

气相色谱法测定中药材中的水分含量

刘传银, 郑 第

(南阳师范高等专科学校 化学系, 湖北 丹江口 442700)

[摘要] 利用高分子多孔微球为气相色谱固定相, 气相色谱外标一点法检测部分干中药材中的微量水含量。

[关键词] 气相色谱法; 中药材; 微量水

[中图分类号] O658

[文献标识码] A

[文章编号] 1008—6072(2003)03—0046—02

中药材里的含水量是衡量中药材保存时间的一个重要标志。常用测定微量水含量的方法有卡尔-费歇尔法^[1]和气相色谱法^[2~4]。但前法操作步骤繁琐, 需要较为复杂的样品预处理过程。气相色谱法测定微量水较为简单, 分离测定准确率高, 所以得到广泛使用。本文利用高分子多孔微球为气相色谱固定相, 分析了人参等根茎类常用中药材的含水量。结果与国标法相符。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

GC-9A型气相色谱仪(附TCD检测器)(日本岛津公司), GDX101色谱柱(3 m × 4 mm), 电子分析天平(天津高科), SK1200H型超声波发生器(上海科导超声仪器有限公司), 微量注射器(上海天亭仪器厂)。

无水乙醇(分析纯, 上海化学试剂公司), 中药材(人参、党参)(购自湖北省中药材公司)。实验用水为二次石英蒸馏水。

1.2 色谱条件

进样器温度: 170~180, 柱温: 140~150, TCD检测器温度: 150~160, 检测器桥流: 120~150 mA。载气: 氢气, 载气流速: 40~50 mL/min。

载体: 粒度为0.25~0.18 mm的二乙烯苯-乙基乙烯苯型高分子多孔小球。双柱体系进行校正。

1.3 实验方法

在25 mL容量瓶中加入0.2 g(准确称量)石

英二次蒸馏水, 用无水乙醇稀释至刻度, 定容, 为含水的标准溶液。准确称量2.0 g左右的中药材(西洋参和党参), 在研钵中磨碎后准确称量, 置具塞的锥形瓶中, 准确加入无水乙醇50.00 mL, 混匀, 超声处理20 min, 放置12 h, 再超声20 min后, 静置取上层清液为供试品溶液。

将无水乙醇、标准溶液和试样溶液取适量, 等体积注入气相色谱。利用色谱流出曲线的水峰面积进行定量分析, 计算出中药材中的含水量。

2 结果与讨论

2.1 环境湿度和操作对测定结果重现性的影响

实验表明, 环境湿度对测定结果重现性存在一定的影响。当环境湿度大于90%时, 测定结果将较环境湿度为50%时的测定结果要高出7.8%。因为在空气湿度高时, 在气相色谱进样时, 空气中的水汽将会在微量进样器的表面凝结, 进而造成实测结果偏高。故必须控制实验室的空气湿度。

实验表明, 实验操作对测定结果也存在一定的影响。当空气湿度变化较大时, 所配制的标准溶液和试样溶液都会因与空气接触时间长而使结果重现性不好。所以在实验时必须注意将样品溶液和试样溶液用配置有硅胶密封塞的样品瓶保存, 进样时要求进样快, 减少与空气的接触时间。

2.2 色谱条件的选择和校正

在进行色谱测定前, 必须测定色谱系统的适用性。由于标准溶液和样品溶液里乙醇含量非常

[收稿日期] 2004-04-19

[作者简介] 刘传银(1970-), 男, 湖北郧西人, 南阳师范高等专科学校化学系副教授, 主要从事电分析化学及化学试剂合成研究。

大,所以必须选择适宜的分析条件,使无水乙醇和水两个峰的分度要大于 2;同时必须要求对水峰计算的理论塔板数要大于 3 000,而以乙醇计算的理论塔板数要大于 200;以设定的条件下,连续 5 次进样无水乙醇 5 μL,要求水峰的面积的标准偏差在 2.0%以内.在满足这些要求下,选择的最佳柱温为 148,进样器温度为 180,TCD 检测器温度为 155,最佳 TCD 桥流为 140 mA.

在实验时,必须使用双柱体系,这样才能使测定结果重现性较好.在选定的最佳条件下,色谱分离图如图 1 所示.

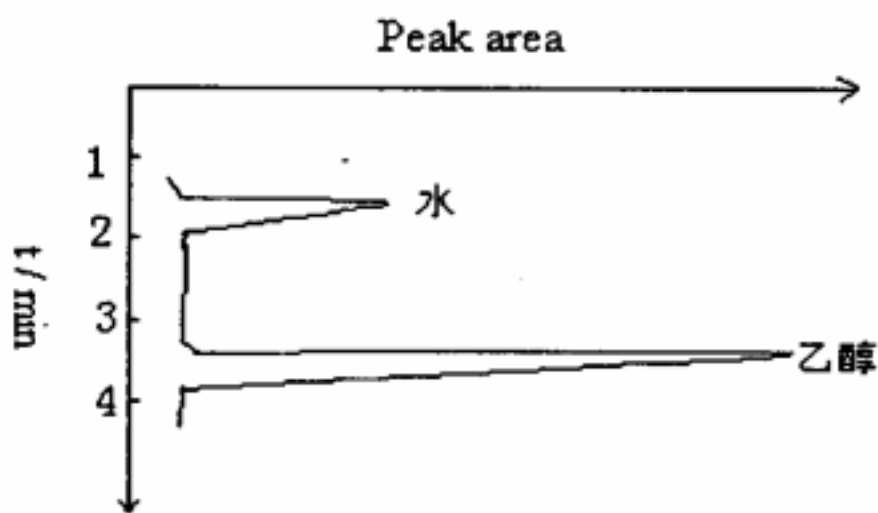


图 1 高分子多孔微球柱分离水和乙醇的气相色谱图

2.3 实验方法的选择和实验数据的处理

使用两种方法:标准曲线法和外标一点法,两者进行结果比较,发现使用外标一点法有较好的

重现性.所以在本文的实验中采用外标一点法进行样品和标准溶液的定量分析.含水量的计算中,由于作为溶剂的无水乙醇中含有约 3%的水,所以必须对这部分的水量予以扣除.计算标准溶液和样品溶液的水峰面积的计算公式如下:

$$\text{标准溶液中水峰面积} = \text{标准溶液中总水峰面积} - K \times \text{标准溶液中乙醇面积}$$

$$\text{样品溶液中水峰面积} = \text{样品溶液中总水峰面积} - K \times \text{样品溶液中乙醇面积}$$

$$\text{其中 } K = \frac{\text{无水乙醇中水峰面积}}{\text{无水乙醇中乙醇峰面积}}$$

以标准溶液中的准确的水含量为标准,通过标准和样品的峰面积计算样品中的含水量

$$m_{\text{水}} = \frac{A_{\text{水}}}{A_{\text{s}}} \times m_{\text{s}}$$

$$\text{H}_2\text{O} \% = m_{\text{水}} \times \frac{1}{2} \times \frac{1}{m_{\text{样品}}} \times 100 \%$$

2.4 样品测定

按照实验方法制备标准溶液和样品溶液,在最佳条件下,进样 1 μL 于气相色谱进行分析.在样品溶液中加入 0.05 g 二次水,进行加标回收测定.所得结果如表 1 所示:

表 1 人参样品中含水量的测定

样 品	称量质量 g	水峰面积 (μV/s)	RSD %	含水量 %	加标水量 g	总水峰面积测定平均值 (μV/s)	回收率 %
西洋参	2.1028	11 804, 11 643, 11 762,	3.4	3.8	0.05	14 798	101.3
		11 486, 11 801, 11 745					
党 参	2.0569	17 256, 17 583, 7 049,	4.6	5.6	0.05	20 404	100.4
		17 671, 17 224, 17 493					

[参考文献]

[1] 中华人民共和国标准 GB606 - 77 水分测定法 [S]. 1988.
[2] 李浩春. 分析化学手册:第五分册 [M]. 北京:化学工业出版社, 1999.

[3] 仲 妮,付后墩. 气相色谱标准加入法检测有机溶剂中的微量水 [J]. 江汉大学学报, 1997, 14(3): 52 - 54.
[4] 陆克平. 同台色谱测定 DMF 中水和甲醇中水 [J]. 安徽化工, 1995, 81(4): 22 - 23.

【编校:刘荣英,胡军福】

The Determination of Water Content in Chinese Traditional Medicine
by Gas Chromatography
LIU Chuan-yin, ZHENG Di

(Department of Chemistry, Yunyang Teachers College, Danjiangkou 442700, China)

Abstract: The determination of minimum content of water in Chinese traditional medicine was performed by gas chromatography using macromolecule multihole miniball as the stationary phase. The optimum conditions for GC were studied and the quantitative determination of water was accomplished by external standard addition method.

Key words: Gas chromatography; Chinese traditional medicine; minimum water