:  $Y = 316412.8X - 43265.8$ ,  $r = 0.9995$ ,结果表明,在 1~20 $\mu$ g 呈现良好线性。

**2.4 精密度和稳定性试验** 对同一浓度的样品连续进样 5 次,以峰面积计算, RSD 为 0.8%。每隔一定时间进样,样品在 24h 内稳定, RSD 为 1.0%。

**2.5 重复性试验** 取同一样品,称取 5 份,按 2.7“样品测定”项下试验,测得含量为 39.3, 39.6, 40.9, 40.2, 40.3mg/g, 平均值为 40.1mg/g, RSD= 1.6%。

**2.6 加样回收试验** 精密称取已知对甲氧基桂皮酸乙酯含量的山柰样品 0.5g,加入一定量的对照品,按 2.7“样品测定”项下试验,计算回收率为 97.8%,

RSD= 1.1% ( $n = 5$ )。测定结果见表 1。

**2.7 样品测定** 取山柰约 1g,精密加入甲醇 10mL,称定重量,超声处理 30min,称定重量,补足减失重量,滤过,取续滤液作为供试品溶液。取对照品溶液(4.0mg/mL)和供试品溶液各 2 $\mu$ L 进样测定,结果见表。

表 1 山柰中对甲氧基桂皮酸乙酯加样回收率试验结果( $n = 5$ )

样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
20.5	20.1	40.12	97.6		
20.8	19.8	40.38	98.9		
21.1	20.4	41.15	98.3	97.8	1.1
20.6	20.2	40.44	98.2		
19.5	20.8	39.49	96.1		

表 2 样品的含量测定结果( $n = 3$ )

样品编号	样品产地	含量(mg/g)	RSD%
1	广西柳州	40	1.6
2	广西桂林	56	1.2
3	云南维西	42	1.1
4	云南楚雄	61	0.8

## 3 讨论

山柰的品质以芳香气浓、辛辣味强者为优,干品中含挥发油为 3%~4%,挥发油中主要成分为对甲基桂皮酸乙酯<sup>[3]</sup>,故测定对甲基桂皮酸乙酯的含量可控制药材的质量,同时为山柰质量标准的提高提供参考。

### 参考文献:

- [1] 中国药物大全编委会. 中国药物大全[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1991. 中药卷, 168-169.
- [2] 刘密新, 吴筑平, 汪伟, 等. 山柰挥发性主成分的波谱分析[J]. 中草药, 1998, 29(7): 442-443.
- [3] 徐国钧, 何宏贤, 徐璐珊, 等. 中国药材学[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1996. 687-689.