

高效液相色谱法测定石菖蒲挥发油中 β -细辛醚的含量

王莹¹, 侯林¹, 陈智², 田景振^{1*}

(1. 山东中医药大学药学院, 山东 济南 250355; 2. 济南市第二人民医院药剂科, 山东 济南 250000)

摘要: 目的 建立用高效液相色谱测定石菖蒲挥发油中 β -细辛醚含量的方法。方法 色谱柱为Venusil XBP-C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μ m); 流动相为甲醇-水 (60:40), 每1 000 mL加入磷酸二氢钾1.4 g, 十二烷基磺酸钠1.2 g; 柱温30℃; 流速1.0 mL·min⁻¹; 检测波长257 nm。结果 β -细辛醚在8.48~67.84 μ g·mL⁻¹浓度范围内与峰面积具有良好的线性关系 ($r=0.9999$); β -细辛醚平均回收率为100.76%; RSD 1.41%。结论 该方法灵敏简便, 结果准确可靠, 可用于 β -细辛醚的含量测定。

关键词: β -细辛醚; 石菖蒲; 挥发油; 高效液相色谱法

中图分类号: TQ460.7²

文献标识码: A

文章编号: 1672-979X (2011) 07-0274-03

Determination of β -Asarone in *Acori Tatarinowii* Rhizoma by HPLC

WANG Ying¹, HOU Lin¹, CHEN Zhi², TIAN Jing-zhen¹

(1. Shandong University of Traditional Chinese Medicine, Jinan 250355, China; 2. Jinan No.2 People's Hospital, Jinan 250000, China)

Abstract: Objective To establish a high performance liquid chromatographic method for the determination of β -asarone in *acori tatarinowii* rhizoma. **Methods** The column was Venusil XBP-C₁₈(250mm×4.6mm, 5 μ m). The mobile phase was methanol-water (60:40), containing 1.4g of potassium dihydrogen phosphate and 1.2 g of SDS per 1 000 mL. The temperature of column was 30℃, with the flow rate 1.0 mL·min⁻¹; the detection wavelength was 257 nm. **Results** The linear range of β -asarone was 8.48~67.84 μ g·mL⁻¹. The average recovery was 100.76% with corresponding RSD of 1.41%. **Conclusion** The method is sensitive, simple and accurate, and can be used for the determination of β -asarone in *Acori tatarinowii* rhizoma.

Key Words: β -asarone; *acori tatarinowii* rhizoma; volatile oil; HPLC

石菖蒲为天南星科植物石菖蒲 *Acorus tatarinowii* Schott的干燥根茎。具有开窍豁痰, 醒神益智, 化痰开胃。用于神昏癫痫, 健忘失眠, 耳鸣耳聋, 脘痞不饥, 噤口下痢^[1]。现代药理研究表明, 其主要的有效成分为挥发油, 包括 β -细辛醚、 α -细辛醚等物质^[2], 其中 β -细辛醚是主要的心血管及神经细胞保护成分。常用的挥发油含量测定方法为GC-MS联用, 虽然GC-MS联用的方法在定性分析方面具有很强的鉴别能力, 但应用于定量分析时其选择性, 重复性, 灵敏

度等均与高效液相色谱法有一定差距。本研究拟建立用高效液相色谱测定石菖蒲挥发油中 β -细辛醚含量的方法。

1 实验材料

1.1 仪器

Agilent 1100高效液相色谱仪; KDM型恒温电热套 (山东甄城华鲁仪器); BS 110S分析天平 (北京赛多利斯天平); KQ-250E型超声波清洗器 (昆山市超声仪器); 挥发油提取器。

收稿日期: 2010-11-20

作者简介: 王莹 (1987-), 女, 山东济南人, 硕士研究生, 从事中药新药、新剂型研究

*通讯作者: 田景振, 教授, 博士生导师 E-mail:tianjingzhen@163.com

[6] 王凌飞, 靳秀红, 王文洁.序贯治疗小儿支原体肺炎疗效观察[J].中国误诊学杂志, 2006, 6 (3): 494-495.
[7] 温玺.治疗小儿支原体肺炎3种方案的临床疗效分析[J].中国妇

幼保健, 2009, 24 (7): 934-935.

[8] 辛德莉, 马红秋.肺炎支原体感染的治疗[J].实用儿科临床杂志, 2007, 22 (04): 250-252

1.2 试药

石菖蒲饮片(批号20100603,规格3千克/袋,山东省建联中药店),经山东中医药大学药学教研室周凤琴教授鉴定,为天南星科多年生草本植物石菖蒲 *Acorus tatarinowii* Schott 的干燥根茎; β -细辛醚对照品(批号S38558-429,美国西格玛奥德里奇);甲醇为色谱纯,其余均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱为Venusil XBP-C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μ m);流动相为甲醇-水(60:40)每1 000 mL加入磷酸二氢钾1.4 g,十二烷基磺酸钠1.2 g;柱温30℃;流速1.0 mL·min⁻¹;检测波长257 nm。在上述色谱条件下 β -细辛醚与其它组分能达到基线分离,色谱峰的理论板数不低于3 000。见图1。

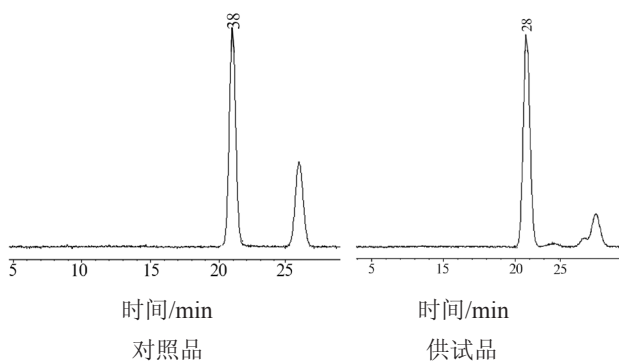


图1 β -细辛醚对照品与供试品的HPLC色谱图

2.2 石菖蒲挥发油的制备^[3]

取石菖蒲饮片300 g,置入挥发油提取装置,蒸馏水浸泡后,连续提取10 h,以石油醚萃取油层,并用蒸馏水洗至中性,脱水,挥去石油醚,即得石菖蒲挥发油粗油。

2.3 对照品溶液的制备

精密称取 β -细辛醚对照品10.6 mg,置入25 mL容量瓶,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀;精密量取1 mL,置入10 mL容量瓶,加甲醇至刻度,摇匀,即得(每1 mL含 β -细辛醚42.4 μ g)。

2.4 供试品溶液的制备

精密称取共水蒸馏法提取的石菖蒲挥发油粗油10.2 mg,置入25 mL容量瓶,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀;精密量取1 mL,置入10 mL容量瓶,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

2.5 线性关系考察

精密称取 β -细辛醚对照品适量,制成8.48, 16.96, 25.44, 33.92, 42.4, 50.88, 59.36, 67.84 μ g·mL⁻¹浓度的标准溶液。分别精密吸取20 μ L,注入高效液相色谱仪,记录峰面积,以浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。 β -细辛醚回归方程为: $Y=0.016X-0.3548$, $r=0.9999$ 。结果表明,8.48~67.84 μ g·mL⁻¹浓度范围内线性关系良好。

2.6 精密度试验

精密吸取同一供试品溶液重复进样6次,测得 β -细辛醚峰面积,计算精密度, $RSD=2.16\%$ ($n=6$)。

2.7 稳定性试验

分别精密吸取同一供试品溶液,于配制后0~12 h内每隔2 h进样测定,测得 β -细辛醚峰面积,结果 $RSD=2.00\%$ ($n=6$)。

2.8 重复性试验

取同一批供试品6份,按“2.4供试品溶液制备”项下方法,重复制备样品6份,进行测定,结果 β -细辛醚的平均含量52.2%, $RSD=4.49\%$ ($n=6$)。

2.9 加样回收试验

取已知含量 β -细辛醚的供试品溶液,分别加入一定量 β -细辛醚对照品,混匀,平行6份,按测定法测定,计算回收率,结果表明, β -细辛醚的加样回收率100.76%, $RSD=1.41\%$ ($n=6$)。见表1。

表1 加样回收率测定结果

序号	样品含量/ μ g	加入量/ μ g	测得量/ μ g	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
1	81.6	0.0848	82.3383	100.8	100.76	1.41
2	81.6	0.0848	80.0919	98.05		
3	81.6	0.1696	83.5767	102.21		
4	81.6	0.1696	82.6936	101.13		
5	81.6	0.2544	83.0986	101.52		
6	81.6	0.2544	82.5502	100.85		

2.10 样品测定

取样品9批,按“2.4供试品溶液制备”项下方法制备供试品溶液,按测定法测定,结果为:批号082001,含量51.7%;批号082002,含量58.3%;批号082101,含量56.2%;批号082102,含量71.1%;批号082201,含量54.4%;批号082202,含量54.4

薄层扫描法测定保健饮料中牛磺酸的含量

惠秋沙

(山东中医药大学, 山东 济南 250355)

摘要: 目的 建立测定保健饮料中牛磺酸含量的方法。方法 采用薄层扫描法测定牛磺酸含量, 以正丙醇-水-冰乙酸-乙醇(5.2:2:2:0.8)做展开剂, 以1%茚三酮乙醇液为显色剂, 双波长反射法锯齿扫描。结果 牛磺酸0.205~1.025 μg时与峰面积呈良好的线性关系($r=0.9994$), 加样回收率98.18%, $RSD=2.21\%$ 。结论 此方法简便、快速、准确、灵敏度高。

关键词: 保健饮料; 牛磺酸; 薄层扫描法

中图分类号: TS275.4

文献标识码: A

文章编号: 1672-979X(2011)07-0276-03

Determination of Taurine in Health Drinks by TLC

HUI Qiu-sha

(Shandong University of Traditional Chinese Medicine, Jinan 250355, China)

Abstract: Objective To establish a method for the determination of taurine in health drinks. **Methods** The content of taurine was measured by TLC method with the mixture of propanol-water-glacial acetic acid-ethanol (5.2 : 2 : 2 : 0.8) as the developing agent and 1% ninhydrin in ethanol as the chromogenic agent. The dual-wavelength reflection zigzag scanning was employed. **Results** There was a good linear relationship between peak area and taurine content over the range of 0.205~1.025 μg ($r=0.9994$). The recovery was 98.18% with RSD of 2.21%. **Conclusion** This method is simple, rapid, accurate and sensitive.

Key Words: health drink; taurine; TLC

牛磺酸能促进胎儿与婴幼儿大脑发育, 增强机体免疫力, 具有一定的促生长作用; 在脊髓、脑干和视网膜某些部位起调节神经传导的作用; 改善与胆汁酸有关的脂肪代谢等。血浆中牛磺酸还能防止因钙失调引起的心力衰竭, 具有中枢降血压作用, 能改善充血

性心力衰竭患者的临床症状^[1]。

近年市场上出现了许多含牛磺酸的食品与饮料, 具有增强体质, 预防疾病, 解除疲劳, 提高工作效能的作用。本实验室自制的保健饮料中添加了牛磺酸, 并将牛磺酸作为质控指标之一。

收稿日期: 2011-3-11

作者简介: 惠秋沙(1952-), 女, 江苏灌南人, 副教授, 从事药物分析与中药复方研究 E-mail: huiqiusha@yahoo.com.cn

%; 批号082301, 含量60.3%; 批号082302, 含量61.5%; 批号082401, 含量62.7%。

3 讨论

本文选用甲醇-水(60:40)每1 000 mL加入磷酸二氢钾1.4 g, 十二烷基磺酸钠1.2 g为流动相, β-细辛醚在20 min左右出峰, 并与其他成分能够达到基线分离。本研究对石菖蒲挥发油中β-细辛醚的含量进行了测定, 并对线性范围, 精密度, 稳定性, 重复性, 加样回收率分别进行了考察, 结果表明该方法简便灵

敏, 准确可靠, 回收率合格, 可用于β-细辛醚的质量控制。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中国药典2010年版一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 85.
- [2] 吴启端, 吴清和. 石菖蒲的药理研究进展[J]. 中药新药与临床药理, 2006, 17(6): 477-480.
- [3] 刘斌, 倪健. 中药有效部位及成分提取工艺和检测方法[M]. 北京: 中国中医药出版社, 2007.