

HPLC 测定樟木中黄樟醚二醇的含量

尹小英¹, 罗永东², 金镭¹, 徐发红³, 罗永明^{1*}

(1. 江西中医学院药学院, 南昌 330006; 2. 福建中医药大学, 福州 350108;
3. 江西天施康中药股份有限公司, 江西 鹰潭 335000)

[摘要] 目的:建立樟木中主要成分黄樟醚二醇的含量测定方法。方法:采用 C₁₈ (4.6 mm × 200 mm, 5 μm) 色谱柱;流动相乙腈-水 (14:86), 检测波长 282 nm, 柱温 30 ℃。结果:该成分在进样量 1.014 ~ 5.07 μg 与峰面积线性关系良好 ($r = 0.999\ 9$), 平均回收率为 99.0% , 1.89% ($n = 6$)。结论:该方法测定樟木中主要成分黄樟醚二醇的含量, 方便、准确、灵敏度高, 重复性好, 可适用于樟木药材的质量控制。

[关键词] 樟木; 黄樟醚二醇; HPLC

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903 (2012) 24-0113-03

Determination of Safrolglycol in *Cinnamomum camphora* by HPLC

YIN Xiao-ying¹, LUO Yong-dong², JIN Lei¹, XU Fa-hong³, LUO Yong-ming^{1*}

(1. Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330006, China;
2. Fujian University of Traditional Chinese Medicine, Fuzhou 350108, China;
3. Herbisky Co., Ltd, Yingtan 335000, China)

[Abstract] Objective: To establish a method for the determination of safrolglycol in *Cinnamomum camphora*. Method: Using HPLC with Hypersil ODS column, CH₃CN-H₂O (14:86) as mobile phase and detection wavelength at 282 nm. Result: The linearity of the calibration curve was evaluated over the amount range of 1.014-5.07 μg for safrolglycol, and good linearity with correlation coefficient (r) of 0.999 9 was obtained. The recovery and RSD were 99.0% and 1.89% ($n = 6$) respectively. Conclusion: This method is rapid, simple and accurate, thus may be used for the quality control of *C. camphora*.

[Key words] *Cinnamomum camphora*; safrolglycol; HPLC

樟木系樟科植物的干燥木材,属辛温药,具有祛风散寒、温中理气、活血通络功效,用于风寒感冒,胃寒胀痛,寒湿吐泻,风湿痹痛,跌打伤痛等症。樟木中主要成分为樟脑、1,8-桉叶素、 α -蒎烯和樟烯等挥发性成分以及新木姜子碱及牛心果碱等生物碱^[1-2]。但樟木在制剂和临床应用时,通常是采用水煎煮,其中挥发油大多都被损失,生物碱含量太

低,故难以用挥发性成分和生物碱的含量来评价其的质量。为此,我们对樟木进行了系统的化学成分研究,从中分离得到了萜类、木脂素类等 20 余种化学成分。其中黄樟醚二醇 (safrolglycol) 是首次从樟木提取分离得到的一种非挥发性成分,该成分在樟木含量较高,并经初步的活性筛选,具有一定的抗炎活性,可能是樟木的活性成分之一,可以作为对樟木药材及其制剂的质量进行控制的指标性成分。本研究以该成分为指标,建立了樟木中黄樟醚二醇的 PR-HPLC 含量测定方法,为樟木的质量控制提供依据。

1 材料

1.1 试剂及药材 对照品中黄樟醚二醇为自制,经质谱、红外、紫外及核磁共振谱鉴定与文献[3]报道基本一致;经高效液相归一法检测其纯度达

[收稿日期] 20111115(021)

[基金项目] 江西省教育厅重点课题

[第一作者] 尹小英,教授,从事中药质量控制研究, Tel: 0791-87118917

[通讯作者] * 罗永明,教授,从事中药活性成分分离和中药质量分析, Tel: 0791-87118850, E-mail: loym999 @ 126.com

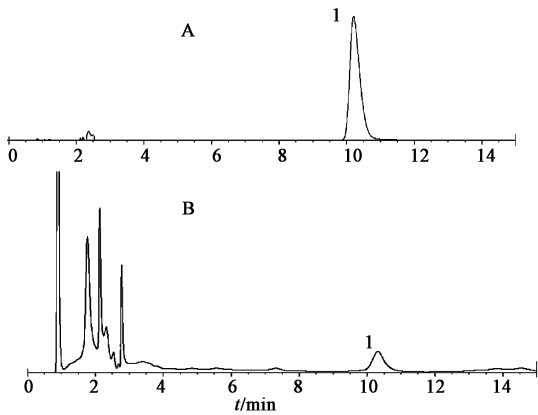
99.35%。乙腈为色谱纯,水为高纯水。

实验药材樟木于 2001 年采自江西省南昌市,经江西中医学院中药资源学科组赖学文副教授鉴定为樟科植物樟 *Cinnamomum camphora* (L.) Presl. 的干燥木材。

1.2 仪器 Agilent 1100 高效液相色谱系统,紫外检测器,KQ-500B 型超声波清洗器,Sartorius BT25S 电子天平(精度 0.01 mg)。

2 方法

2.1 色谱条件 Hypersil ODS(4.6 mm×200 mm,5 μm)色谱柱(大连依利特科技有限公司),流动相乙腈-水(14:86),流速 1.0 mL·min⁻¹,检测波长 282 nm,柱温 30 ℃,进样量 20 μL。在本色谱条件下黄樟醚二醇的保留时间为 10 min 左右,峰形较好,无其他成分干扰,见图 1。



A. 对照品;B. 样品;1. 黄樟醚二醇

图 1 樟木 HPLC

2.2 样品溶液的制备 精密称取樟木粗粉 5.0 g,置 50 mL 烧瓶中,加 70% 乙醇 50 mL 超声提取 1 h,过滤,滤液蒸干,用甲醇溶解并定容至 10 mL。测定时用 0.45 μm 滤膜过滤,取续滤液待测。

2.3 对照品溶液的制备 精密称取黄樟醚二醇 5.07 mg,用甲醇配成 507 mg·L⁻¹ 的标准溶液。

2.4 线性关系考察 分别精密吸取照品溶液 2,4,6,8,10 mL 于 10 mL 量瓶中,加入甲醇至刻度,摇匀。按上述色谱条件测定峰面积,以峰面积(Y)为纵坐标,以对应的黄樟醚二醇的质量(X)为横坐标,绘制标准曲线,计算得回归方程为 $Y = 8.293 \times 103X + 10.26$ ($r = 0.999\ 9$),表明黄樟醚二醇峰面积与进样量在 1.014~5.07 μg 呈现良好的线性关系。

2.5 稳定性试验 精密吸取同一样品溶液,每隔 2 h 进样 1 次,共进样 7 次,测得黄樟醚二醇的峰面积的 RSD 0.93%。结果表明样品在 12 h 内稳定。

2.6 精密度试验 精密吸取黄樟醚二醇对照品溶液,连续进样 6 次,测定峰面积,结果 RSD 1.46%。

2.7 重复性试验 取本品同一批样品,精密称取 6 份,按供试品溶液制备方法处理制得供试品溶液,测定黄樟醚二醇的含量,结果 RSD 1.80%。

2.8 回收率试验 采用加样回收测定方法,取同批样品 6 份,每份精密称取 5.0 g 于 50 mL 烧瓶中,再分别加入精密称定的对照品适量,按样品溶液制备方法处理制得加样回收供试溶液,依上法测定,计算回收率,见表 1。

表 1 样品加样回收率实验

No.	取样量 /g	样品 含量 /mg	加入量 /mg	测定量 /mg	回收率 /%	平均 回收率 /%	RSD /%
1	5.006 1	2.60	2.08	4.63	97.6		
2	5.023 2	2.61	2.10	4.67	98.1		
3	4.987 8	2.59	2.60	5.15	98.5	99.0	1.89
4	5.019 2	2.59	2.62	5.14	97.3		
5	4.996 8	2.59	3.01	5.67	102.3		
6	5.001 8	2.60	3.03	5.64	100.3		

2.9 样品测定 精密称取批号样品,按供试品溶液制备方法制备,按上述色谱条件进行测定样品中黄樟醚二醇的含量,结果见表 2。

表 2 不同批号的樟木样品中黄樟醚二醇的含量测定(n=3)

批号	黄樟醚二醇/mg·g ⁻¹
0507091	0.520 1
0512241	0.513 8
0602182	0.551 7

3 讨论

3.1 不同提取方法的比较 对提取溶剂(甲醇、乙醇),提取方法(热回流、超声),物料比(25,50 mL),提取时间(20,30,40,50,60,90 min)进行了考察。考察结果表明,采用 50 mL 的甲醇超声处理 60 min 能够将樟木中黄樟醚二醇充分提取出来。

3.2 色谱条件的优化 对流动相的组成进行了研究,发现当用甲醇-水系统,黄樟醚二醇的色谱峰与其他的峰不能分离,改用乙腈-水(14:86)系统时,黄樟醚二醇与其他的峰达到了基线分离。

3.3 检测波长的确定 在确定的流动相条件下进行紫外扫描,结果显示黄樟醚二醇在 234,282 nm 均有较大吸收峰,本研究选择 282 nm 作为检测波长,灵敏度高,样品中的其他成分干扰小。

多指标综合评价巴中产栀子的品质

唐灿^{1*}, 王子雯¹, 孙嘉婧¹, 王刚¹, 李希²

(1. 泸州医学院药学院, 四川 泸州 646000; 2. 四川省中医药科学院中医研究所, 成都 610031)

[摘要] 目的:探索巴中产栀子的品质。方法:应用高效液相色谱仪和蒸发光散射检测器对栀子主要有效成分栀子苷、西红花苷 I、熊果酸进行含量测定,采用 *t* 检验和 *Z* 总分综合评价巴中产栀子的质量。结果:*t* 检验结果表明,巴中产栀子中栀子苷含量显著高于湖北栀子($P<0.05$),极显著高于江西或江津产栀子($P<0.001$);巴中产栀子中西红花苷 I 含量极显著高于湖北、江西或江津产栀子($P<0.001$);巴中产栀子中熊果酸含量极显著高于湖北、江西或江津产栀子($P<0.001$)。以主要有效成分栀子苷质量分数 X_1 、西红花苷 I 质量分数 X_2 、熊果酸质量分数 X_3 与综合评价 *Z* 总分建立三元线性回归方程: $Z = -11.2136 + 0.02182X_1 + 0.5602X_2 + 17.3316X_3$ ($R = 0.9999$);*Z* 总分综合评价结果表明,巴中产栀子 *Z* 总分遥遥领先于湖北、江西或江津产栀子。结论:巴中产栀子的品质优异,值得政府和社会各界的广泛关注。

[关键词] 巴中产栀子; 品质; 主要有效成分; 多指标综合评价

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2012)24-0115-05

Multi-index Comprehensive Evaluation on Quality of Gardeniae Fructus from Bazhong

TANG Can^{1*}, WANG Zi-wen¹, SUN Jia-jing¹, WANG Gang¹, LI Xi²

(1. Pharmacy School of Luzhou Medical College, Luzhou 646000, China;

2. Research Institute of Traditional Chinese Medicine (TCM), Sichuan Science Academy of TCM, Chengdu 610031, China)

[Abstract] Objective: To explore quality of Gardeniae Fructus from Bazhong. Method: HPLC and ELSD were used to determine the content of geniposide, crocin I, and ursolic acid. Using *t*-test and *Z*-score comprehensive evaluation on quality of Gardeniae Fructus from Bazhong. Result: Results of *t*-test showed that the content of Geniposide in Gardeniae Fructus from Bazhong is significantly higher than in Gardeniae Fructus from Hubei ($P<0.05$), outstandingly higher than in Gardeniae Fructus from Jiangxi or Jiangjin ($P<0.001$); the content of crocin I and ursolic acid in Gardeniae Fructus from Bazhong was remarkably higher than in Gardeniae Fructus from Hubei or Jiangxi or Jiangjin ($P<0.001$); we established multiple linear regression equation between *Z*-score and ratios of geniposide, crocin I, ursolic acid, geniposide X_1 , crocin I X_2 and ursolic acid X_3 , respectively. the multiple linear regression equation was $Z = -11.2136 + 0.02182X_1 + 0.5602X_2 + 17.3316X_3$ ($R^2 = 0.9999$). Results of *Z*-score comprehensive evaluation showed that *Z*-score of Gardeniae Fructus from

[收稿日期] 20120306(005)

[基金项目] 四川省 2010 年科技支撑计划项目(2010SZ0049);四川省 2011 年科技支撑计划项目(2011SZ0048);四川省教育厅重点科研项目(2005A071)

[通讯作者] *唐灿,教授,硕士,从事中药制备工艺与质量标准研究,Tel:18982455783,E-mail:Tang9670625@163.com

[参考文献]

[1] 江苏省新医学院. 中药大辞典. 下册[M]. 上海:上海科技出版社,1986:2594

[2] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草. 第 3 卷[M]. 上海:上海科学技术出版社,1999:1623.

[3] Rukachaisirikul, Thitima, Intaraudom Jukkamong, Chawanasak, Suppachai, et al. Phenylpropanoids from *Cinnamomum parthenoxylon* [J]. Nat Sci Technol Development Agency, 2000, 26(3): 159.

[责任编辑 顾雪竹]