

## 气相色谱法测定土木香药材中土木香内酯和异土木香内酯的含量

张永萍 徐国钧 金蓉鸾 徐珞珊 李 颖<sup>1</sup>

(生药学教研室; <sup>1</sup> 分析计算中心)

**关键词** 土木香内酯; 异土木香内酯; 气相色谱法

土木香来源于菊科植物, 中华人民共和国药典 1985 年版(一部)规定其来源为土木香 *Inula helenium* L. 和总状土木香 *I. racemosa* Hook f. 的根<sup>[1]</sup>。前者主产于河北省安国县, 当地称之为青木香、祁木香。后者常为藏民所用, 称为藏木香、玛奴。两者都含有土木香内酯和异土木香内酯等成份。我们用气相色谱法, 以二十三烷为内标, 对祁木香和藏木香进行了定性定量分析, 测定了不同产地药材中土木香内酯和异土木香内酯的含量, 为鉴定该类药材的质量提供了科学依据。

### 1 实验部分

#### 1.1 仪器及条件

仪器: GC-R1A 气相色谱仪, C-R3A 数据处理机。条件: 色谱柱: 2 m×2 mm 不锈钢柱; 担体: Chromosorb W-HP(80~100 目); 固定液: 3% FFAP(聚乙二醇 2 M 和 2-硝基苯二甲酸的反应产物); 柱温: 158℃; 进样器温度: 200℃; 检测器温度: 200℃; 检测器: FID; 载气: N<sub>2</sub>, 流速: 30 ml/min, H<sub>2</sub> 流速 0.6 ml/min; 空气: 0.5 kg/cm; 放大器范围: 2; ATT: 2。

#### 1.2 药材样品

实验样品均经鉴定为土木香 *I. helenium*, 产地分别为河北安国县(栽培), 甘肃省兰州; 总状土木香 *I. racemosa*, 产地分别为甘肃漳县五马家(栽培), 甘肃漳县新寺(栽培), 新疆维

吾尔自治区塔城(野生), 新疆维吾尔自治区阜康县(野生)。

#### 1.3 标准对照品的制备

药材经水蒸汽蒸馏, 得淡黄色芳香性挥发油, 室温下放置数日, 析出白色针晶, 抽滤, 石油醚重结晶, 得标准对照品<sup>[2]</sup>。土木香内酯 mp. 76℃, bp 275℃, 异土木香内酯 mp 115℃, 为同分异构体, 分子量为 232。

#### 1.4 内标的选定

土木香内酯的保留时间为 13 min 左右, 异土木香内酯的保留时间为 19 min 左右。而药材提取液在 4~9 min 内无色谱峰, 我们先后对联苯、奈、十二烷~二十六烷(十七烷除外)进行了筛选<sup>[3,4]</sup>, 后选定二十三烷为内标物, 其保留时间为 6 min 左右(图 1)。

#### 1.5 精密度测定

用面积归一化法求算了标准对照品中土木香内酯和异土木香内酯的相对百分含量并测定精密度。取同一浓度的标准对照品氯仿液, 每次进样量相等, 土木香内酯和异土木香内酯的含量分别为 56.1363%, 39.3424%; 标准偏差分别为 0.3051, 0.5059; RSD 分别为 0.78%, 0.90% (n=10)。

#### 1.6 定性分析

样品的氯仿提取液按上述色谱条件进行分析, 土木香内酯的保留时间为 13 min 左右, 异土木香内酯的保留时间为 19 min 左右。

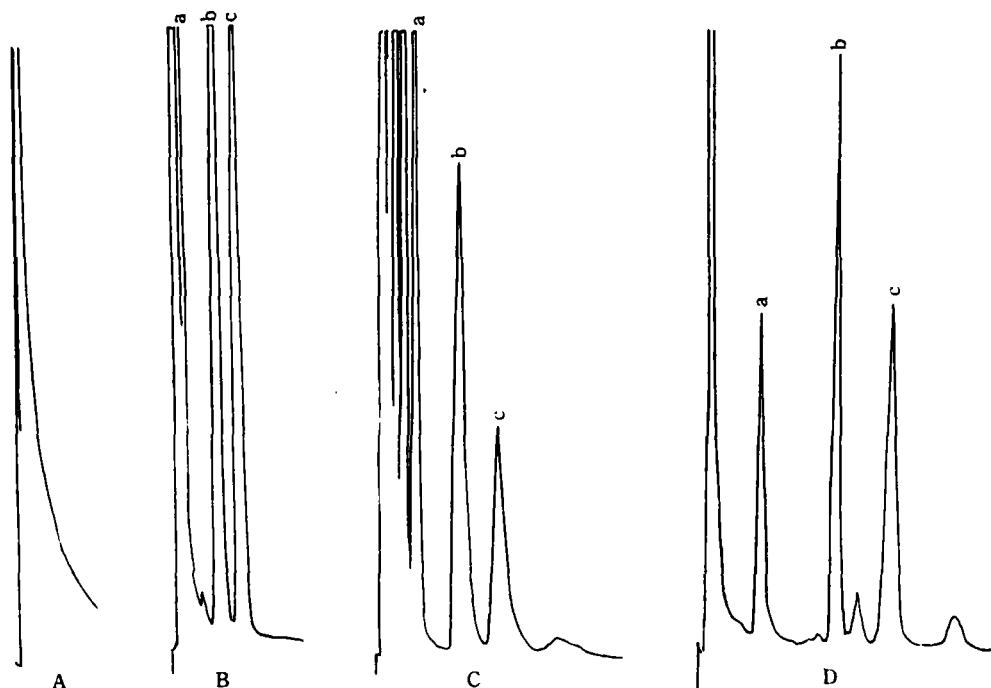


Fig 1. Selection of internal standard

A; naphthalene; B; a. bipheyl(1.54); b. docisane(4.72); c. tricosane(6.84); C; dodecane-hexacosane; a. dodecane(4.07); b. tetra-cosane(8.46); c. hexacosane(12.36); D; a. tricosane; b. alantolactone; c. isoolantolactone.

土木香 *I. helenium* 和总状土木香 *I. racemosa* 色谱图无区别(图 2)。

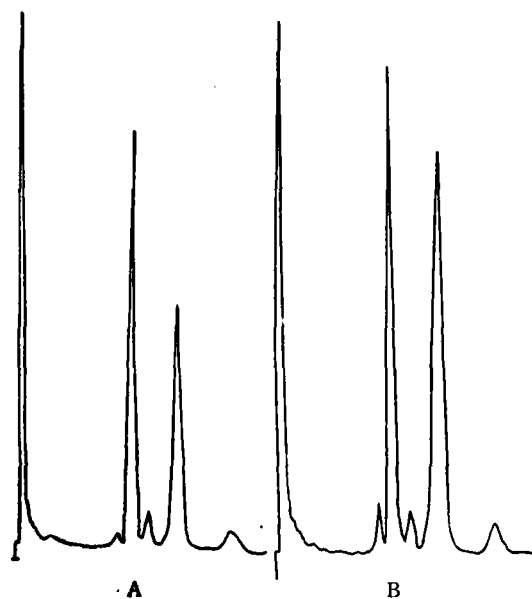


Fig 2. Gas chromatogram of Tumuxiangs  
A, *I. racemosa*; B, *I. helenium*

## 1.7 土木香内酯和异土木香内酯的含量测定

1.7.1 标准曲线的绘制 精密称取标准对照品 11.11 mg, 置 1 ml 容量瓶中, 加氯仿溶解, 制成标准对照品储备液。另精密称取二十三烷 5.7 mg, 加氯仿至 1 ml, 为内标储备液。

用 100  $\mu$ l 微量注射器吸取标准对照品储备液 67、90、110、160、230  $\mu$ l 分别置于 1 ml 容量瓶中, 再于每一容量瓶中加入 100  $\mu$ l 内标储备液, 加氯仿至 1 ml, 得含有内标的标准对照品溶液 1、2、3、4、5 号, 内标浓度为 0.57  $\mu$ g/ $\mu$ l。取上述 1~5 号溶液分别进样 1  $\mu$ l, 以峰面积比与浓度比关系绘制标准曲线, 并进行回归处理, 数据见表 1, 它们的回归方程分别如下。

土木香内酯:

$$A/A_{is} = 0.9224(C/C_{is}) - 0.013, r = 0.9998.$$

异土木香内酯:

$$A_{iso}/A_{is} = 0.9747(C_{iso}/C_{is}) - 0.03735, r = 0.9996.$$

Tab 1. Data of  $C/C_{I.s.}$ ,  $A/A_{I.s.}$ ,  $A_{iso}/A_{I.s.}$ 

	1	2	3	4	5
$C/C_{I.s.}$	0.7332	0.9848	1.2035	1.7507	2.5165
$A/A_{I.s.}$	0.6541	0.8935	1.1025	1.6176	2.2980
$C_{iso}/C_{I.s.}$	0.5139	0.6902	0.8423	1.2269	1.7636
$A_{iso}/A_{I.s.}$	0.4441	0.6469	0.7962	1.1593	1.6763

$C$ : Conc. of alantolactone;  $C_{iso}$ : Conc. of isoalantolactone;  
 $C_{I.s.}$ : Conc. of internal std.;  $A$ : peak area of alantolactone;  
 $A_{iso}$ : peak area of isoalantolactone;  $A_{I.s.}$ : peak area of internal std.

Tab 2. Contents of alantolactone and isoalantolactone (%)

Species	Habitat	Isoalantolactone	Alantolactone
<i>I. helenium</i>	Hebei Anguo	1.12	1.33
	Gansu Lanzhou	0.88	1.21
<i>I. racemosa</i>	Gansu Zhang Xian Wangmajia	2.73	2.79
	Gansu Zhang Xian Xinsi	2.24	2.55
	Xinjiang Fukang	1.15	1.05
	Xinjiang Tacheng	1.47	1.70

## 2 讨论

2.1 土木香内酯和异土木香内酯为土木香 *I. helenium* 和总状土木香 *I. racemosa* 的主成分,主产河北的土木香为地道药材,但从土木香内酯和异土木香内酯含量来看,总状土木香根的质量比土木香根的质量更佳。

2.2 土木香多为栽培品,总状土木香为野生品,总状土木香在新疆资源丰富,可供利用。

## 参考文献

### 1.7.2 样品中土木香内酯和异土木香内酯的含量测定

精确称取不同产地的土木香药材样品 1 g,加氯仿 3 ml 冷渍过夜,取滤液适量,加内标 120  $\mu$ l (4.542  $\mu$ g/ $\mu$ l),定容至 1 ml,取 1  $\mu$ l 进样,进行气相色谱分析,计算出药材中土木香内酯和异土木香内酯的百分含量(W/W),单位: $\mu$ g/mg(表 2)。

- 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. 1985 年版,一部. 北京:人民卫生出版社,10
- 2 朱兆仪等. 藏木香挥发油中土木香内酯的分离和鉴定. 中药通报,1982,7(5),29
- 3 Kosik G. G et al. Quantitation determination of sesquiterpene lactone of *I. helenium* by GC. *Akim farm zh*,1987,21(5): 632
- 4 吉林化学工业公司研究院. 气相色谱实用手册. 北京:化学工业出版社,1980,22

## Determination of Alantolactone and Isoalantolactone in Tumuxiang by GC

Zhang Yongping, Xu Guojun, Jin Rongluan, Xu Luoshan, Li Ying<sup>1</sup>

Department of Pharmacognosy; <sup>1</sup>Analysis and Computer Center

Tumuxiang is derived from dried roots of Tumuxiang *Inula helenium* L. and Zongzhuang Tumuxiang *I. racemosa* Hook f. This paper reports the determination of the alantolactone and isoalantolactone by GC on a steel column (2 m $\times$ 2 mm) filled with 3% FFAP on Chromosorb W-HP. N<sub>2</sub> as carrier gas and flame ionization detection. Tricosane was used as internal standard.

**Key words** Tumuxiang; Zongzhuang Tumuxiang; Alantolactone; Isoalantolactone; GC