**苍术中的关苍术快速筛查方法**

**【指纹图谱】【含量测定】** 照高效液相色谱法（《中国药典》2020年版四部通则0512）测定

**色谱条件与系统适用性试验** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以0.1%磷酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为1.0ml/min；检测波长为203nm。理论板数按β-桉叶醇峰计算应不低于2500。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间（分钟） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
| 0～50 | 40～95 | 60～5 |
| 52 | 95～40 | 5～60 |
| 55 | 40 | 60 |

**对照品溶液的制备** 分别取β-桉叶醇、苍术素、苍术酮对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml各含50μg、50μg、30μg的溶液，即得。

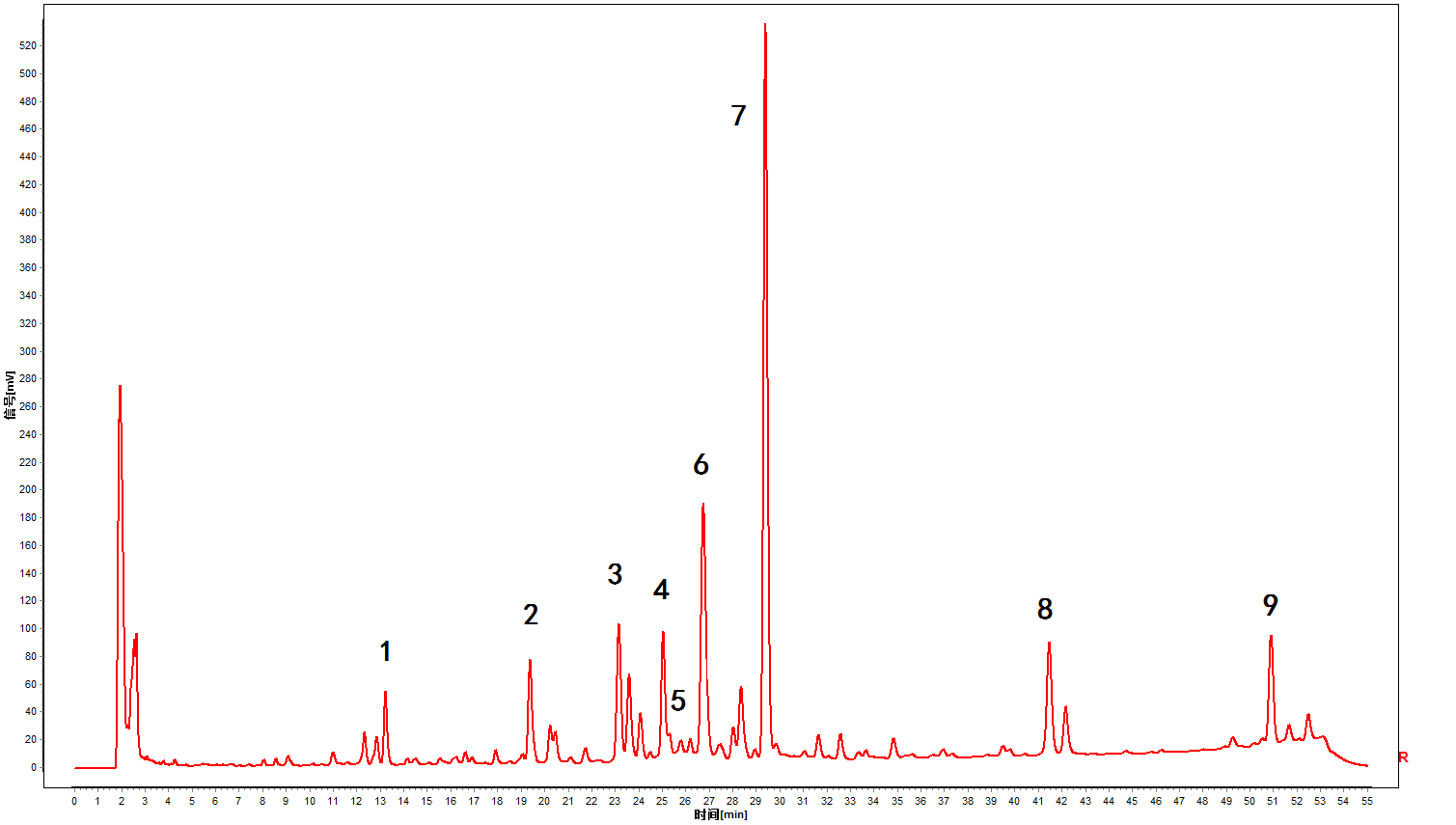
**供试品溶液的制备** 取本品粉末（过三号筛）约0.5g，精密称定，置棕色具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取参照物溶液10μl，供试品溶液10μl，注入液相色谱仪，测定，记录55分钟内的色谱图，即得。

**判断方法1** 供试品指纹图谱中应分别呈现与对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰。按中药色谱指纹图谱相似度评价系统，以北苍术对照指纹图谱或茅苍术对照指纹图谱中9个峰计算，供试品指纹图谱与对照指纹图谱的相似度不得低于0.90。

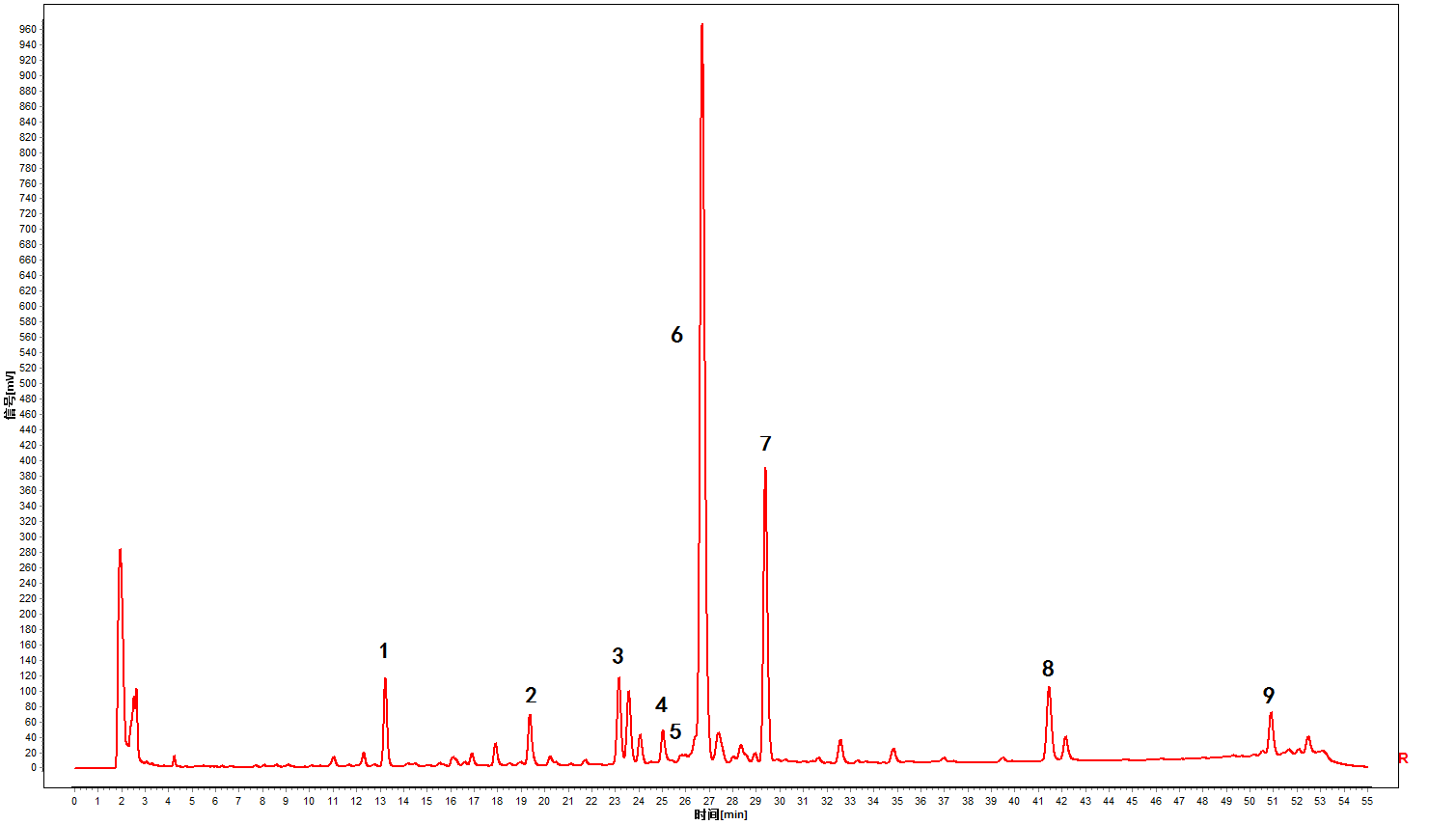
**判断方法2** 分别计算样品中β-桉叶醇、苍术素、苍术酮三者的含量，再计算苍术酮含量/苍术素含量的比值：当比值大于2，疑似有关苍术掺伪；当比值大于200，判断为关苍术。

附：北苍术、茅苍术、关苍术对照指纹图谱



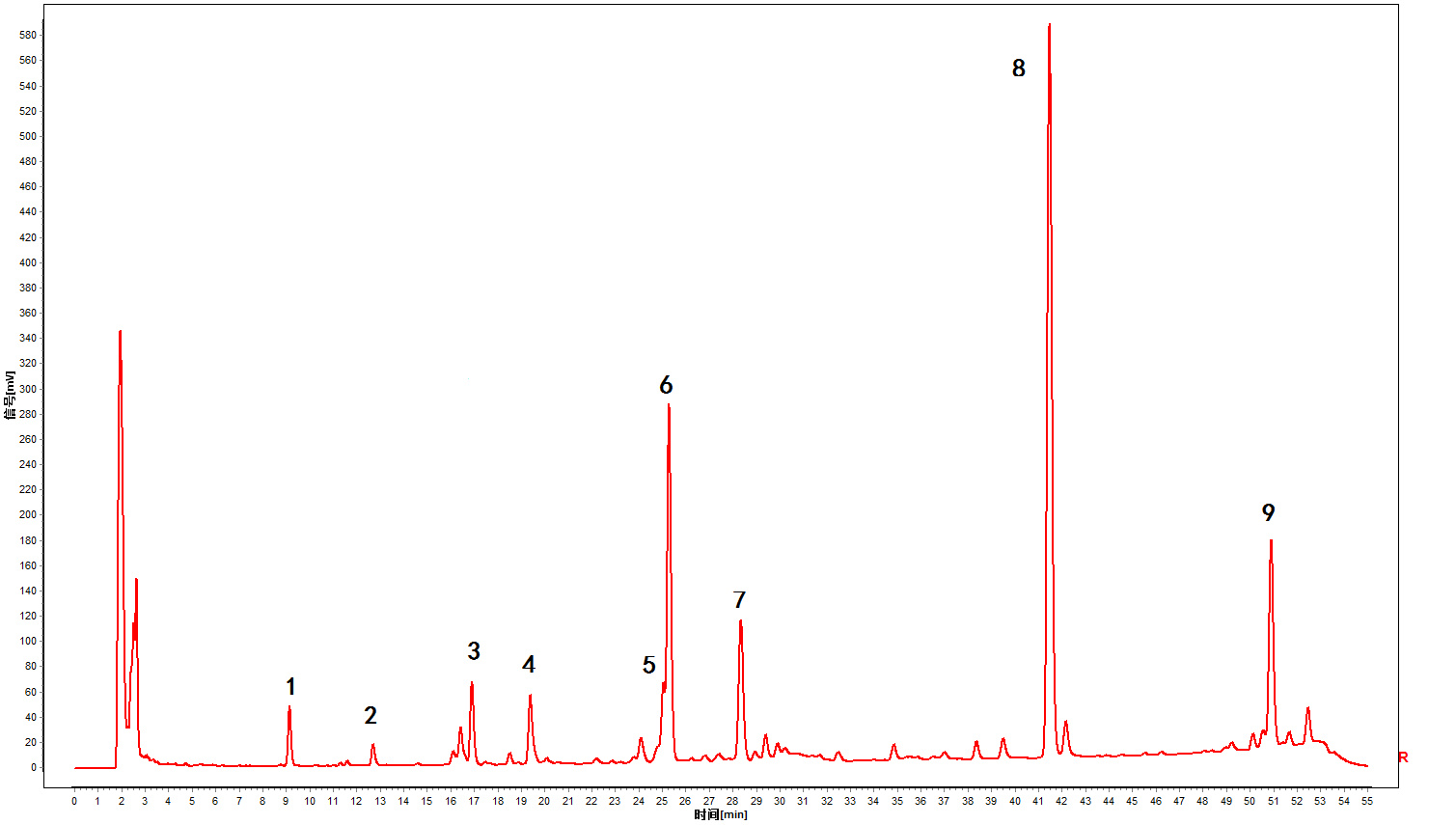
**北苍术对照指纹图谱**

**（峰1：呋喃聚炔类峰2：聚炔类峰3：聚炔类峰4：（4E,6E,12E）-tetradecatriene-8,10-diyne-1,3-diol-diacetate（暂名苍术聚炔A）峰5：（6E,12E）-tetradecadiene-8,10-diyne-1,3-diol-diacetate（暂名苍术聚炔B）峰6：β-桉叶醇峰7：苍术素峰8：苍术酮峰9：未知）**



**茅苍术对照指纹图谱**

**（峰1：呋喃聚炔类峰2：聚炔类峰3：聚炔类峰4：（4E,6E,12E）-tetradecatriene-8,10-diyne-1,3-diol-diacetate（暂名苍术聚炔A）峰5：（6E,12E）-tetradecadiene-8,10-diyne-1,3-diol-diacetate（暂名苍术聚炔B）峰6：β-桉叶醇峰7：苍术素峰8：苍术酮峰9：未知）**



**关苍术对照指纹图谱**

**（峰1：聚炔类峰2：白术内酯III 峰3：聚炔类峰4：未知峰5：（4E,6E,12E）-tetradecatriene-8,10-diyne-1,3-diol-diacetate（暂名苍术聚炔A）峰6：（6E,12E）-tetradecadiene-8,10-diyne-1,3-diol-diacetate（暂名苍术聚炔B）峰7：芹烷二烯酮峰8：苍术酮峰9：未知）**

推荐色谱柱Agilent Eclipse XDB- C18（5μm，4.6×250 mm）