

- J Chromatogr A, 2006, 1107: 273 - 285.
- [3] 易伦朝, 梁逸曾, 交互移动窗口因子分析法 (AMWFA) 用于二维数据重叠色谱峰的比较分析 [J]. 高等学校化学学报, 2006, 27: 2052 - 2055.
- [4] VAN DEN DOOL H, KRATZ P D. A generalization of the retention index system including linear temperature programmed gas - liquid partition chromatography [J]. J Chromatogr, 1963, 11: 463 - 471.
- [5] 国家药典委员会, 中国药典 (一部) [S] 北京: 化学工业出版社, 2005, 附录 57-58.
- [6] Xu CJ, Jiang JH, Liang YZ. Evolving window orthogonal projections method for two way data resolution [J]. Analyst, 1999, 124: 1471 - 1476.
- [7] Liang YZ, Kvalheim OM, Keller HR, et al. Heuristic evolving latent projections: resolving two way multicomponent data. 2: Detection and resolution of minor constituents [J]. Anal Chem, 1992, 64: 946 - 953.
- [8] Manne R, Shen HL, Liang YZ. Subwindow factor analysis [J]. Chemometr Intell Lab Syst, 1999, 45: 171 - 176.

花椒和青椒挥发油化学成分的气相色谱 - 质谱分析

李惠勇, 刘友平*, 张玲, 李旻, 范婧娴

(成都中医药大学药学院, 四川 成都 611137)

摘要: 目的 比较花椒和青椒挥发油化学成分差异。方法 对花椒和青椒果皮挥发油进行提取, 采用气相色谱 - 质谱联用法 (GC-MS) 对两种花椒的挥发油成分进行分析。结果 花椒挥发油含量为 6.05%, GC-MS 分析鉴定成分 35 个; 青椒挥发油含量为 4.27%, GC-MS 分析鉴定成分 16 个。结论 花椒和青椒的挥发油含量及组成差异明显。

关键词: 花椒; 青椒; 挥发油; 气相色谱 - 质谱

中图分类号: R284.1

文献标识码: A

文章编号: 1673-6427(2009)05-0062-03

Analysis of Volatile Oil from *Zanthoxylum bungeanum* Maxim and *Z. Schinifolium* Sieb. et Zucc. by GC-MS

LI Hui-yong, LIU You-ping, ZHANG Ling, LI Min, FAN Jing-xian
(Chengdu University of TCM, Chengdu 611137, China)

Abstract: Objective To compare different of volatile oil between *Zanthoxylum bungeanum* Maxim and *Z. Schinifolium* Sieb. et Zucc. **Methods** GC-MS was used to identify the chemical constituents of volatile oil from the two type of pericarpium zanthoxylum, and volatile oil was extracted and measured according to appendix XD of 2005 Chinese Pharmacopoeia. **Results** The content of volatile oil of *Zanthoxylum bungeanum* was 6.05%, 35 components were identified by GC-MS; the content of volatile oil of *Z. schinifolium* was 4.27%, 16 components were identified by GC-MS. **Conclusion** The components of volatile oil of the two type of Pericarpium *Zanthoxylum* were different.

Key words: *Zanthoxylum bungeanum* Maxim; *Z. Schinifolium* Sieb. et Zucc.; Volatile oil; GC-MS

花椒为芸香科花椒属植物花椒 *Zanthoxylum bungeanum* Maxim 和 青椒 *Z. schinifolium* Sieb. et Zucc. 的干燥成熟果皮, 具有温中止痛, 杀虫止痒的

功能^[1]。现代研究表明, 花椒果皮所含挥发油具有麻醉、抗菌、杀虫等功效。近年来对于花椒挥发油化学成分的分析已有较多文献报道^[2,3], 但关于花椒和青椒挥发油化学成分的比较研究较少。本文采用《中国药典》2005 年版一部附录 XD 挥发油测定法甲法提取花椒和青椒的挥发油进行 GC-MS 分析, 并通过对两种花椒挥发油含量和成分的比较、分析, 为花椒质量评价提供参考。

1 材料与方法

1.1 实验材料及仪器 2007 年 10 月采收的四川汉源花椒及四川金阳青椒, 经成都中医药大学药教

收稿日期: 2008-12-30

基金项目: 成都市科学技术局“川产道地药材质量控制共性技术问题系统研究”(编号: 06GGYB860SF-030)

作者简介: 李惠勇(1983-), 男, 在读硕士研究生, 研究方向: 中药质量标准研究工作。

*通讯作者: 刘友平(1964-), 女, 研究员, 博士, 主要从事中药药效物质基础和质量标准研究。

研室陈新教授鉴定为芸香科植物花椒 *Zanthoxylum Bungeanum* Maxim 和 青椒 *Z. Schinifolium* Sieb.et Zucc. 的干燥成熟果皮。无水硫酸钠及蒸馏水；GC-17A 气相色谱仪（日本岛津公司，FID 检测器）；GCMS-QP5050A 质谱仪（日本岛津公司）；质谱检索数据库：Nist107 和 Nist21。

1.2 挥发油的提取 将花椒和青椒粉碎，过 30 目筛^[4]。分别称取花椒和青椒粉末适量，按《中国药典》2005 年版一部附录 XD 挥发油测定法甲法提取挥发油，提取完毕后冷却至室温后读出花椒挥发油体积。

1.3 挥发油成分分析 GC-MS 条件：汽化室温度 180 °C；进样量 1 μL；分流比 30：1；柱前压 64.5 KPa；FID 检测器；检测器温度 230 °C。色谱柱为 DB-1 石英毛细管柱（30 m×0.25 mm，0.25 μm）；载气：氦气；流速：1 mL·min⁻¹；柱温开始为 50 °C，然后以 2 °C·min⁻¹ 升至 120 °C，再以 5 °C·min⁻¹ 升至 240 °C，保持 5 min。MS 条件：电离方式 EI，电子能量 70 eV；离子源温度 270 °C；扫描范围 20~600 M/Z，扫描速度 0.5 s·dec⁻¹。

2 结果与讨论

2.1 挥发油提取率 采用挥发油测定仪所提取的汉源花椒挥发油，为有浓烈香味的半透明液；青椒挥发油为淡黄色，具特异香味。两种花椒的挥发油提取率，见表 1。

表1 挥发油提取率比较

Tab.1 Comparison of the extraction rate of volatile oil

样品	汉源花椒 (n=3)	金阳青椒 (n=3)
挥发油含量 (mL/100g)	6.05	4.27

2.2 挥发油成分比较 从花椒和青椒挥发油中分别分离鉴定了 35 和 16 种化合物，见图 1、图 2 所示。经质谱数据系统检索、人工谱图解析，分别鉴定出 35 种和 16 种主要化合物，并进行归一化，计算出这些化合物的相对含量，见表 2、表 3。

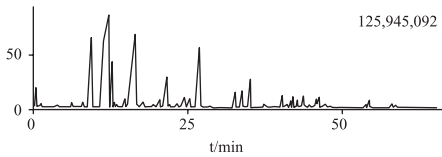


图1 四川汉源花椒挥发油气相色谱图

Fig.1 GC spectrum of *Z. bungeanum* from Hanyuan region Sichuan province

表2 汉源花椒挥发油的化学成分及相对百分含量

Tab.2 The content of volatile oil from *Z. bungeanum* from Hanyuan region

序号	保留时间 (t/min)	分子式	化合物名称	相对百分含量 (%)
1	3.218	C ₇ H ₁₄	甲基环己烷	0.19
2	8.632	C ₁₀ H ₁₆	α-蒎烯	0.15
3	10.252	C ₁₀ H ₁₆	桉烯	0.27
4	10.379	C ₁₀ H ₁₆	β-蒎烯	0.20
5	11.685	C ₁₀ H ₁₈ O	1,8-桉叶素	11.43
6	13.887	C ₁₀ H ₁₆	柠檬烯	20.33
7	14.192	C ₁₀ H ₁₆	β-月桂烯	12.52
8	14.315	C ₁₀ H ₁₆	3,7-二甲基-1,3,6-辛三烯	1.87
9	14.776	C ₁₀ H ₁₆	3,7-二甲基-1,3,7-辛三烯	2.77
10	15.073	C ₁₀ H ₁₆	1-甲基-4-(1-甲基乙基)-1,4-环己二烯	0.11
11	16.678	C ₁₀ H ₁₆	4-甲基-3-(1-甲基乙基)-环己烯	0.31
12	18.302	C ₁₀ H ₁₈ O	芳樟醇	23.47
13	18.455	C ₁₀ H ₁₈ O ₂	乙酸庚酯	0.10
14	19.266	C ₁₀ H ₁₆	α-罗勒烯	0.10
15	19.461	C ₁₀ H ₁₆	4-乙基-1,5,5-三甲基环戊烷	0.16
16	21.365	C ₁₅ H ₂₄ O	异香橙烯环氧化物	0.11
17	21.910	C ₁₀ H ₁₈ O	4-甲基-1-(1-甲基乙基)-3-环己烯-1-醇	0.36
18	23.041	C ₁₈ H ₁₈ O	α-松油醇	3.68
19	24.629	C ₁₀ H ₁₆	α-崖柏烯	0.19
20	25.407	C ₁₀ H ₁₄ O	2-甲基-5-(1-甲基乙基)-2-环己烯-1-酮	0.32
21	25.463	C ₁₀ H ₁₆ O	胡椒酮	0.27
22	25.759	C ₁₀ H ₁₈ O	橙花醇	0.67
23	26.489	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	乙酸橙花酯	0.94
24	28.061	C ₁₇ H ₂₃ NO ₂	邻氨基苯甲酸芳樟酯	2.48
25	33.377	C ₁₀ H ₂₀ O ₂	香茅醇乙酸酯	0.92
26	34.386	C ₁₀ H ₂₀ O ₂	牻牛儿醇乙酸酯	0.96
27	35.644	C ₁₀ H ₂₀ O ₂	4-甲基-1-异丙基-3-环己烯-1-醇乙酸酯	2.07
28	37.770	C ₁₅ H ₂₄	石竹烯	0.17
29	40.433	C ₁₅ H ₂₄	咕吧烯	0.43
30	41.656	C ₁₅ H ₂₄	α-杜松烯	0.23
31	42.054	C ₁₅ H ₂₄	啤酒花烯	0.34
32	43.612	C ₁₅ H ₂₆ O	喇叭茶醇	0.43
33	43.752	C ₁₅ H ₂₆ O	α-杜松醇	0.14
34	45.598	C ₁₅ H ₂₆ O	β-杜松醇	0.23
35	45.941	C ₁₅ H ₂₆ O	兰衣油醇	0.19

表3 金阳青椒挥发油的化学成分及相对百分含量

Tab.3 The content of volatile oil from *Z. schinifolium* from Jinyang region

序号	保留时间 (t/min)	分子式	化合物名称	相对百分含量 (%)
1	3.170	C ₇ H ₁₄	甲基环己烯	0.62
2	8.600	C ₁₀ H ₁₆	β-蒎烯	0.12
3	10.290	C ₁₀ H ₁₆	桉烯	3.67
4	11.194	C ₁₀ H ₁₆	β-月桂烯	1.14
5	12.416	C ₁₀ H ₁₆	1-甲基-4-(1-甲基乙基)-1,3-环己二烯	0.27
6	13.225	C ₁₀ H ₁₆	1-甲基-4-(1-甲基乙基)-环己烯	5.50
7	14.732	C ₁₀ H ₁₆	γ-蒎烯	0.47
8	16.476	C ₁₀ H ₁₆	环蒎烯	0.15
9	18.302	C ₁₀ H ₁₈ O	爱草脑	82.66
10	21.903	C ₁₀ H ₁₈ O	4-甲基-1-(1-甲基乙基)-3-环己烯-1-醇	1.77
11	22.575	C ₁₀ H ₁₈ O	橙花醇	0.61
12	22.922	C ₄ H ₆ O ₃	琥珀酸酐	0.15
13	26.962	C ₄ H ₆ O ₂	丁内酯	0.06
14	27.380	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	3,7-二甲基-2-乙酸基-2,6-辛二烯-1-醇	0.28
15	56.917	C ₁₄ H ₂₈	1,1-二甲基-2-辛基环丁烷	0.26
16	57.424	C ₁₉ H ₄₀	6-甲基十八烷	0.11

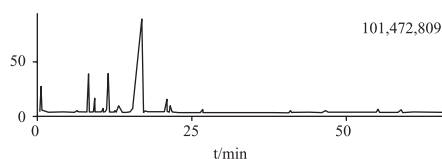


图2 四川金阳青椒挥发油气相色谱图

Fig.2 GC spectrum of *Z. Schinifolium* from Jinyang region Sichuan province

3 讨论

花椒和青椒的果皮挥发油中共有成分很少，且含量各异。花椒挥发油主要含有 1.8-桉叶素 (11.43%)，柠檬烯 (20.33%)， β -月桂烯 (12.52%)，芳樟醇 (23.47%)， α -松油醇 (3.68%)，青椒挥发油主要含有爱草脑 (82.66%)，桉烯 (3.67%)，1-甲基-4-(1-甲基乙基)-环己烯 (5.50%)，说明花椒品种不同，挥发油的组成差异很大。

《中国药典》2005 年版一部规定了花椒含量测定项仅作了对挥发油含量不得少于 1.5% 规定，

显然在代表中医药功能主治的有效成分不明的情况下，现行质量标准难以客观准确评价花椒药材内在质量。而除了挥发油以外花椒果皮还含有生物碱、酰胺、黄酮类、香豆素等成分，《中国药典》2005 年版一部列于同一项下的花椒与青椒，挥发油的组成差异较大，是否归于同一花椒项下，有待进一步深入研究。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中国药典 (一部) [S]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 110.
- [2] 阎建辉, 唐课文, 许友, 等. GC/MS 法分析花椒挥发油的化学成分 [J]. 质谱学报, 2003, 24 (2): 326.
- [3] 邱琴, 崔兆杰, 刘廷礼, 等. 花椒挥发油化学成分的 GC-MS 分析 [J]. 中药材, 2002, 25(5): 327.
- [4] 崔炳权, 郭晓玲, 林元藻. 陕西凤县大红袍花椒挥发油化学成分的 GC/MS 分析 [J]. 中国医药导报, 2006, 3(36): 21.

HPLC 法测定康乐洗液中苦参碱的含量

仇雅静, 叶 慧

(江苏省泰州药品检验所, 江苏 泰州 225300)

摘要:目的 建立康乐洗液中苦参碱的含量测定方法。方法 高效液相色谱法, 采用 Symmetry C₁₈ 柱 (3.9 mm×150 mm, 5 μ m), 流动相为甲醇-水-三乙胺 (48:52:0.05), 检测波长为 220 nm。结果 苦参碱在 0.245~3.915 μ g 范围内线性关系良好, 平均回收率为 99.2%。结论 本法简便、准确, 可用于康乐洗液中苦参碱的质量控制。

关键词: 康乐洗液; 苦参碱; HPLC

中图分类号: R927.2

文献标识码: A

文章编号: 1673-6427(2009)05-0064-02

Determination of Matrine in Kangle Lotion by HPLC

QIU Ya-jing, YE-Hui

(Taizhou Institute for Drug Control, Taizhou 225300, China)

Abstract: Objective To establish a HPLC method for the determination of matrine in Kangle Lotion.

Methods HPLC method was used with Symmetry C₁₈ column (3.9 mm×150 mm, 5 μ m), the mobile phase consisted of methanol-water-triethylamine (48:52:0.05), the detective wavelength was 220 nm. **Results** The linearity of was well with the average recovery of 99.2%. **Conclusion** The method is simple and accurate. It can be used for the determination of matrine in Kangle Lotion.

Key words: Kangle Lotion; matrine; HPLC

康乐洗液为医院制剂, 由蛇床子、苦参、栀子、丹参、黄柏等 15 味中药组成, 具有清热解毒、利湿祛风、杀虫止痒的功效。本实验采用高效液相色谱

法对方中苦参所含苦参碱进行了含量测定, 结果方法简便、快速、准确可靠, 为康乐洗液制剂的质量控制提供了依据。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 Waters2695/2996/Empower 高效液相色谱

收稿日期: 2009-02-12