

毛细管气相色谱法测定大蒜油软胶囊中大蒜素的含量

王国强,陈爱瑛(浙江省医学科学院药物研究所,杭州 310013)

摘要:目的 建立毛细管气相色谱法测定大蒜油软胶囊中大蒜素含量的方法。方法 用 HP-5弹性石英毛细管柱程序升温技术分离, FID检测器检测,外标法计算含量。结果 大蒜素检测浓度在 $0.5 \sim 3.0 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 范围内线性关系良好 ($r=0.9994$),平均回收率为 97.3% ($\text{RSD}=1.0\%$, $n=9$)。用本法测得大蒜油软胶囊中含大蒜素为 $8.8 \text{ mg}/100 \text{ mg}$ 。结论 本方法灵敏、简便、准确,适用于大蒜油软胶囊中大蒜素的含量测定。

关键词:气相色谱;大蒜油软胶囊;大蒜素

中图分类号: R917.101; R931.6 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2008)07-0659-02

Content Determination of Allicin in Garlic Oil Capsule by GC

WANG Guo-qiang CHEN Ai-ying (Institute of Medicinal Material, Zhejiang Academy of Medicine sciences, Hangzhou 310013, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a method for the determination of allicin content in garlic oil capsule by capillary gas chromatography. **METHODS** Samples were isolated by HP-5 capillary column ($30 \text{ m} \times 320 \mu\text{m} \times 0.25 \mu\text{m}$) and were detected by FID and calculated by external standard method. **RESULTS** The standard curve was linear over the range of $0.5 \sim 3.0 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ with the correlation coefficient 0.9994. The average recovery was 97.3% with $\text{RSD}=1.0\%$ ($n=9$). Detected with this method, The content allicin in big garlic oil capsule was $8.8 \text{ mg}/100 \text{ mg}$. **CONCLUSION** This method is sensitive, simple accurate for the control of garlic oil capsule.

KEY WORDS: gas chromatography; garlic oil capsule; allicin

祖国中医理论认为大蒜具有“除寒湿、辟阴邪、祛毒气、破血、消痛肿、化肉食”和“久食令人血清”之功效。大蒜油是大蒜的有效成分,包括了40多种硫醚化合物,其主要成份为大蒜素($\text{C}_6\text{H}_{10}\text{S}_3$)具有较强的抗霉菌、抗细菌能力,它的分解产物阿霍烯有很强的抗血栓作用,大蒜素还具有明确而显著的抗癌和保护心血管的作用^[1-2],可防止动脉硬化、降血

压、稳定血糖,故大蒜素含量的高低直接影响该类产品的功效。为了有效控制该类产品的质量,本文建立了气相色谱测定大蒜油软胶囊中大蒜素含量的方法。本法简便、准确、重现性好,可作为衡量该产品优劣的有效检测手段。

1 仪器与试剂

Agilent HP6890气相色谱仪, Agilent G2613A自动进样器

作者简介:王国强,男,助理研究员

Tel: (0571) 88215455

E-mail: wanggg608@126.com

(Agilent公司)。氢火焰离子化检测器(FID), Agilent HP-5 (30 m × 320 μm × 0.25 μm)石英毛细管柱;正己烷为分析纯;大蒜素对照品:规格 0.5 mL·支⁻¹,含量为 88.4%,批号 100384-200501,购自中国药品生物制品检定所;大蒜油软胶囊由本院保健所提供(批号 060904, 060905, 060906)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱:石英毛细管柱 HP-5 (30 m × 320 μm × 0.25 μm)。色谱条件:进样口温度:220 ℃;检测器温度:260 ℃;载气:氮气,平均线速 35 cm·s⁻¹;升温程序:100 ℃(3 min),升温速率:10 ℃·min⁻¹升至 150 ℃(5 min), 20 ℃·min⁻¹升至 200 ℃(10 min)。进样量:1.0 μL。

2.2 对照品溶液的配制

精密量取大蒜素对照品(884 mg·mL⁻¹)100 μL,置 10 mL量瓶中,用正己烷稀释至刻度,摇匀(8.84 mg·mL⁻¹),再精密量取 5.0 mL于 25 mL量瓶中用正己烷稀释至刻度,摇匀,即得。

2.3 供试品溶液的制备

取大蒜油软胶囊 10 粒,倒出内容物混匀,精密称取约 0.5 g,置分液漏斗中,加 5 mL正己烷振摇提取 2 min,静置分层后取出上清液于 25 mL量瓶中,下层液同法再提取一次。合并上清液,用正己烷稀释至刻度,摇匀,过滤作为供试品溶液。

2.4 专属性

称取不含大蒜油的空白辅料内容物适量,按供试品溶液的制备方法,提取液依法进样,结果在 2.6 min处有峰(见图 1-A),但不干扰主峰积分。

2.5 线性与范围

精密量取对照品溶液(8.84 mg·mL⁻¹)0.5、0.8、1.1、1.4、1.7、2.0、2.3、2.6、2.9、3.2和 3.5 mL分别于 10 mL量瓶中,用正己烷稀释至刻度摇匀,在上述色谱条件下分别进样 1.0 μL,以浓度(C)为横坐标,以峰面积(A)为纵坐标,作回归处理,得回归方程及相关系数如下:A = 431.87 C - 8.385 7, r = 0.999 4,大蒜素在 0.5 ~ 3.0 mg·mL⁻¹范围内呈良好的线性关系。

2.6 重复性

分别精密称取同一批号样品约 0.5 g,按供试品溶液制备,依法配制 5 份,在上述色谱条件下进样测定,结果 RSD 为 2.8%。

2.7 仪器精密度和溶液的稳定性

精密吸取同一浓度对照品溶液,连续进样 5 次,按“2.1”色谱条件测定大蒜素峰面积, RSD = 1.7%。同时按所拟定的方法分别在 0、2、4、6、8、10 h内取样测定,峰面积 RSD = 1.4%,说明溶液在 10 h内稳定。

2.8 回收率

采取加样回收方法。取同批样品 20 粒,倾出内容物混匀,精密称取约 0.28 g,称取 9 份,每 3 份为一组按高、中、低水平,分别加入 8.84 mg·mL⁻¹对照溶液 2.4、2.0、1.6 mL,

按供试品溶液制备方法制备,依法测定,结果见表 1,平均回收率为 97.3%, RSD为 1.0%

表 1 加样回收试验 (n=9)

Tab 1 The result of recovery test (n=9)

样品取量	含被测	加入量	实测量	回收率
/g	组分 /mg	/mg	/mg	/%
0.286 1	24.88	21.21	45.43	98.57
0.284 8	24.78	21.21	44.89	97.61
0.281 7	24.51	21.21	44.08	96.42
0.281 0	19.80	17.68	36.28	96.80
0.283 8	24.69	17.68	41.49	97.91
0.281 6	24.50	17.68	41.83	99.18
0.278 9	24.26	14.14	36.98	96.31
0.282 6	24.59	14.14	37.66	97.26
0.282 1	24.54	14.14	37.17	96.12

2.9 含量测定

取不同批号大蒜油软胶囊,按供试品溶液的制备方法处理,进行气相色谱分析,采用外标法计算大蒜素的含量。结果见表 2。

表 2 大蒜油软胶囊中大蒜素含量测定结果 (n=3)

Tab 2 The content of allicin in big garlic oil capsule (n=3)

批号	含量 /%	相对平均偏差 /%
060904	8.8	2.2
060905	8.7	2.1
060906	8.8	1.8

3 讨论

3.1 色谱柱的选择

色谱柱的极性对该类化合物的分离具有很大的影响,经过反复实验摸索,现选用 Agilent HP-5 毛细管柱能有效地分离大蒜素,分离度符合要求。

3.2 柱温的优化

大蒜素所含挥发油成分较复杂,如大蒜素、大蒜辣素等,选择恒定的温度无法使各成分很好地有效分离,因而采用程序升温可以使样品中各组分在整个分析时间段内有效分离。本试验先后考察了不同柱子、不同升温程序等分离条件,经比较,确定了如 2.1 所述色谱条件,获得了满意的分离结果。

3.3 大蒜素及易挥发,为不影响含量测定结果,整个样品配制过程应注意容器密封。

3.4 实验结果显示本法可作为大蒜素软胶囊剂型的质量控制手段之一。

参考文献

- [1] WANG P, LEI Z J, SHI Y. Progress of antimicrobial activity of allicin [J]. *Phar J Chen PLA (解放军药学报)*, 1999, 15(6): 22-24.
- [2] LANG Y J, ZHANG G Y. Studies on the active principles of garlic [J]. *Chin Tradit Herb Drugs (中草药)*, 1981, 12(1): 4-7.

收稿日期: 2007-10-11