

RP-HPLC 法测定肉桂超微饮片中桂皮醛的含量

王实强, 杨 瑛, 舒建斌, 蔡光先

(湖南省中医药研究院, 湖南 长沙 410006)

摘要: 目的: 建立一种测定肉桂超微饮片中桂皮醛含量的方法。方法: 反相液相色谱法, 采用依利特 BDS C₁₈ (5.0 × 200mm, 5μm), 流动相: 甲醇-水 (65: 35); 检测波长: 280nm。结果: 线性范围在 0.48μg~ 2.4μg, 其回归方程为: $Y = 987097X + 498277.8$, $r = 0.9995$ 。加样回收率 RSD 为 2.67%。

关键词: 反相液相色谱法; 桂皮醛; 肉桂超微饮片

中图分类号: R284.1 文献标识码: D 文章编号: 1005-9903(2002)05-0015-02

单味中药超微饮片是我院目前正在研究的一种新型饮片, 它具有节省药材、降低费用、质量可控、服用方便等特点。肉桂主要含有挥发油, 其中以桂皮醛为主, 有关桂皮醛的含量测定方法文献报道不多^[1-3], 多采用气相色谱法。本文采用反相液相色谱法测定肉桂超微饮片中主要成分桂皮醛的含量。本法具有方便、快速、准确的特点, 可作为该饮片的质量标准。

1 仪器与试剂

岛津 LC-10A 高效液相色谱仪, 岛津 SPD-10A 紫外可见检测器; 浙江大学 N2000 色谱工作站; 桂皮醛对照品: 中国药品生物制品检定所提供 (供含量测定用, 批号 710-200011, 按归一化法进行计算, 测得对照品纯度为 98.2%); 肉桂超微饮片 (本院中药所制剂室制备); 甲醇为色谱纯, 水为重蒸馏水, 其它试剂为分析纯。

2 方法与结果

2.1 超微饮片的制备 将肉桂药材, 用超音速气流粉碎机进行粉碎, 分级收集 200~ 300 目的粉末, 采用干挤式颗粒机干法制成颗粒即得。

2.2 色谱条件 色谱柱: 依利特 BDS C₁₈ 5.0 × 200mm, 5μm; 流动相: 甲醇-水 (65: 35); 流速: 1.0ml/min; 检测波长: 280nm; 柱温: 室温。理论板数按桂皮醛峰计算应不低于 3000。

测定波长的确定 取桂皮醛对照品溶液, 置紫外分光光度计中进行扫描, 结果在 280nm 有最大吸收, 故确定检测波长为 280nm。

2.3 供试品溶液及对照品溶液的制备

2.3.1 对照品溶液的制备 精密称取桂皮醛对照品 12mg, 置于 50ml 容量瓶中, 加入甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得。每 1ml 含桂皮醛 240μg。

2.3.2 供试品溶液的制备 取本品 0.5g, 精密称定, 置具塞三角烧瓶中, 精密加入甲醇溶液 25ml, 精密称定重量, 超声提取 30min, 放冷, 用甲醇补充损失的重量, 用 0.45μm 微孔滤膜滤过, 取续滤液作为供试品溶液。

在上述色谱条件下, 分别精密吸取对照品溶液, 供试品溶液 10μl, 注入液相色谱仪, 测定 (见图 1)。

2.4 线性关系的考察 精密吸取浓度为 240μg/ml 的桂皮醛对照品溶液 2.4、6.8、10μl, 按上述色谱条件测定峰面积, 以峰面积积分为纵坐标, 桂皮醛进样量为横坐标, 绘制标准曲线, 计算, 其回归方程为: $Y = 987097X + 498277.8$, $r = 0.9995$ 。结果表明桂皮醛在 0.48μg~ 2.4μg 的范围内具有良好的线性关系。

2.5 精密度试验 精密吸取对照品溶液, 重复进样 6 次, 每次 6μl, 桂皮醛峰面积积分值的相对标准偏差为 1.49%。

2.6 重现性试验 取同一批肉桂超微饮片 5 份, 按正文所述的含量测定方法进行测定, 其结果表明, 肉桂含量测定的结果重现性较好。相对标准偏差为 2.75%。

2.7 加样回收试验 采用加样回收法, 取已知含量为 0.973% 的肉桂超微饮片五份, 精密称重, 再分别精密加入桂皮醛对照品, 按正文所述的含量测定方法进行测定, 其结果见表 1, 结果表明本法具有良好的回收率。

2.8 样品测定与结果 分别精密吸取对照品溶液

(下接第 17 页)

(上接第 15 页)

与供试品溶液各 6 μ l, 按上述色谱条件进行测定, 按外标法计算。同法测定肉桂药材中桂皮醛的含量, 结果见表 2。

表 1 回收率测定结果

编号	样品中桂皮醛的量 (μ g)	添加桂皮醛的量 (μ g)	测出桂皮醛的量 (μ g)	回收率 (%)
1	1994	2300	4407	104.9
2	2018	2300	4388	103.0
3	2498	2650	5103	98.3
4	3005	3100	6085	99.4
5	2926	3100	6038	100.4
平均回收率(%)		101.2		
RSD(%)		2.67		

表 2 肉桂超微饮片及药材中桂皮醛的测定结果($n=3$)

批号	超微饮片桂皮醛含量 (%)	RSD %	药材中桂皮醛含量 (%)
20010706	0.973	2.03	1.037
20010710	0.899	2.00	0.952
20010804	0.834	1.97	0.904

3 讨论

据文献报道^[4], 肉桂含挥发油 1.98% ~ 2.06%, 主要成分为桂皮醛, 占 52.9% ~ 61.20%, 从试验结果来看, 桂皮醛的含量与文献报道相符。本品的制备工艺采用超音速气流粉碎和干法制粒, 整个制备过程均不产生热量, 故肉桂中挥发油的损失很小。本品为超微粉末, 桂皮醛系挥发油类成分, 可直接溶于甲醇中, 故采用超声法提取即可。加样回收试验表明, 本法提取较为完全, 方法简便可行。

参考文献:

- [1] 李玲玲. 肉桂油气相色谱与气质联用分析[J]. 药物分析杂志, 2000, 20(2): 116.
- [2] 李会平. GC 法测定肉桂中桂皮醛的含量[J]. 西北药学杂志, 1998, 13(6): 250.
- [3] 赵庄. 气相色谱法测定肉桂叶中桂皮醛的含量[J]. 广西医学, 2001, 23(1): 30.
- [4] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1999. 三册: 37.