

·含量测定·

# 蒸发光散射检测器测定甘肃产党参药材中 苍术内酯 III 的含量

刘欣, 胡芳弟, 封士兰\*, 赵建雄  
(兰州大学药学院, 甘肃 兰州 730000)

[摘要] 目的: 测定甘肃产党参药材中苍术内酯 III 的含量。方法: 采用 RP-HPLC 法, Hypersil ODS-2 柱(5 $\mu$ m, 4.6mm  $\times$  250mm), 甲醇-水为流动相(67:33), 流速 1.0mL/min, 柱温 30  $^{\circ}$ C, 检测器: 蒸发光散射检测器(ELSD)和二极阵列检测器(PAD)。结果: 用 ELSD 检测党参药材中苍术内酯 III 的回归方程为  $A = 1.30 \times 10^4 C - 2.33 \times 10^4$ , 相关系数:  $r = 0.9938$ , 平均回收率为 103.65%, RSD 为 0.93%。结论: 以 ELSD 测得的党参药材中苍术内酯 III 的含量与 PAD 测得的党参药材中苍术内酯 III 的含量基本一致, 以 ELSD-RP-HPLC 法测定党参药材中苍术内酯 III 的含量的方法简便、易行、准确、可靠。

[关键词] ELSD; RP-HPLC; PAD; 苍术内酯 III 含量测定

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2006)01-0010-02

党参为常用中药材, 具有补气、益血、生津的功能, 可以升高血糖, 促进造血机能, 调节胃肠收缩及抗溃疡等多种作用。本文采用蒸发光散射检测器对甘肃产党参中苍术内酯 III 进行了测定, 并与二极阵列检测器测定结果进行了比较, 发现两种检测器测得的结果基本一致, 现将结果报告如下:

## 1 仪器与试剂

1.1 仪器 Waters 600E 高效液相色谱仪系列: 在线脱气机, 四元泵, Waters 2996 二极阵列检测器, 蒸发光散射检测器(Alltech ELSD 2000), 柱温箱, KQ3200DB 超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司); 旋转蒸发仪(Büchi Rotavapor R-200)。

1.2 试剂 苍术内酯 III 对照品由上海中药标准化研究中心提供, 纯度为 99.89%; 党参药材由兰州大学药学院生药植物室周印锁教授鉴定为党参 *Codonopsis pilosula* (Franch.) Nannf., 党参对照药材(购自中国药品生物制品鉴定所), 甲醇为色谱纯(山东禹王禹城化工厂); 水为双蒸水(兰州大学第一附属医院药剂科), 其他试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

2.1 色谱条件 Hypersil ODS-2 柱(5 $\mu$ m, 4.6mm  $\times$  250mm)(大连依利特公司生产), Kromasil ODS 保护柱(5 $\mu$ m, 4.6mm  $\times$  10mm), 流动相为甲醇-水(67:33), 流速 1.0mL/min, 柱温 30  $^{\circ}$ C。ELSD 检测器参数: 载气流速为 2.2L/min, 漂移管温度为 80  $^{\circ}$ C。PAD 检测波长 220nm, 其他色谱条件同 ELSD 检测器。

2.2 标准曲线的绘制 精密称取苍术内酯 III 10.98mg, 加甲醇超声溶解, 定容于 10mL 容量瓶中, 作为贮备液。精密吸取苍术内酯 III 贮备液 1mL, 甲醇定容至 5mL。再精密吸取 0.4, 0.6, 0.8, 1.0, 1.2mL, 分别置于 10mL 容量瓶中, 加甲醇定容至刻度, 得 5 个系列浓度的对照品溶液, 按 2.1 色谱条件, 进样 10 $\mu$ L, 重复测定 3 次, 峰面积 A 为纵坐标, 浓度 C 为横坐标绘制工作曲线, 用 ELSD 检测回归方程为:  $A = 1.30 \times 10^4 C - 2.33 \times 10^4$ , 相关系数  $r = 0.9938$ , 线性范围为 0.08784~0.26352 $\mu$ g。以 PAD 进行检测: 精密吸取苍术内酯 III 贮备液 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0, 1.2mL, 分别置于 10mL 容量瓶中, 加甲醇定容至刻度, 得 6 个系列浓度的对照品溶液, 进样 10 $\mu$ L, 每个浓度重复测定 3 次, 按上述色谱条件测定, 以峰面积 A 为纵坐标, 以浓度 C 为横坐标绘制工作曲线, 回归方程为:  $A = 2.75 \times 10^5 C - 2.02 \times 10^5$ , 相关系数  $r = 0.9998$ , 线性范围为 0.2196~1.3176 $\mu$ g。

2.3 精密度试验(ELSD 法) (1) 取 2.2 项下系列标

[收稿日期] 2004-09-28

[基金项目] 甘肃省省长基金项目(No: GS015-A45-007)

[通讯作者] 封士兰, Tel: (0931) 8915685

样溶液 4, 10 $\mu$ L 重复进样 3 次, 测定峰面积, RSD 为 0.42%。

(2) 取 3 号样品溶液分别在 0, 1, 2, 3, 4 天分别进样, 测定峰面积, RSD 为 0.34%。

**2.4 重复性试验(ELSD 法)** 精密称取 3 号样品 5.0g 4 份, 按 2.1 项下操作, 测定苍术内酯 III 的含量, RSD 为 1.38%。

**2.5 加样回收率试验(ELSD 法)** 精密称取 5 份已测含量的党参药材粉末 5.0g, 加入苍术内酯 III 0.40mg, 按 2.6 项处理样品后, 测定其含量, 结果见表 1。

表 1 加样回收率

样品号	样品中含 量( $\mu$ g)	加入量 ( $\mu$ g)	测定值 ( $\mu$ g)	回收率 (%)	平均回收 率(%)	RSD (%)
1	$3.85 \times 10^2$		$7.95 \times 10^2$	102.50		
2	$3.84 \times 10^2$		$8.00 \times 10^2$	104.00		
3	$3.86 \times 10^2$	$4.00 \times 10^2$	$7.98 \times 10^2$	103.00	103.65	0.93
4	$3.85 \times 10^2$		$8.00 \times 10^2$	103.75		
5	$3.84 \times 10^2$		$8.04 \times 10^2$	105.00		

**2.6 样品测定<sup>[1]</sup>** 用四分法取样, 精密称取党参药材样品 5.0g, 置 25mL 具塞锥形瓶中, 加甲醇超声提取 3 次(30, 30, 30mL), 每次 30min, 过滤, 蒸干甲醇。残渣用 30mL 水溶解, 用水饱和的正丁醇萃取四次(30, 30, 20, 15mL) 合并正丁醇液, 减压蒸干, 残渣用甲醇定容至 5mL, 用 0.45 $\mu$ m 微孔滤膜过滤, 滤液用 2.1 色谱条件分析, 回归方程法计算含量, 结果见表 2, 色谱图见图 1, 图 2。

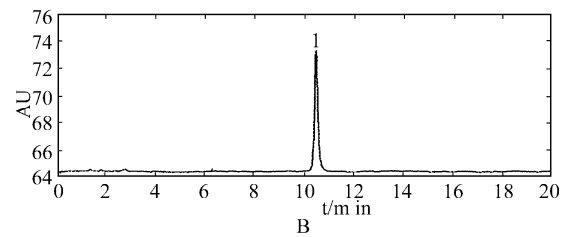
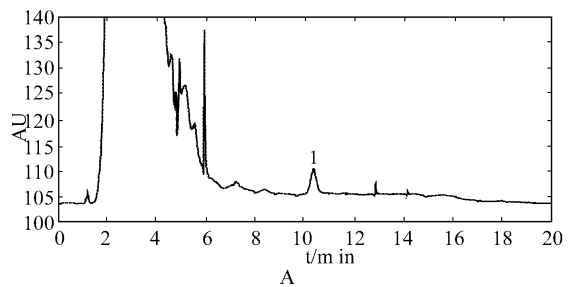
表 2 PAD 与 ELSD 测得党参中苍术内酯 III 的含量(n=3)

样品来源	PAD 测苍术内酯 III 的含量 ( $\mu$ g/g)	ELSD 测苍术内酯 III 的含量 ( $\mu$ g/g)
平凉华亭	76.90	76.89
镇远	75.70	75.60
对照药材	96.60	96.20

### 3 讨论

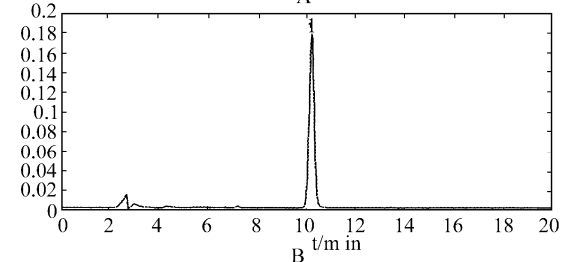
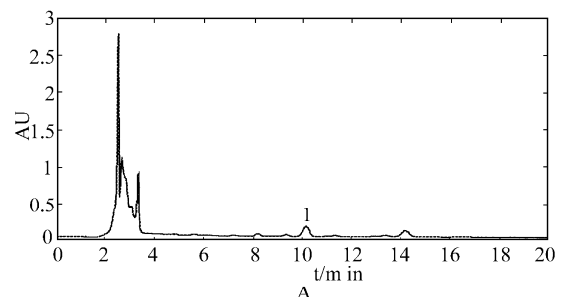
由实验可知, PAD 与 ELSD 所检测的结果基本一致, 苍术内酯 III 在 220nm 处有最大吸收, 因此这两种方法均可作为党参中苍术内酯 III 的含量测定方法, 而且这两种方法均简单、可靠、准确, 具有一定的实用性; 但 ELSD 作为一种通用型检测器既适合于

有紫外吸收的化合物的测定, 又适合于无紫外吸收的化合物的测定, PAD 仅适合于有紫外吸收的化合物, 而对于无紫外吸收的化合物根本无法检测, 因此 ELSD 的检测范围可能更广泛一些。



1 号峰为苍术内酯 III

图 1 党参样品(A)和苍术内酯 III 对照品(B)的 HPLC 图(ELSD 法)



1 号峰为苍术内酯 III

图 2 党参样品(A)和苍术内酯 III 对照品(B)的 HPLC 图(PAD 法)

### [参考文献]

- [1] 郝桂明, 李欢欣, 赵春杰, 等. 反向高效液相色谱法测定党参中苍术内酯 III 的含量[J]. 沈阳药科大学学报, 2002, 19(5): 337-339.