

2.6 验证实验

依据效应面法优化的工艺条件范围, 选取乙醇浓度 85%, 提取时间 80 min, 料液比 1:15 的工艺条件, 提取白鲜皮 3 份, 进行工艺验证。结果表明, 二项式拟合方程预测值与实测值的偏差为 2.3% [偏差=(预测值-实测值)/预测值×100%], 预测值与实际值之间偏差较小, 说明二次多项式数学模型进行等高线叠加所得到的优化区域符合设计目标, 实验设计和数学模型具有可靠性和重复性。按此工艺得到的白鲜碱提取率为 0.045%, 浸膏得率为 6.31%。

3 讨论

本研究采用星点设计-效应面法, 考察了乙醇

浓度、提取时间和料液比对白鲜皮碱提取率的影响, 并确定各因素在选定范围内的最佳值, 从而优化了白鲜碱的提取工艺。该方法应用于中药有效成分的提取分离, 有较好的应用前景。

REFERENCES

- [1] Ch.P (2010) Vol I (中国药典 2010 年版一部) [S]. 2010: 102.
- [2] WU H Y. New advances in research of chemical constituents and pharmacological action of Dictamnini Cortex. Inner Mongolia Petrochem Ind(内蒙古石油化工), 2007, 3: 50-51.
- [3] JIANG L K, YANG S, WANG Z D, et al. Research progress of dictamnine and its derivative [J]. Guangzhou Chem Ind(广州化工), 2009, 37(5): 32-34.

收稿日期: 2011-12-21

壮药阴香皮药材质量标准研究

黎小伟, 蒋受军, 周天祥, 庞兴寿(广西玉林食品药品检验所, 广西 玉林 537000)

摘要: 目的 制定壮药阴香皮药材质量标准, 为阴香皮药用植物资源的开发利用提供实验依据。方法 对 10 批阴香皮药材进行药材性状、显微特征、薄层色谱方面的研究, 并测定其挥发油含量、总灰分、水分, 采用气相色谱法测定阴香皮活性成分龙脑的含量。结果 不同来源阴香皮药材性状、显微特征、薄层色谱鉴别特征明显且一致性好; 龙脑在 0.052 8~1.056 μg 内呈良好的线性关系($r=0.999\ 9$), 平均加样回收率 98.8% (RSD=1.0%)。结论 本实验为制定壮药阴香皮质量控制标准提供了实验依据。

关键词: 阴香皮; 质量标准; 龙脑; TLC; GC

中图分类号: R284.1

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2012)10-0899-04

Criteria of Quality Control for Burmann Cinnamon Bark

LI Xiaowei, JIANG Shoujun, ZHOU Tianxiang, PANG Xingshou(Yulin Institute for Food and Drug Control, Yulin 537000, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To provide experiment basis by setting up the quality control specification of Burmann Cinnamon Bark. **METHODS** The pharmacognostic methods were employed. The volatile oils, ash content and moisture were determined by gas chromatography. **RESULTS** The morphological and histological characters of Burmann Cinnamon Bark from different origins were observed, the results showed good consistency. There was a good linear relationship of borneol in the range of 0.052 8–1.056 μg ($r=0.999\ 9$), the average recovery was 98.8% (RSD=1.0%). **CONCLUSION** The method provides reference for the quality control of Burmann Cinnamon Bark.

KEY WORDS: Burmann Cinnamon Bark; quality criteria; borneol; TLC; GC

阴香皮为樟科(Lauraceae)植物阴香 *Cinnamomum burmannii*(C.Get Th.Nees)Bl.的干燥树皮, 别名山桂皮(广东中药志)、阴香、山肉桂、香胶叶、

胶桂、假桂枝、土肉桂、山桂、月桂、野玉桂、鸭母桂、香胶仔、潺桂^[1], 壮名: Nyawhgvigbya(美中吞)^[2], 始载于《岭南采药录》,《中药大辞典》、

基金项目: 广西壮族自治区壮药质量标准(第二卷)研究项目(MZY2010066)

作者简介: 黎小伟, 女, 副主任药师 Tel: (0775)2838908 E-mail: wxl_3199@sina.com

《中华本草》、《广西中草药》第二册均有记载。阴香皮具有温中止痛、祛风散寒、解毒消肿、止血作用，常用于治疗寒性胃痛、腹痛、泄泻、食欲不振、风寒湿痹、腰腿疼痛、跌打损伤、创伤出血、疮疖肿毒^[1]，壮医用于胃寒痛^[3]。为了更好地开发利用这一壮药资源，本试验对不同产地的阴香皮从药材性状、显微特征、挥发油、总灰分、水分等几方面进行了研究，并采用 TLC 及 GC 进行了定性、定量研究，为制定壮药阴香皮药材质量控制标准提供实验依据。

1 仪器与试剂

Agilent 6890N 气相色谱仪(美国 Agilent 公司); 硅胶预制薄层板(青岛海洋化工厂); 所用试剂均为分析纯; 龙脑对照品(中国食品药品检定研究院, 批号: 110881-201107, 纯度: 99.3%); 药材来源采集于广西各地, 原植物标本经广西壮族自治区食品药品检验所韦家福主管药师鉴定为樟科植物阴香 *Cinnamomum burmannii*(C.G. et Th.Ness)Bl. 的干燥树皮。

2 方法与结果

2.1 药材性状

本品呈卷槽状、筒状或片状, 长短不一, 宽或直径 2~10 cm, 厚 0.1~0.6 cm。本品外表面灰褐色至黑褐色, 稍粗糙, 有的可见灰白色的斑纹; 内表面暗红棕色, 平坦。本品质硬而脆, 易折断, 断面不平整, 外层棕色而较粗糙, 内层暗棕色而油润; 气香, 味微甘、涩。

2.2 显微特征

横切面: 木栓细胞数列。皮层内含草酸钙方晶, 散有分泌细胞和石细胞。中柱鞘部位石细胞群断续连成环带状, 石细胞群外侧有时有纤维束伴在。韧皮部有石细胞群, 靠外侧较多; 韧皮部射线宽 1~3 列细胞, 含密集草酸钙方晶及少量长方形草酸钙方晶; 韧皮纤维少数, 多单个散在; 油细胞随处可见。薄壁细胞含淀粉粒。结果见图 1。

粉末: 棕色至红棕色。纤维大多单个散在, 长梭形, 长 300~680 μm , 直径约 15~30 μm , 壁厚, 纹孔不明显。石细胞类圆形或不规则形, 直径 25~100 μm , 壁厚, 有的一面菲薄。油细胞类圆形或长圆形, 直径 22~45 μm 。草酸钙方晶散在于射线细胞中。木栓细胞多角形, 含红棕色物。结果见图 2。

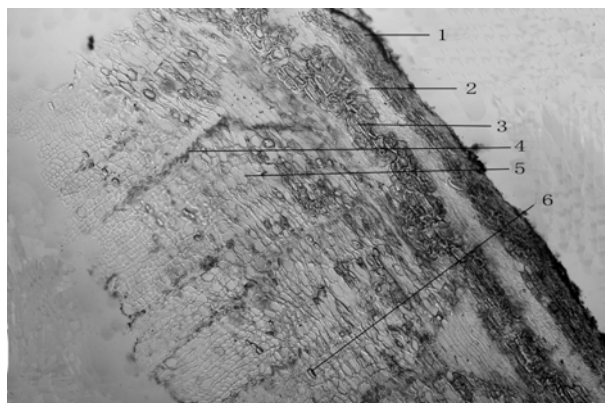


图 1 横切面组织结构图(10×25)

1-木栓层; 2-皮层; 3-石细胞; 4-射线; 5-韧皮部; 6-纤维

Fig 1 Constructional detail of transverse tissue(10×25)

1-cork layer; 2-cortex; 3-stone cell; 4-ray; 5-phloem; 6-fibre

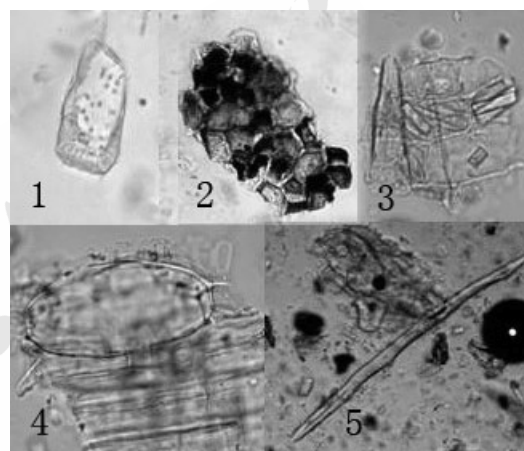


图 2 粉末显微特征图(10×40)

1-石细胞; 2-木栓细胞; 3-草酸钙方晶; 4-油细胞; 5-纤维

Fig 2 Powder chart of microscopic characteristics (10×40)

1-stone cell; 2-cork cell; 3-calcium oxalate fang jing; 4-oil cell; 5-fibre

2.3 薄层色谱鉴别

取本品粉末 0.5 g, 加乙醚 15 mL 超声 5 min, 滤过, 滤液挥至近干, 残渣加三氯甲烷 1 mL 使溶解, 作为供试品溶液。另取阴香皮对照药材 0.5 g, 同法制成对照药材溶液。再另取龙脑对照品, 加三氯甲烷制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。照中国药典 2010 年版一部附录 VIB 薄层色谱法试验, 吸取上述供试品溶液、对照药材溶液各 10 μL 、对照品溶液 2 μL , 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-乙酸乙酯(8:2)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 1% 香草醛硫酸溶液, 在 105 $^{\circ}\text{C}$ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照药材和对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。结果见图 3。

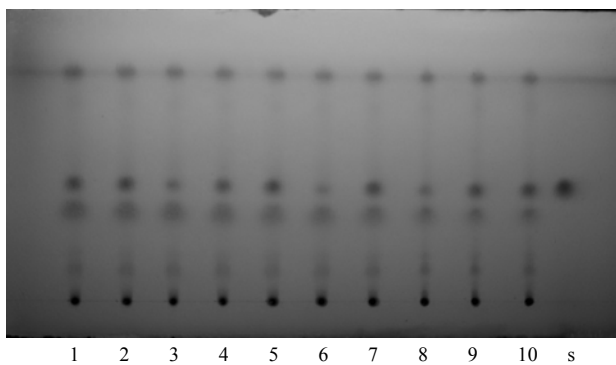


图3 阴香皮的 TLC 图谱

1, 2-玉林; 3-北流; 4-岑溪; 5, 6-容县; 7-9-梧州; 10-南宁; S-龙脑对照品

Fig 3 TLC chromatogram of Burmann Cinnamon Bark

1,2-Yulin; 3-Beiliu; 4-Cenxi; 5,6-Ronxian; 7-9-Wuzhou; 10-Nannin; S-borneol control

2.4 水分、总灰分的测定

参照药典 2010 年版一部附录 IXH 水分测定法第二法及附录 IXK 灰分测定法测定, 10 批药材样品测定结果见表 1。

表 1 水分、总灰分、挥发油、龙脑含量

Tab 1 Content of moisture, ash content, volatile oils, and borneol

编号	来源	水分/%	总灰分/%	挥发油/%	龙脑含量/ mg·g ⁻¹
1	玉林	13.52	4.19	0.94	0.442 0
2	玉林	12.23	4.26	0.90	0.418 7
3	北流	13.86	3.88	0.68	0.231 6
4	岑溪	13.11	3.84	0.69	0.295 1
5	容县	14.42	3.83	0.87	0.304 2
6	容县	13.37	3.92	0.66	0.211 3
7	梧州	13.78	5.25	0.91	0.311 2
8	梧州	12.47	4.12	0.74	0.220 9
9	梧州	14.53	5.26	0.82	0.300 7
10	南宁	13.75	5.48	0.88	0.298 3

2.5 含量测定

2.5.1 挥发油 按中国药典 2010 年版一部附录 XD 挥发油测定法测定, 10 批样品的挥发油含量结果见表 1。

2.5.2 龙脑含量 按中国药典 2010 年版一部附录 VI E 气相色谱法测定。

2.5.2.1 色谱条件 色谱柱: HP-5 毛细管柱(30 m×0.25 μm); 氮气为载气, FID 检测器, 流速 1.5 mL·min⁻¹; 进样口温度: 210 °C; 检测器温度: 280 °C; 程序升温: 初始温度 60 °C, 以 10 °C·min⁻¹

升至 120 °C, 保持 2 min, 以 25 °C·min⁻¹ 升至 230 °C, 保持 10 min; 分流比 10:1; 进样量: 1 μL。

2.5.2.2 对照品储备液的制备 精密称取龙脑对照品适量, 加乙酸乙酯溶解得每 1 mL 含龙脑 1.056 mg 的溶液, 作为对照品储备液。

2.5.2.3 供试品溶液的配制 取药材粉末(过 3 号筛)约 4 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入乙酸乙酯 10 mL, 称定重量, 超声处理 10 min, 用乙酸乙酯补足减少的重量, 摇匀, 过滤, 取续滤液作为供试品溶液。

2.5.2.4 系统适应性试验 取供试品溶液按“2.5.2.1”色谱条件进样, 记录色谱图, 结果见图 4。结果显示, 龙脑色谱峰的理论板数达到 5 000, 分离度达 3.1。

取“2.5.2.2”项下对照品储备液, 按“2.5.2.1”色谱条件, 连续进样 6 次, 测得峰面积, 计算 RSD 为 0.65%, 表明仪器精密度良好, 见图 4。

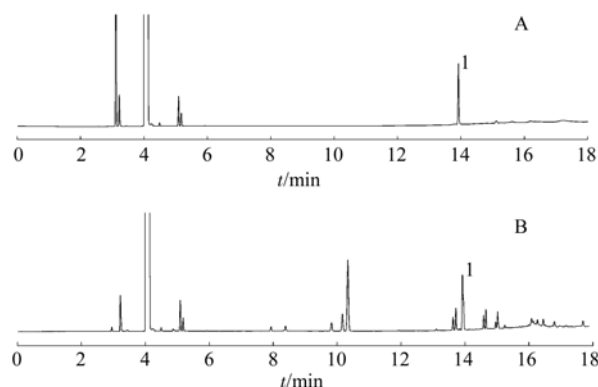


图 4 GC 色谱图

A-对照品; B-供试品; 1-龙脑

Fig 4 GC chromatograms

A-control; B-sample; 1-borneol

2.5.2.5 线性关系 取“2.5.2.2”项下对照品储备液 0.5, 2, 4, 8, 10 mL 分别置 10 mL 量瓶中, 加乙酸乙酯稀释至刻度, 摇匀, 分别吸取上述溶液 1 μL 注入气相色谱仪, 测定。以龙脑的浓度(X)为横坐标, 峰面积为纵坐标(Y), 得线性回归方程为 $Y=641.33X-8.57$, $r=0.999 9$, 结果表明龙脑在 0.052 8~1.056 μg 内呈良好的线性关系。

2.5.2.6 加样回收率试验 取已知含量的同一样品约 2 g, 精密称定, 平行 9 份, 分别置于具塞锥形瓶中, 加入龙脑对照品储备液适量, 加乙酸乙酯至 10.0 mL, 按“2.5.2.3”项下方法制备供试品溶液, 依法测定, 计算加样回收率, 结果见表 2。

表 2 加样回收率试验结果

Tab 2 The results of recovery test

取样量/ g	样品含 龙脑/mg	加入量/ mg	测得量/ mg	回收率/ %	平均回 收率/%	RSD/ %
2.120 5	0.659 9	0.316 8	0.970 7	98.1		
2.012 6	0.626 3	0.316 8	0.936 4	97.9		
2.115 6	0.658 4	0.316 8	0.975 8	100.2		
2.002 2	0.623 1	0.633 6	1.257 3	100.1		
2.101 4	0.654 0	0.633 6	1.284 4	99.5	98.8	1.0
2.115 8	0.658 4	0.633 6	1.275 5	97.4		
2.023 5	0.629 7	0.844 8	1.466 9	99.1		
2.037 6	0.634 1	0.844 8	1.468 8	98.8		
2.106 1	0.655 4	0.844 8	1.486 7	98.4		

2.5.2.7 重复性试验 取产自梧州的样品, 平行制备 6 份供试品溶液, 按“2.5.2.1”色谱条件测定并计算含量, RSD 为 1.7%, 表明方法的重复性良好。

2.5.2.8 稳定性试验 取同一供试品溶液, 分别于 0, 4, 8, 12, 16, 24 h 进样测定, 计算峰面积, 峰面积 RSD 为 1.92%, 表明供试品溶液在制备后 24 h 内基本稳定。

2.5.2.9 样品含量测定 按上述方法测定 10 批阴香皮药材样品, 每个批次的样品平行制备 2 份, 测定样品中龙脑的含量, 结果见表 1。

3 讨论

对于阴香皮性状、显微特征, 文中所作描述

能较好地与同属其他植物相区分。由表 1 可知, 建议阴香皮药材各指标范围可控制在: 总灰分不得超过 6.0%, 水分应低于 15.0%, 挥发油含量不低于 0.50%, 龙脑含量不低于 0.20%。此结论可作为制定阴香皮药材质量标准的参考依据。

薄层色谱结果表明, 10 批阴香皮样品中, 均检出龙脑, 斑点清晰且方法简便, 结合阴香皮对照药材同时作对照, 可较好区别同科属其他药材, 如桂皮。

气相色谱法测定龙脑含量, 常用内标测定法^[4-5]。本实验使用外标法, 因为实验使用的仪器精密度能达到要求, 并可简化实验及计算。

REFERENCES

- [1] China Bencao Editor Committee. China Bencao(中华本草) [M]. Shanghai: Science and Technology Press, 1999.
- [2] HUANG X C. Concise Dictionary of Guangxi Ethnic Drug(广西民族药简编) [M]. Nanning: Health Bureau of the Guangxi Zhuang Autonomous Region Institute for Drug Control, 1980: 25
- [3] QI L, LUO D S. Collection of Chinese Minorities Medicine [M]. Neimenggu: Science and Technology Press, 2000: 517.
- [4] Ch.P(2010) Vol (中国药典 2010 版.一部)[S]. 2010.
- [5] CHEN D F, JIN Z Z, WU W J, et al. Simultaneous GC determination of α -pinene, (+)-borneol, (-)-borneol in Bingqiao oil [J]. Chin J Pharm Anal(药物分析杂志), 2008, 28(11): 1877-1879.

收稿日期: 2012-01-04

UPLC 同时测定不同产地川芎中 8 种活性成分的含量

马天成^a, 贾英^{a*}, 罗洁^a, 崔思娇^a, 毕开顺^b(沈阳药科大学, a.中药学院; b.药学院, 沈阳 110016)

摘要: 目的 建立同时测定不同产地川芎中咖啡酸、香草醛、阿魏酸、洋川芎内酯 I、洋川芎内酯 H、丁基苯酞、藁本内酯和丁烯基苯酞含量的 UPLC 方法。方法 采用 ACQUITY UPLC, HSS T3 色谱柱(2.1 mm×100 mm, 1.8 μ m), 流动相为甲醇-0.03%磷酸水溶液, 梯度洗脱, PDA 检测器, 针对不同组分, 选择其最大吸收波长作为检测波长。结果 咖啡酸、香草醛、阿魏酸、洋川芎内酯 I、洋川芎内酯 H、丁基苯酞、藁本内酯和丁烯基苯酞分别在 0.082 8~3.312 μ g·mL⁻¹, 0.047 85~1.914 μ g·mL⁻¹, 4.420~176.8 μ g·mL⁻¹, 2.035~81.4 μ g·mL⁻¹, 0.470 4~18.82 μ g·mL⁻¹, 1.044~41.75 μ g·mL⁻¹, 13.55~542.0 μ g·mL⁻¹, 1.785~71.40 μ g·mL⁻¹ 内呈良好的线性关系, 平均回收率分别为 101.0%, 99.1%, 98.9%, 103.6%, 96.3%, 102.8%, 98.1%, 98.0%。结论 该方法简便、快捷、重复性好, 可用于川芎药材及其制剂的质量控制。

关键词: 川芎; 活性成分; UPLC

中图分类号: R284.1

文献标志码: A

文章编号: 1007-7693(2012)10-0902-05

基金项目: 辽宁省教育厅创新团队项目(2009T097)

作者简介: 马天成, 男, 硕士生 Tel: (024)23986296
jiayingsyphu@yahoo.com.cn

E-mail: matiancheng2@126.com

*通信作者: 贾英, 女, 博士, 副教授

E-mail: