

毛细管电泳-高频电导法快速测定牡丹皮中的丹皮酚

翟海云¹, 谭学才¹, 陈缙光², 徐健君¹, 蔡沛祥¹, 莫金垣¹

(1. 中山大学化学与化学工程学院, 广东 广州 510275; 2. 中山大学药学院, 广东 广州 510089)

关键词: 毛细管电泳; 高频电导检测; 非接触式电导检测; 丹皮酚; 牡丹皮

中图分类号: O658 文献标识码: B 文章编号: 1000-8713(2005)02-0212-01

毛细管电泳-电化学检测的装置简便、价廉、灵敏度高, 其中非接触式检测^[1,2](电极不与溶液直接接触)避免了分离电场对检测的干扰和电极中毒, 可广泛用于荷电成分的检测^[3]。本文采用本课题组建立的毛细管电泳-非接触高频电导法^[3]分析了牡丹皮中的丹皮酚, 结果令人满意。

1 实验部分

1.1 仪器、试剂与材料

高压电源(自制^[4]); 高频电导检测器(自制^[3]); 石英毛细管(150 μm i. d. \times 河北永年光纤厂); SYSCE-99 数据工作站(中山大学化学与化学工程学院电分析室研制); 信号采集使用台湾 EVOC 出品的 PCL-711B 型 A/D 卡; 数据记录与处理在普通 P4 微机上完成; 超声波提取器。丹皮酚对照品(中国药品生物制品检定所); 三羟甲基氨基甲烷(Tris, 一级试剂, 香港分装); 其余试剂均为国产分析纯; 水为二次蒸馏水。牡丹皮药材(产地: 四川)购自广州采芝林药店。

1.2 样品的提取

将牡丹皮药材粉碎, 过 100 目筛。称取 0.2000 g 置于具塞锥形瓶中, 加入缓冲液 5.00 mL, 浸泡 30 min, 超声提取 30 min, 振摇后静置, 过滤。取残渣按同样操作提取, 合并两次提取的滤液, 定容于 10.0 mL 容量瓶中, 即得样品溶液。

1.3 实验方法

毛细管柱在使用前先后用 0.1 mol/L NaOH、H₂O 和运行缓冲液分别洗 15、10 和 10 min。每次进样前用缓冲液冲洗 30 s。采用重力虹吸方式进样, 进样高度 25.0 cm, 进样时间 8.0 s, 分离电压 20.0 kV。实验在恒温(25 $^{\circ}\text{C}$)、恒湿(相对湿度 60%)的条件下进行。

2 结果与讨论

2.1 缓冲液的选择

比较 NaH₂PO₄-Na₂HPO₄、NaH₂PO₄-H₃BO₃、三乙胺-H₃BO₃、Tris-H₃BO₃、NaAc-HAc、柠檬酸-柠檬酸钠等缓冲液系对分离的影响发现, 在后两种体系中, 丹皮酚不出峰; 在磷酸盐体系中, 丹皮酚出峰很慢, 灵敏度低, 峰拖尾严重; 在 Tris-H₃BO₃ 体系中, 丹皮酚出峰较慢; 在三乙胺-H₃BO₃ 体系中, 电泳电流较小, 基线平稳, 丹皮酚出峰快, 峰形好, 信号灵敏度高。故选择缓冲液为三乙胺-H₃BO₃。考察缓冲液浓度对分离的影响发现, 随着三乙胺浓度的增加, 丹皮酚与系统峰的分度加大, 灵敏度升高; 当其浓度超过 3.0 mmol/L 时, 灵敏度迅速下降。故选择该体系(pH 8.0)中三乙胺和 H₃BO₃ 的浓度各为 3.0、1.0 mmol/L。

2.2 添加剂的种类和浓度的选择

添加适量的有机溶剂可优化分离、改善峰形和提高检测灵敏度。比较甲醇、乙醇、乙腈和丙酮等添加剂对分离的影响表明, 甲醇可有效地提高分离度。随着甲醇体积分数的增加, 电渗流变小, 分离度增加, 但出峰延迟, 甲醇过多还会导致检测灵敏度降低。故选择甲醇的体积分数为 10%。

2.3 分离电压的选择

考察了 10.0 ~ 28.0 kV 分离电压下的分离情况。较高分离电压可加快分析速度, 但此时电泳体系产生的热量增加, 基线噪声变大。故选择分离电压 20.0 kV 为优化条件。

2.4 线性范围和检出限

在优化条件下, 丹皮酚的峰面积 Y 和含量 X (mg/L) 在 2.0 ~ 105 mg/L 范围内线性关系良好。线性方程为 $Y = 482 + 18.6X$, $r = 0.9991$, 检出限 ($S/N = 3$) 为 0.3 mg/L。以质量浓度为 30.0 mg/L 的丹皮酚标准溶液重复进样 6 次测定相应的峰面积, 相对标准偏差 ($n = 6$) 为 1.3%。

2.5 样品测定和回收率

在优化条件下 2 倍稀释样品溶液的毛细管电泳图见图 1。由线性方程计算出牡丹皮中丹皮酚含量(质量分数)为 1.46%。将样品溶液稀释 4 倍与对照品溶液按不同比例混合, 测得标准加入回收率为 94.3% ~ 99.1%。

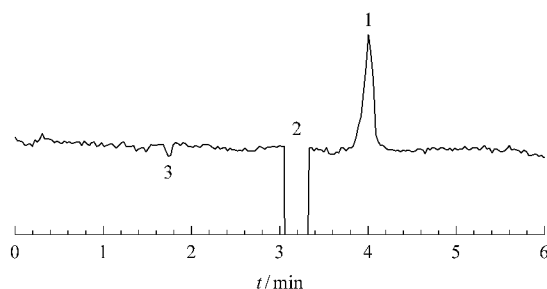


图 1 供试样品溶液的毛细管电泳图
1. 丹皮酚; 2. 系统峰; 3. 未知物。

参考文献:

- [1] Zemann A J, Schnell E, Volgger D, Bonn G K. Anal Chem, 1998, 70(3): 563
- [2] Fracassi da Silva J A, do Lago C L. Anal Chem, 1998, 70(20): 4339
- [3] 陈缙光, 莫金垣. 高等学校化学学报, 2002, 23(5): 801
- [4] Chen Z G, Mo J Y, Yang X Y, Wang L S, Mei X T, Zhang M S. Chin Chem Lett, 1999, 10(3): 231

收稿日期: 2004-04-14

作者简介: 翟海云, 女, 博士研究生, E-mail: zep02zhy@student.zsu.edu.cn.

通讯联系人: 陈缙光, 男, 博士, 副教授, 从事分析仪器和药物分析研究, E-mail: chenzy@gzsums.edu.cn.

基金项目: 广东省自然科学基金重点项目(021808).