

## 藏药牛尾蒿油滴丸含量测定的气相色谱方法学研究

李维卫<sup>1,2</sup>, 胡凤祖<sup>1\*</sup>, 师治贤<sup>1</sup>

(1. 中国科学院西北高原生物研究所, 西宁 810001; 2. 中国科学院研究生院, 北京 100039)

**摘要** 目的: 建立测定牛尾蒿油滴丸中  $\beta$ -蒎烯含量的方法。方法: 气相色谱法, 采用填充色谱柱(3 m × 3 mm), 固定相为 8% 二乙二醇丁二酸酯, 汽化温度 180 °C, 柱温 120 °C, 载气(氮气)流速 10 mL · min<sup>-1</sup>。结果:  $\beta$ -蒎烯的理论塔板数为 2106, 回归方程为  $Y = 2.705 \times 10^5 X - 3.544 \times 10^3$  ( $r = 0.9999$ ), 线性范围为 0.2163 ~ 3.460 mg · mL<sup>-1</sup>, 平均回收率 ± RSD 为 99.16% ± 0.59%。结论: 以该法测定主要有效成分  $\beta$ -蒎烯的含量, 理论塔板数较高、分离度较好。该方法可用于牛尾蒿油滴丸的质量控制。

**关键词:** 藏药; 牛尾蒿油滴丸;  $\beta$ -蒎烯; 气相色谱法; 质量控制

中图分类号: R917 文献标识码: A 文章编号: 0254-1793(2006)05-0659-02

## GC study of determination of Tibet medicine Niuwei Haoyou dropping pills

LI Wei-wei<sup>1,2</sup>, HU Feng-zu<sup>1\*</sup>, SHI Zhi-xian<sup>1</sup>

(1. Northwest Plateau Institute of Biology, Chinese Academy of Sciences, Xining 810001, China;

2. Graduate School of the Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039, China)

**Abstract Objective:** To establish a method for quantitative determination of  $\beta$ -pinene in Tibet medicine Niuwei Haoyou dropping pills. **Method:** GC, column (3 m × 3 mm); stationary phase: 8% diethylene glycol succinate; detector: hydrogen flame ionization detector; injection chamber temperature: 180 °C; column temperature: 120 °C; carrier gas: N<sub>2</sub>, 10 mL · min<sup>-1</sup>. **Result:** Average recovery ratio was 99.6%. **Results:** The number of theoretical plates was 2106, the regression equation was  $Y = 2.705 \times 10^5 X - 3.544 \times 10^3$  ( $r = 0.9999$ ); the average recovery ± RSD was 99.16% ± 0.59%. **Conclusion:** This method can be used to control the quality of Tibet medicine Niuwei Haoyou dropping pills.

**Key words:** Tibet medicine; Niuwei Haoyou dropping pills; GC;  $\beta$ -pinene; quality control

牛尾蒿油滴丸主要原料为藏药材牛尾蒿 (*Atemisia subdigitata* Mattf.) 的挥发油, 主要成分为  $\alpha$ -蒎烯、 $\beta$ -蒎烯、桉烯、茵陈素等<sup>[1,2]</sup>, 其中  $\beta$ -蒎烯含量最高, 在 35% 以上。该产品主要功效是化痰止咳、降气平喘, 用于痰浊阻肺、气喘咳嗽、痰多及慢性支气管炎见上述证候者。原试行标准以牛尾蒿的挥发油作为质量控制的标准, 专一性不强, 不易控制。以  $\beta$ -蒎烯含量作为标准能够更好的控制该药品的质量, 本实验采用气相色谱法对  $\beta$ -蒎烯的含量测定法进行了系统的方法学研究。色谱柱选用填充柱, 出峰时间快且分离效果好, 方法简便, 重复性好, 适用于原药、中间体及成品药的质量控制。

### 1 仪器与试剂

GC 7890 II 气相色谱仪(上海天美公司), 氢火焰离子化检测器, Sepu 3000 色谱工作站。

石油醚(分析纯, 30 ~ 60 °C, 重蒸);  $\beta$ -蒎烯对照品(批号 1860010, 纯度 90%), 瑞士 Fluka 公司; 牛尾蒿油滴丸(每丸重 0.2 g, 含牛尾蒿油 0.1 g), 青海省大地药业。

### 2 色谱条件

色谱柱为填充柱(3 m × 3 mm), 以二乙二醇丁二酸酯为固定相, 涂布浓度为 8%, 柱温为 120 °C; 进样口温度: 180 °C, 检测器温度: 150 °C, 载气流速: 10 mL · min<sup>-1</sup>, 进样量 1  $\mu$ L。

\* 通讯作者 Tel: (0971) 6132750; E-mail: hufz@nwipb.ac.cn

### 3 溶液的制备

**3.1 对照品溶液** 精密称取  $\beta$ -蒎烯对照品 38.44 mg(含  $\beta$ -蒎烯 34.6 mg), 以石油醚定容至 10 mL 量瓶, 即得对照品储备液。精密量取该储备液 125  $\mu$ L, 用石油醚定容至 5 mL, 即得 0.865 mg  $\cdot$  mL<sup>-1</sup> 的对照品溶液。

**3.2 供试品溶液** 取牛尾蒿油滴丸内容物约 0.1 g, 精密称定, 置 100 mL 量瓶中, 加适量石油醚溶解超声 5 min 后定容至刻度, 摇匀, 即得。

### 4 系统适用性试验

取浓度为 0.865 mg  $\cdot$  mL<sup>-1</sup> 的对照品溶液进样, 以  $\beta$ -蒎烯峰计理论板数为 2106, 拖尾因子为 1.02, 样品与最近峰的分离度为 2.68。

### 5 线性关系考察

取“3.1”项下  $\beta$ -蒎烯对照品储备液, 用石油醚稀释至浓度分别为 0.2163, 0.4325, 0.8650, 1.730, 3.460 mg  $\cdot$  mL<sup>-1</sup> 的对照品溶液, 精密吸取 1  $\mu$ L, 注入气相色谱仪, 测定, 结果表明,  $\beta$ -蒎烯浓度在 0.2163 ~ 3.460 mg  $\cdot$  mL<sup>-1</sup> 之间线性良好。回归方程为:

$$Y = 2.705 \times 10^5 X - 3.544 \times 10^3 \quad r = 0.9999$$

### 6 精密度试验

精密吸取  $\beta$ -蒎烯对照品溶液 1  $\mu$ L, 注入气相色谱仪, 连续进样 5 次, 以外标法分别计算 5 份样品的含量, 结果  $\beta$ -蒎烯含量的 RSD 为 0.86%, 表明精密度良好。

### 7 稳定性试验

称取牛尾蒿油滴丸 0.1 g, 加石油醚溶解得供试品溶液, 进样 1  $\mu$ L, 每隔一定时间测定样品中  $\beta$ -蒎烯的含量, 结果含量的 RSD 为 1.2%, 表明供试品在 21 h 内稳定性良好。

### 8 重复性试验

按“3.2”项下方法制备供试品溶液, 依照样品测定方法进样, 以  $\beta$ -蒎烯峰面积计算 RSD, 重复测定 5 份, RSD 为 4.6%。表明该方法重复性良好。

### 9 回收率试验

精密称取已知含量(0.010 g)样品 5 份, 其  $\beta$ -蒎烯含量为 3.64 mg, 再精密称取  $\beta$ -蒎烯对照品 3.0 mg 分别加到 5 份样品中, 按“3.2”项下方法制

备供试品溶液, 进样 1  $\mu$ L, 测定, 计算回收率, 5 份样品回收率分别为 99.10%, 98.50%, 99.61%, 98.69%, 99.89%; RSD ( $n = 3$ ) 分别为 0.78%, 0.89%, 0.98%, 0.86%, 0.77%。平均回收率 99.16%。

### 10 样品含量测定

准确称取牛尾蒿油滴丸内容物 0.1 g, 按“3.2”项下方法制备供试品溶液, 用石油醚稀释 10 倍后进样。测定 10 批样品中  $\beta$ -蒎烯的含量, 每批平行测定 2 次, 结果 10 批样品中  $\beta$ -蒎烯含量在 35.7 ~ 39.7 mg 之间, 其色谱图及菜籽油空白对照图见图 1。结果表明, 该方法对牛尾蒿油滴丸的质量控制提供了可靠的依据。

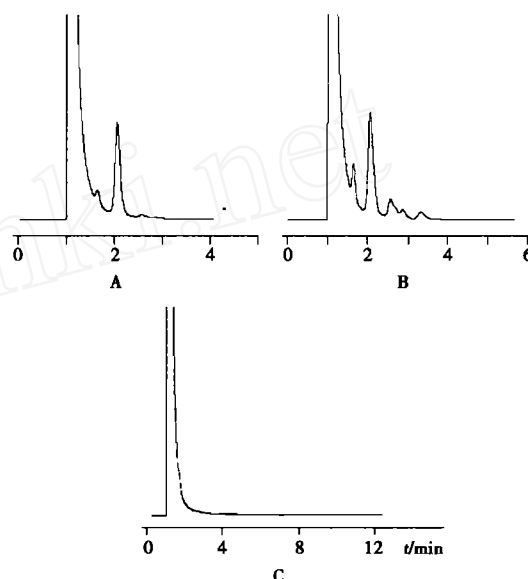


图1 色谱图

Fig 1 GC chromatograms

A.  $\beta$ -蒎烯对照品 ( $\beta$ -pinene reference substance)

B. 供试品 (sample) C. 空白 (blank)

### 参考文献

- 1 WU Nai-ju(吴乃居), WANG Zhi-qing(王志清), GU Pei-lan(顾佩兰), et al. The compounds of volatile oils in *Atemisia subdigita* (茶绒挥发油的化学成分). *Northwest Pharm J* (西北药学杂志), 1991, 6(1): 12
- 2 SHI Zhi-xian(师治贤), ZHANG Jin-xia(张金霞). *Biology Analytical Chemistry of Qinghai-Tibetan Plateau* (青藏高原生物资源分析化学). Beijing(北京): Science Press(科学出版社), 1996. 31

(本文于 2005 年 4 月 24 日修改回)