

砂仁的进口药材质量标准研究

朱沛韶, 陈浩桢

(广东省药品检验所, 广东 广州 510180)

摘要: 目的 制订砂仁的进口药材质量标准。方法 用气相色谱法鉴别醋酸龙脑酯、龙脑, 测定醋酸龙脑酯的含量。结果 醋酸龙脑酯的含量测定平均回收率为 102.4%, 相对标准差 (RSD) 为 0.9998。结论: 方法简便、准确, 可有效控制砂仁的质量。

关键词: 砂仁; GC; 醋酸龙脑酯; 龙脑

中图分类号:

文献标识码:

文章编号: 1673-4610(2009)04-034-02

Quality Standards of Imported Fructus amomi

Zhu pei shao, Chen hao an

GuangDong provincial institute For Drug conteol(Guang zhou 510180)

Abstract: Objective To establish the quality standards for imported Fructus amomi. Methods Bornyl acetate and Borneol in Fructus amomi were indentified by GC. The content in Fructus amomi was determined by GC with an average recovey of 102.4%. Results These methods were simple and accurate with a strong specificity. Conclusion These methods can be used for the quality control of imported Fructus amomi.

Key words: Fructus amomi; GC; Bornyl acetate; Borneol

砂仁具有化湿开胃, 温脾止泻, 理气安胎的功效。收载于 2005 年版中国药典只有鉴别及挥发油测定, 为了有效控制进口砂仁药材质量, 根据国家药品监督管理局的布置制订了本标准。

1 仪器与试药

GC-14B 气相色谱仪, C-R4A 数据处理机; 醋酸龙脑酯、龙脑 (由中国药物制品检定所提供品); 醋酸乙酯 (分析纯); 样品 (本所提供)。

2 定性分析

2.1 醋酸龙脑酯、龙脑的鉴别

取砂仁细粉 0.25g 加醋酸乙酯 10ml, 称重, 超声半 30min, 社会, 再测定重量, 补足醋酸乙酯, 过滤, 作为供试品溶液。另取醋酸龙脑酯、龙脑对照品加醋酸乙酯制成各 2ml/ml, 作对照品溶液, 按含量测定条件的气相色谱法。

3 定量分析

3.1 色谱分析条件

色谱柱: 2.1m × 3.2mm 玻璃柱, 以 PEG-20M 为固定相、涂布浓度 20%, 柱温 100℃, 理论塔板数按醋酸龙脑酯峰计算应 >1500。

3.2 对照品溶液的配制

精密称取醋酸龙脑酯对照品 9.75mg, 置 10ml 容

量瓶中, 加入醋酸乙酯制成使溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3.3 线性关系考察

按 3.1 项下的气相色谱分析条件, 精密吸取上述对照品溶液, 分别进样 0.5μl、1μl、2μl、3μl、5μl, 记录醋酸龙脑酯峰面积, 以 2 次峰面积平均值为纵坐标, 以醋酸龙脑酯浓度 (μg) 为横坐标, 进行线性回归, 得线性方程: $Y = 1267X + 3724$, $r = 0.9998$, 结果表明, 醋酸龙脑酯进伴量在 0.4875 ~ 4.875μg 范围内具有良好的线性关系。

3.4 回收率试验

精密称取已知醋酸龙脑酸含量的药材粉末 (共 5 份), 精密加入 1ml 醋酸龙脑酯对照品, 加入醋酸乙酯 9ml, 称重, 超声 30min, 称重, 补足醋酸乙酯量, 摇匀, 过滤, 滤液按供试品测定方法进行测定结果 (表 1)。

表 1 回收率试验

编 号	供试品的量 (含醋酸龙脑酯)	加入的醋酸龙脑酯 (mg)	测得醋酸龙脑酯 (mg)	回收率 (%)
1	5.550	5.556	10.332	10.068
2	5.428	5.556	10.904	98.560
3	5.352	5.556	11.085	103.186
4	5.379	5.556	11.195	104.356
5	4.501	5.556	10.170	102.034

平均回收率为 102.44%; RSD = 2.3%。

3.5 样品测定

取砂仁药材粉末 0.5g, 精密称定, 加入醋酸乙酯 10ml, 称定重量, 超声 30min, 称重, 补足醋酸乙酯, 过滤, 滤液按上述气谱分析条件测定 (表 2)。

表 2 砂仁中醋酸龙脑酯的含量

砂仁	1	2	3
醋酸龙脑酯	3.0 %	2.9 %	3.0 %

4 讨论与小结

较多文献资料是通过水蒸汽蒸馏提取, 再测提取物的含量。考虑到砂仁含其他挥发性成分较高, 但含醋

酸龙脑酯较少的特点, 直接采用醋酸乙酯作溶媒超声提取方法, 用气相色谱法测定, 效果较好 (图 1)。

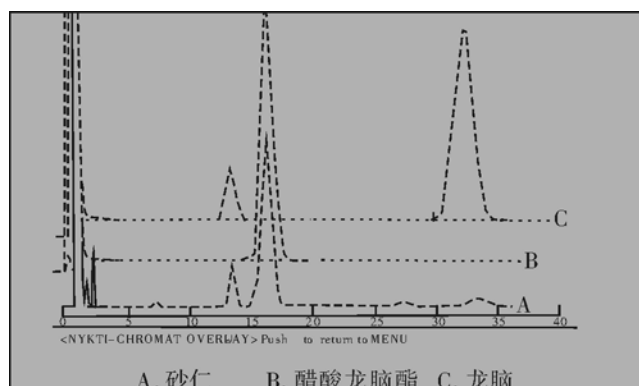


图 1 砂仁和醋酸龙脑酯的 GC 图

(上接第 38 页)

行质量控制。延胡索乙素的含量测定, 参考《中国药典》2005 版一部中延胡索药材项下的含量测定方法及参考文献^[2], 延胡索乙素为生物碱, 在流动相中采用三乙胺调节酸碱值, 使其能更好地分离。结果显示该

方法对制剂中延胡索乙素的含量测定适用, 分离度高、峰型好, 且阴性无干扰。该方法简便、准确、可靠, 可以作为本制剂的含量测定方法。

(收稿日期: 2009-)

参考文献

1. 中华人民共和国国家药典委员会. 中国药典. 一部. 北京, 化学工业出版社, 2005.
2. 刘迎春, 牛晚扬, 段丽颖, 等. RP-HPLC 测定不同产

地延胡索中延胡索乙素含量, 化学试剂, 2007, 29 (2): 97-98, 106.

(上接第 50 页)

3 讨论

本实验曾采用文献的流动相, 结果以文中条件分离效果好, 重现性强, 在同一色谱条件下同时检测到小豆蔻明、山姜素, 各成分均达到基线分离, 理论板数均在 5000 以上。本测定方法可用于复方草豆蔻合

剂中有效成分的含量测定。

复方草豆蔻合剂中姜明的含量较低, 可能与制剂的提取工艺和药材的质量有关, 因此, 需制定草豆蔻药材中小豆蔻明、山姜素的含量限度, 确保制剂的有效性。

(收稿日期)

参考文献

1. 饶伟文, 林泳德. HPLC 测定草豆蔻中山姜素、小豆蔻明的含量. 中国药学杂志, 1998, 33 (12): 743-745.
2. 梁嘉敏, 何敬愉, 彭维. 等. HPLC 法测定草豆蔻中山姜素、

小豆蔻明的含量. 中药材, 2007, 30 (3): 299-300.

3. 谭洁珍, 李杰明. HPLC 法测定草豆蔻中小豆蔻明. 中草药, 2006, 37 (1): 133-134.