

# HPLC 测定肉桂配方颗粒中的桂皮醛和桂皮酸

成差群<sup>1</sup>, 魏燕华<sup>1</sup>, 谭秀芬<sup>1</sup>, 曾锐<sup>2</sup>

(1. 广州中医药大学第三附属医院芳村分院, 广东 广州 510045; 2. 西南民族大学化环学院民族药物研究所, 四川 成都 610041)

**摘要:** 目的 建立测定肉桂配方颗粒中桂皮醛和肉桂酸含量的方法。方法 采用 HPLC 法, 色谱柱为 Hydrosphere C<sub>18</sub> (250 mm × 4.6 mm 5 μm), 流动相为乙腈-水-0.1% 磷酸溶液 (35:25:40), 流速为 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长为 287 nm。结果 桂皮醛的线性范围为 0.75~7.50 μg ( $r=0.9995$ ), 平均回收率为 98.2% ( $RSD=1.61%$ ); 肉桂酸的线性范围为 0.22~1.32 μg ( $r=0.9992$ ), 平均回收率为 97.9% ( $RSD=1.32%$ )。结论 所建方法简便、灵敏、准确, 专属性较强, 可有效地控制肉桂配方颗粒的质量。

**关键词:** 肉桂; 配方颗粒; 高效液相色谱法; 桂皮醛; 肉桂酸

中图分类号: R917

文献标志码: A

文章编号: 1006-0103(2009)06-0673-02

## Determination of cinnamaldehyde and cinnamic acid in Cinnamon formula granule by HPLC

CHENG Cha-qun<sup>1</sup>, WEI Yan-hua<sup>1</sup>, TAN Xiu-fen<sup>1</sup>, ZENG Rui<sup>2</sup>

(1. Affiliated Hospital of Fangcun Third Branch Guangzhou University of Chinese Medicine, Guangzhou, Guangdong, 510045 P. R. China; 2. Ethnic Pharmaceutical of Southwest University for Nationalities, Chengdu, Sichuan, 610041 P. R. China)

**Abstract:** **OBJECTIVE** To establish a method to determine cinnamaldehyde and cinnamic acid in Cinnamon formula granule. **METHODS** HPLC method was adopted. ODS column (250 mm × 4.6 mm 5 μm) of Hydrosphere with the mobile phase containing a mixture of acetonitrile-water-0.1% phosphoric acid solution (35:25:40), with a flow rate of 1.0 mL·min<sup>-1</sup> and the wavelength at 287 nm, were utilized for this study. **RESULTS** The method could quantitatively determine cinnamaldehyde and cinnamic acid in Cinnamon formula granule. The linear range of cinnamaldehyde was 0.75-7.50 μg ( $r=0.9995$ ) and the average recovery was 98.2% with  $RSD$  of 1.61%. The linear range of cinnamic acid was 0.22-1.32 μg ( $r=0.9992$ ) and the average recovery was 97.9% with  $RSD$  of 1.32%. **CONCLUSION** The method is accurate, sensitive and can be used to control the quality of Cinnamon formula granule.

**Key words:** Cinnamon; Formula granule; RP-HPLC; Cinnamaldehyde; Cinnamic acid

**CLC number:** R917

**Document code:** A

**Article ID:** 1006-0103(2009)06-0673-02

肉桂为樟科植物肉桂 *Cinnamomum cassia* Presl 的干燥树皮, 于秋季剥取, 阴干, 具有补火助阳, 引火归源, 散寒止痛, 活血通经的功效<sup>[1-2]</sup>。桂皮醛是肉桂中镇静、镇痛、解热的有效成分, 肉桂酸具抗微生物、抗炎、抗血小板聚集和抗实体肿瘤的作用<sup>[3]</sup>。作者采用 HPLC 法测定了肉桂配方颗粒中的桂皮醛和桂皮酸。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

2695 高效液相色谱系统 (美国 Waters)。桂皮醛 (批号: 110710-200706)、肉桂酸 (批号: 110786-200702) (中国药品生物制品检定所); 乙腈为色谱纯; 其余试剂为分析纯; 肉桂配方颗粒 (广东一方制药有限公司)。

### 1.2 方法与结果

**1.2.1 色谱条件与系统适用性试验** 色谱柱为 Hydrosphere C<sub>18</sub> 柱 (250 mm × 4.6 mm 5 μm), 流动相为乙腈-水-0.1% 磷酸溶液 (35:25:40), 柱温为 30℃, 流速为 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长为 287 nm, 进样量 10 μL。理论板数按桂皮醛峰计算应不低于  $3 \times 10^3$ 。

**1.2.2 溶液的制备** 精密称取 7.5 mg 桂皮醛对照品, 用甲醇溶解, 定容至 10 mL 量瓶中, 制得 0.75 mg·mL<sup>-1</sup> 的桂皮醛对照溶液。精密称取 1.1 mg 肉桂酸对照品, 用甲醇溶解, 定容至 10 mL 量瓶中, 制得 0.11 mg·mL<sup>-1</sup> 的肉桂酸对照溶液。

取 0.1 g 肉桂配方颗粒, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加入 10 mL 甲醇, 超声处理 (功率 400 W, 频率 42 kHz) 30 min, 放冷, 过滤, 定容于 10 mL 量瓶中, 用 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 滤液作为供试品溶液。

基金项目: 广州中医药大学基金项目 (项目编号: 06C078)

作者简介: 成差群 (1972-), 女, 硕士, 主管中药师, 从事制剂和分析研究工作。Email: mackzeng@gmail.com

按肉桂配方颗粒制剂的处方比例,称取适量除肉桂以外的辅料,按配方颗粒的制备工艺制得缺肉桂的

阴性样品,照供试品溶液的方法制备阴性样品溶液。4种溶液的色谱图见图1。

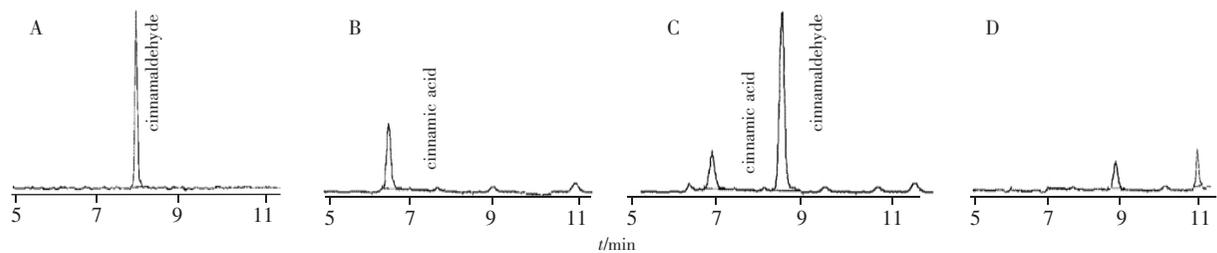


图1 桂皮醛对照品溶液(A)、肉桂酸对照品溶液(B)、供试品溶液(C)和阴性样品溶液(D)的色谱图

Fig 1 Chromatograms of cinnamaldehyde solution (A), cinnamic acid solution (B), sample solution (C) and blank solution (D)

**1.2.3 线性关系的考察** 精密吸取1、2、4、6、8、10 mL  $0.75 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$  的桂皮醛对照品溶液,置10 mL量瓶中,用无水乙醇定容,分别精密吸取10  $\mu\text{L}$  测定桂皮醛的峰面积。以桂皮醛进样量为横坐标、相应峰面积为纵坐标进行线性回归,回归方程为:  $Y = 536.870X + 27.987$  ( $r = 0.9995$ ),桂皮醛进样量  $0.75 \sim 7.50 \mu\text{g}$  与峰面积呈良好的线性关系。

精密吸取2、4、6、8、10 mL  $0.11 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$  的肉桂酸对照品溶液,置10 mL量瓶中,用无水乙醇定容,分别精密吸取10  $\mu\text{L}$  测定肉桂酸的峰面积。以肉桂酸进样量为横坐标、相应峰面积为纵坐标进行线性回归,回归方程为:  $Y = 35.87 X + 768.98$  ( $r = 0.9992$ ),肉桂酸进样量  $0.22 \sim 1.10 \mu\text{g}$  与峰面积呈良好的线性关系。

**1.2.4 精密度试验** 按“1.2.1”项的色谱条件,分取10  $\mu\text{L}$  桂皮醛、肉桂酸对照品溶液进样,连续6次。桂皮醛、肉桂酸峰面积的RSD分别为1.89%、2.25%,表明仪器进样精密度良好。

**1.2.5 稳定性试验** 取供试品溶液,在8 h内每隔2 h进样1次,记录峰面积,计算桂皮醛、桂皮酸峰面积的RSD分别为2.54%、2.31%。表明供试品溶液在8 h内稳定性良好。

**1.2.6 重复性试验** 分别取0.1 g 供试品6份,精密称定,按“1.2.2”项的方法制备供试品溶液,再按“1.2.1”项下方法测定并计算含量。桂皮醛、肉桂酸的平均含量分别为  $30.32 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$  ( $RSD = 1.65\%$ )、 $4.75 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$  ( $RSD = 1.90\%$ ),表明分析方法的精密度良好。

**1.2.7 加样回收试验** 分别取0.1 g 已知桂皮醛、肉桂酸含量的样品5份,精密称定,分别精密加入一定量的桂皮醛、肉桂酸对照品,按“1.2.2”项的方法制备供试品溶液,测定含量,计算回收率(表1)。

**1.2.8 样品的测定** 取3批肉桂配方颗粒样品制备成供试品溶液,按“1.2.1”项的色谱条件测定。测得桂皮醛的平均值为  $30.48 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$  ( $RSD =$

$1.59\%$   $n = 3$ );肉桂酸的平均值为  $4.77 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$  ( $RSD = 1.89\%$   $n = 3$ )。

表1 桂皮醛和肉桂酸回收率的测定结果(mg)

Table 1 Results of cinnamaldehyde and cinnamic acid recovery test (mg)

Components	Original	Added	Detected	Recovery / %	$\bar{X}$ / %	RSD / %
Cinnamaldehyde	3.047	3.100	5.975	97.2	98.2	1.61
	3.025	3.100	6.082	99.3		
	3.036	3.100	5.946	96.9		
	3.057	3.100	6.188	100.5		
	3.049	3.100	5.971	97.1		
Cinnamic acid	0.483	0.500	0.968	98.5	97.9	1.32
	0.468	0.500	0.931	96.2		
	0.472	0.500	0.969	99.7		
	0.481	0.500	0.959	97.8		
	0.482	0.500	0.955	97.2		

## 2 讨论

曾选用乙腈-醋酸(67:33)<sup>[4]</sup>、乙腈-水(35:75)<sup>[1]</sup>及其不同配比作流动相,结果表明:以乙腈-水-0.1%磷酸溶液(35:25:40)为流动相,桂皮醛和桂皮酸的出峰时间适宜,与其他成分的分度度较好,达基线分离,且阴性无干扰,专属性强。

由于提取、分离、浓缩后的肉桂配方颗粒已经不具有传统的性状鉴别特征,因此,如何控制产品的质量成为关键因素。文中采用在同一液相条件下的方法测定肉桂配方颗粒中桂皮醛和肉桂酸的含量,对配方颗粒的质量控制具有一定的参考意义。

## 参考文献:

- [1] 中华人民共和国国家药典委员会. 中国药典[S]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2005:91.
- [2] 肖培根. 新编中药志[M]. 第三卷. 北京: 化学工业出版社, 2002:575.
- [3] 张迎红. 桂皮酸及其衍生物与肿瘤[J]. 肿瘤研究与临床, 2001, 13(5):353-355.
- [4] 林佳, 徐丽珍. 桂枝中桂皮醛、肉桂酸的含量与分布研究[J]. 中国药学期刊, 2005, 12(40):1785-1787.

收稿日期:2009-09