

丁香及其制剂中丁香酚含量的测定

李庆民

张树和

戴杏梅

(辽宁省药检所 沈阳 110023) (大连药检所 大连 116021) (大连医学院 大连 116023)

1 前 言

丁香(*Flos Caryophylli*)为桃金娘科植物丁香(*Eugenia Caryophyllata Thunb*)的干燥花蕾。它的主要药用成分以挥发油为定量依据,含挥发油不得少于16.%(¹)者符合药用。其挥发油为丁香油,主要化学成分是丁香酚(Eugenol)。丁香和丁香酚的检测已有报道(^{2,3}),但丁香在中药制剂中含量的测定方法尚未见报道。本文对丁香及其制剂进行了丁香油提取,同时采用气相色谱法测定了丁香酚的含量。

2 实验与结果

2.1 仪器、试剂和色谱条件

GC-9A 气相色谱仪,附 C-R2AX 数据处理机。玻璃柱 1.1m× ϕ 3.2mm;固定液为聚乙二醇20M 10%;柱温170℃,检测器 FID,检测器/进样口温度210℃。载气 N₂,35mL/min。

丁香酚化学对照品由中国药品生物制品检定所提供。苯甲醇、二甲苯、丙酮均为 AR 级。

2.2 含量测定条件试验

线性关系试验 取苯甲醇配制成每毫升含50mg的丙酮内标溶液。另取丁香酚对照品配制成每毫升含10mg的丙酮丁香酚溶液。精确量取丁香酚溶液1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL,分别置于50mL量瓶中,各加入内标溶液2.0mL,用丙酮加至刻度。进样1 μ L,得色谱图及相应的峰面积。以丁香酚溶液浓度(mg/mL)与峰面积比($A_{\text{丁香酚}}/A_{\text{苯甲醇}}$)作图,得线性回归方程为 $Y=3.33X-0.442, r=0.9995$ 。

丁香中丁香酚含量的测定 1)丁香油的提取:取研碎的丁香药材0.3g加入挥发油测定器⁽¹⁾中,加水200mL。从上端加入适量水后再加入2mL二甲苯,蒸馏提取2h。二甲苯提取液置于50mL量瓶中,加内

标液2mL,用丙酮加至刻度。2)丁香酚对照溶液:取丁香酚溶液5mL与内标溶液2mL置于50mL量瓶中,用丙酮加至刻度。3)测定方法:取上述两种溶液分别进样,得色谱图(图1)并计算峰面积。由结果知丁香中含丁香酚为12.8%(W/W, n=5。)

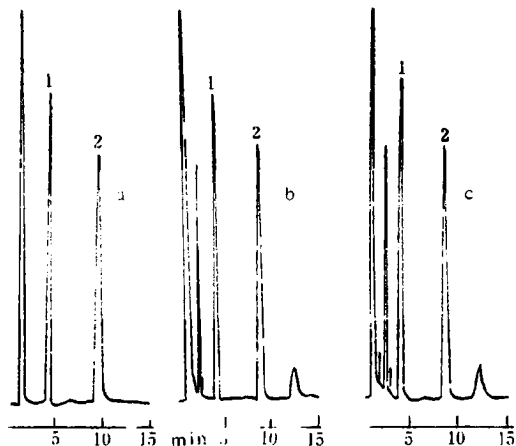


图1 色谱图

a. 标准液, b. 丁香, c. 丁香胃灵散。

1. 苯甲醇(内标), 2. 丁香酚。

丁香制剂含量的测定及试验条件的选择 1)丁香油提取时间的考察:取本品按“丁香酚含量的测定”操作,分别按不同时间提取测定,结果见表1。2)

表1 不同时间提取测定丁香酚的含量

时间(min)	30	60	90	120
含量(%)	0.24	0.29	0.33	0.33

丁香酚回收率试验:取已知丁香酚含量的制剂一批,精确称取2.5g,并加入丁香酚8.25mg(丁香酚溶液)后,按“丁香酚含量的测定”方法操作,结果见表2。平均回收率99.6%, CV=0.7%(n=5)。3)样品含量测定:取本品按“丁香酚含量的测定”方法操作,分别进样品溶液与对照溶液,内标法计算,结果见表3。

表2 丁香酚回收率试验

(单位:mg)

样号	样品重量	丁香酚含量	丁香酚加入量	理论总量	实测量	回收率(%)
1	2550	8.41	8.25	16.66	16.70	100.2
2	2520	8.32	8.25	16.57	16.41	99.0
3	2560	8.45	8.25	16.70	16.50	98.8
4	2510	8.28	8.25	16.53	16.62	100.5
5	2540	8.38	8.25	16.63	16.55	99.5

表3 制剂中丁香酚含量(W/W)

样品号	X(% , n=5)	CV(%)
1	0.3325	0.64
2	0.3374	0.83
3	0.3310	1.05

确,可靠。

关键词 气液色谱,丁香酚,丁香,丁香制剂

参 考 文 献

- 1 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典(一部). 1990:1
- 2 高 海等. 中草药, 1988, 3, 17
- 3 张朝选, 孙曾培. 药物分析杂志, 1991, 11(4): 245
- 4 江苏新医学院编. 中药大辞典(上册). 上海人民出版社, 1977: 13
- 5 刘米达夫著, 杨本文译. 植物化学(日). 北京: 科学出版社, 1985: 76

3 讨 论

上述实验结果表明,丁香及其制剂用挥发油测定器提取是可行的,提取时间以2h为宜。

根据文献记载,丁香油中丁香酚含量约85%^[4,9]。根据本制剂配方中丁香的加入量,实际测定丁香酚的量与理论值相符合。本实验检测方法准

Determination of Eugenol in *Flos Caryophylli* and Its Preparation

Li Qingmin

(Liaoning Provincial Institute for Drug Control, Shenyang, 110023)

Zhang Shuhe

Dai Xingmei

(Dalian Institute for Drug Control, Dalian, 116021) (Dalian Medical College, Dalian, 116023)

The paper reports a determination method for eugenol in *flos caryophylli* and its preparation by using GC with a 10% Carbowax-20 M glass column, 1.1m × φ3.2mm, and FID. Benzyl alcohol is used as internal standard. The coefficient of variation of the method is less than 0.7% (n=5) and the average recovery is 99.6%. The method is simple and accurate.

Key words gas liquid chromatography, eugenol, *flos caryophylli*, *flos caryophylli* preparation

关于邀请参展的通知

由中国化学会色谱专业委员会、中国分析测试协会色谱学会和中国色谱学会共同举办的《第十次全国色谱学术报告会》定于1995年5月在南京举行。会议期间将同时举办色谱仪器、配件、材料等展示会。请欲参展的单位速与大连市中山路161号(邮编116011)国家色谱研究分析中心于宋顺同志联系。展示会具体事项将在二轮通知中详告。

《第十次全国色谱学术报告会》会议筹备组

1994年4月