

GC-MS 法检测广藿香挥发油的化学成分

刘志华¹, 周德英²

(¹河北工业大学化工学院, 天津 300130; ²天津中新药业隆顺裕制药厂, 天津 300457)

摘要:广藿香是藿香正气水等中成药的主要药味, 广藿香的主要有效成分是广藿香挥发油, 为保证药品的疗效和质量, 需建立准确评估广藿香原料品质的检测方法。采用 GC-MS 法对广藿香挥发油成分进行了定性和量化分析, 得到了九个特征峰。实验结果表明这九个特征峰的重复性、稳定性、重现性良好, 适合作为广藿香挥发油的指纹图谱的基础数据。通过对市售三个不同批次的原料分别进行分析, 上述九个特征峰为三批材料共有的特征峰, 因此这 9 个共有峰可作为广藿香挥发油的指纹图谱。尽管不同批次样品的挥发油各组分的含量有显著差异。但选择九个特征峰及广藿香酮与广藿香醇的峰面积比值可以作为控制质量的指标参数。建议在使用广藿香原料时应根据产品的不同特点建立广藿香油的指纹图谱质量标准。

关键词:广藿香; 挥发油; GC 指纹图谱

中图分类号: R248.2

文献标识码: A

论文编号: 2009-0767

Detection of Essential Oils from *Pogostemon Cablin* by GC-MS

Liu Zhihua¹, Zhou Deying²

(¹School of Chemical Technology, Hebei Industrial University, Tianjin 300130;

²Tianjin Zhongxin Pharmaceutical Longshunrong Manufactory, Tianjin 300457)

Abstract: The main component of *Pogostemon cablin* is essential oils. It is necessary to establish the quantitative determination on *Pogostemon cablin* content. The essential oil was analyzed quantitatively and qualitatively on GC-MS instrument; for controlling the quality, GC fingerprint of *Pogostemon cablin* was set up. Nine compounds including patchouli alcohol and pogostone were identified among 9 main peaks in three samples sold in the market. The fingerprint can help distinguish the quality and assess the differences of *Pogostemon cablin* by ratio of patchouli alcohol and pogostone from various areas in China. It is necessary to establish quantitative standard by the fingerprint of essential oils extracted from *Pogostemon cablin*.

Key words: *pogostemon cablin*, essential oils, GC fingerprint

0 引言

广藿香 *Pogostemon cablin* 为唇型科刺蕊草属植物, 别名刺蕊香、藿香, 为药材和香料兼用的植物。原产菲律宾、印度等国家, 后传入中国广东地区, 目前在广州、肇庆、湛江、广西、海南等地区均有栽培。广藿香是临床上常用的芳香化湿药, 味辛, 性微温; 归脾、胃、肺经, 具有芳香化浊, 开胃止呕, 发表解暑之功能。临床上主要用于湿浊中阻, 脘痞呕吐, 暑湿倦怠, 胸闷不舒, 寒湿闭暑, 腹痛吐泻, 鼻渊头痛等症的治疗^[1]。除

配方使用外, 还是 30 余种中成药“藿香正气水”和“藿胆丸”等的重要组成药味^[1]; 在工业上作为化妆品和杀虫剂等日常生活用品的生产配料^[2]。

有研究表明广藿香醇可能是广藿香油抗真菌作用的关键成分, 而广藿香酮为抗菌的主要成分^[3-4]。由于化学成分在不同的品种中含量不同, 作用偏向和强度也随之不同, 因此在制药工业上应该根据产品的不同需要, 使用相应不同的品种。姜静等人运用薄层鉴别藿香正气片中广藿香醇, 方法重现性好, 易于操作,

基金项目:天津市重点科技攻关项目“建设高新技术示范工程”(023182211)。

第一作者简介:刘志华, 男, 1977 年出生, 天津人, 实验师, 硕士, 从事药用植物有效成分提取及分析的的教学和研究。通信地址: 300130 天津市红桥区光荣道 8 号、河北工业大学, Tel: 022-60200441, E-mail: liuzhihua7477@yahoo.com.cn。

收稿日期:2009-04-13, **修回日期:**2009-05-21。

但仅限于定性鉴别^[5]。刘乡乡等运用GC法测定广藿香提取物中百秋李醇和广藿香酮的含量^[6],汪小根等人运用GC-MS联用技术测定了广藿香油中广藿香酮的含量^[7],均可用于广藿香油的质量监控。胡海燕等人运用分子蒸馏技术对广藿香油纯化工艺进行研究,有效提高了有效成分的提取率^[8]。市售广藿香原料品种较复杂,制品工艺各不相同,有效成分也有很大区别,因此很难确切知道药效和用量。目前还没有文献报导有关市售广藿香有效成分批次间差异和根据该差异控制广藿香的内在品质的方法,因此建立原料和产品的质量标准是目前急需解决的问题。使用气相色谱-质谱联用的方法分析药用植物有效成分的指纹图谱法正在逐步成为目前控制药用植物材料及其制剂质量的重要手段^[9]。作者使用上述方法对三批市售广藿香的成分进行了初步分析,这些结果对制定广藿香原料及以广藿香为原料的制品标准提供了重要线索,尤其在药用植物有效成分的提取和质量控制上有着现实意义。

1 仪器与材料

1.1 仪器

安捷伦-5975型气相色谱-质谱联用仪(GC-MS),DB-5弹性石英毛细管色谱柱。

1.2 植物材料

试验所用材料广藿香为市售样品,根据不同采样点,分别把样品编为三个批号,它们分别是样品071196、样品080213和样品070754。实验所用试剂均为国产色谱纯。

2 实验方法及结果

2.1 挥发油的提取

按中国药典(2005年版)附录XD挥发油测定法甲法提取挥发油^[1],收集备用。从不同样品里提取的挥发油分别按照其原料批号命名为提取物071196,提取物080213,提取物070754。

2.2 GC-MS分析条件

色谱柱为DB-5弹性石英毛细管柱(50 m×0.25 mm×0.25 μm),初始温度50℃,停留2 min;程序

升温5℃至240℃用时15 min,240℃保持5 min;气化室温度260℃;进样量0.05 μl;分流比50:1;载气为高纯氮气,接口温度为200℃。

质谱条件:EI离子源,离子源温度200℃,电子能量70eV,扫描质量范围30~500u;溶剂延迟。标准图库NIST,16万张。

2.3 供试品液的制备

把上述三种挥发油提取物分别用无水硫酸钠干燥后用正己烷稀释到适当浓度(500倍),以0.2 μm微孔滤膜滤过,即得。所得产品分别命名为供试品液071196,供试品液080213和供试品液070754。

2.4 重复性、稳定性和重现性试验

取供试品液071196进行分析,连续重复进样5次,9个特征峰相对保留时间RSD均小于0.2%,相对含量RSD均小于3%,数据结果表明仪器及色谱条件精密度良好,适合本样品的检测。

取供试品液071196放置于室温,分别于1、2、4、8、24 h进样,每次检测出现的9个特征峰相对保留时间RSD均小于0.4%,相对含量RSD均小于3%,这些数据结果表明样品在24 h内取供试品液071196成分无显著变化,样品稳定性较好。

取样品071196,将其分为5份,分别提取挥发油后,得到五种提取物。把这五种提取物分别按照2.3的办法稀释,得到五种供试品液,分别命名为供试品液071196-1,供试品液071196-2,供试品液071196-3,供试品液071196-4,供试品液071196-5。把这五种供试品液分别按照2.2的条件上样分析,每个供试品液都出现9个特征峰。五种供试品液的9个特征峰相对保留时间RSD均小于0.5%,相对含量RSD均小于2%,数据结果表明样品的检测重现性良好,建立的方法可以作为广藿香的指纹图谱质量标准。

3 样品的检测

把从2.3得到的三种供试品液分别按上述方法分别进样分析,每个供试品液的9个主要成分的(相对含量1%以上)相对含量见表1,不同供试品液的挥发油GC指纹图谱见图1。

表1 不同批次广藿香样品挥发油主要成分相对含量

(%)

批号	峰1	峰2	峰3	峰4	峰5	峰6	峰7	峰8	峰9	广藿香酮/广藿香醇
071196	6.12	2.21	3.28	17.15	9.40	8.45	2.84	21.56	26.91	1.25
080213	5.43	1.21	3.31	15.14	7.82	8.33	3.59	39.54	13.71	0.35
070754	4.72	1.47	4.17	16.02	8.36	8.53	3.85	27.46	20.81	0.76

4 主要色谱峰分析

用安捷伦-5975型气相色谱-质谱联用仪检测并分

析供试品液071196,然后对检测到的9个特征色谱峰进行鉴别,结果如表2所示。

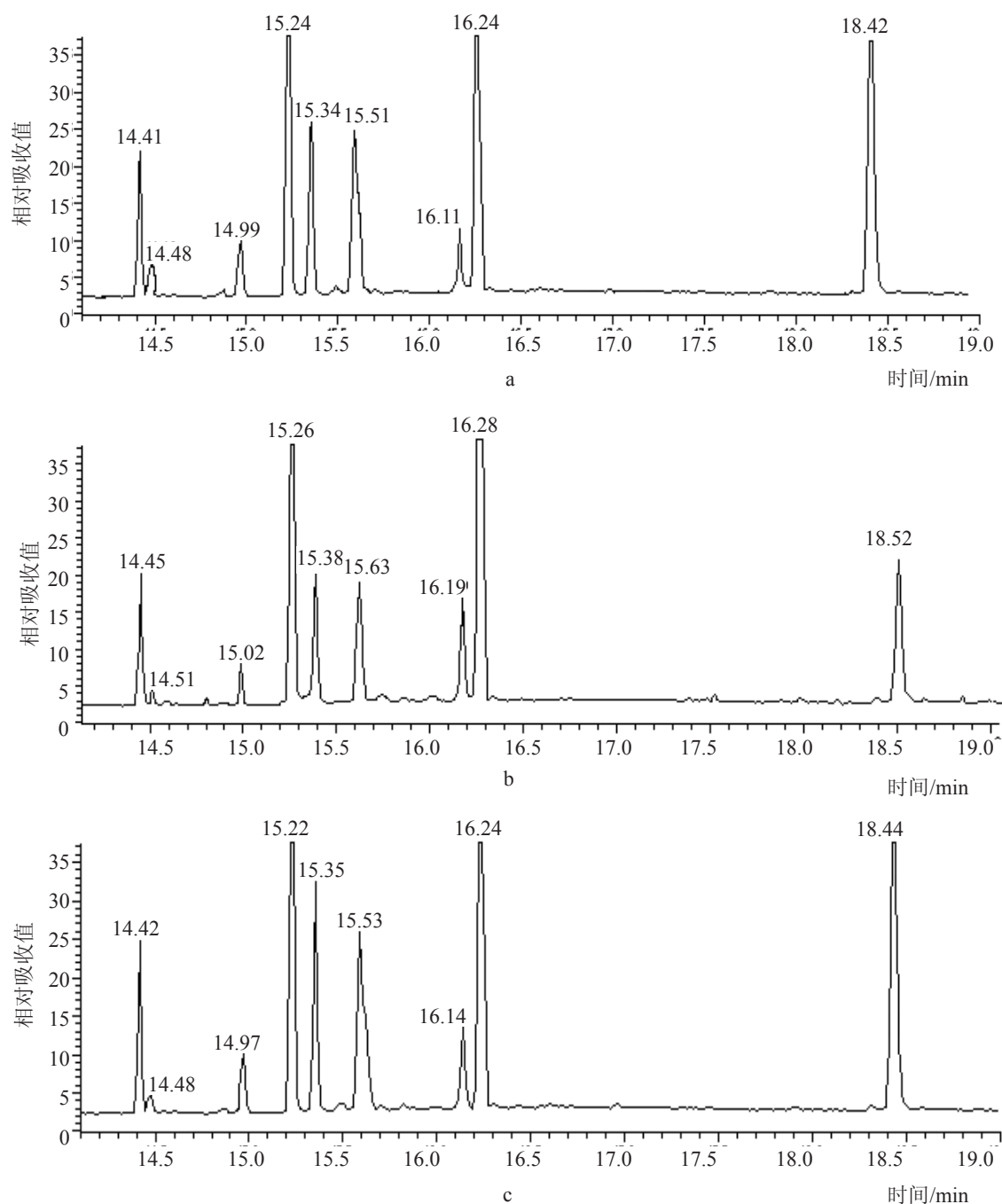


图1 不同批次广藿香挥发油气相色谱指纹图谱

a, 供试品液071196; b, 供试品液080213; c 供试品液070754

表2 广藿香(071196)挥发油GC-MS分析结果

	1	2	3	4	5	6	7	8	9
保留时间/min	14.41	14.48	14.99	15.24	15.34	15.51	16.11	16.24	18.42
相对分子量	204	204	204	204	204	204	204	222	224
化合物名称	β -广藿香烯	β -榄香烯	刺蕊草烯	α -愈创木烯	α -广藿香烯	δ -愈创木烯	蓝桉醇	广藿香醇	广藿香酮

5 结论与讨论

经实验研究建立的指纹图谱重复性良好,稳定性和重现性能够满足实验要求,通过对不同批次的广藿

香挥发油气相色谱图进行分析,发现有9个共有峰含量较高,特征明显,具有代表性,他们的峰位和大致的比例关系,能够作为一个整体,较清楚地显示出指纹图

谱的特有属性,适合作为评价指标峰进行品质的鉴定,样品之间的差异未影响指纹图谱的整体特征。

有研究表明广藿香油对皮肤癣菌具有特异性抑制作用,其最小抑菌浓度(MIC)在 50~400 $\mu\text{l/L}$ 。进一步对其化学成分进行分析,发现广藿香醇、愈创木烯和广藿香烯是最重要的化合物。另外广藿香油对新型隐球菌、球毛壳菌和短柄帚霉的生长有抑制作用,深入研究发现,其化学成分中的广藿香酮为抗菌主要成分之一^[10]。试验结果表明不同批次的广藿香挥发油主要成分基本相同,但含量有较大差异,提示可能由于产地和采收季节的差异,对产品的品质产生影响。因此可将广藿香酮与广藿香醇的峰面积比值作为控制质量的指标参数;并且由于其中广藿香酮和广藿香醇含量的差异,其主要成分的专属性药用价值也因此应当在入药时予以考虑。

参考文献

[1] 国家药典委员会.中华人民共和国药典 2005 版(一部)[S].北京:化学工业出版社,2005:30-31.

- [2] 李江涛,李敏,杨晓慧,等.广藿香挥发油的提取[J].西安文理学院学报自然科学版,2007,10(4):25-28.
- [3] 张英,张金超,陈瑶,等.广藿香生药、化学及药理学研究进展[J].中草药,2006,37(5):786-790.
- [4] 杨甫传,徐丽珍,邹忠梅,等.广藿香醇及广藿香油中广藿香醇在大鼠体内药代动力学比较[J].药学报,2004,39(9):726-729.
- [5] 姜静,王彬彬,宋力飞,等.藿香正气片中百秋李醇的薄层鉴别[J].航空航天医药,2003,14(1):44.
- [6] 刘乡乡,黄晓玲,郑越中.GC法测定广藿香提取物中百秋李醇和广藿香酮的含量[J].中药材,2005,28(1):30-31.
- [7] 汪小根,邹玉繁,王玉生.GC-MS联用技术测定广藿香油中广藿香酮的含量[J].药物分析杂志,2005,25(5):582-584.
- [8] 胡海燕,彭劲甫,黄世亮,等.分子蒸馏技术用于广藿香油纯化工艺的研究[J].中国中药杂志,2004,29(4):320-322.
- [9] 罗集鹏,冯毅凡,郭晓玲.广藿香根与根茎挥发油成分研究[J].天然产物研究与开发,2000,12(4):66-70.
- [10] 袁旭江,朱盛山,李苑新,等.广藿香配方颗粒及其药材质量关系研究[J].时珍国医国药,2006,17(9):1618-1619.