

萜类成分极性有一定差异:泽泻醇 A>24-乙酰泽泻醇 A>泽泻醇 B>23-乙酰泽泻醇 B,这也符合极性大的成分水煎煮提取率高的相似相溶原理;另一方面各炮制品中 23-乙酰泽泻醇 B、24-乙酰泽泻醇 A 的水煎煮提取率比相应的泽泻药材的提取率高^[4],说明泽泻经过炮制以后还能明显提高活性成分 23-乙酰泽泻醇 B、24-乙酰泽泻醇 A 的煎出率。

中药经过炮制处理后,基于炮制前后化学成分的变化,药性和临床疗效会发生很大的变化,因而在制定药材各炮制品质量标准时也应有所区别,特别是炮制品的定量测定标准。本实验结果提示,为了更好地控制泽泻各炮制品的质量,对生泽泻饮片应建立 23-乙酰泽泻醇 B 的定量测定方法,而盐泽泻饮

片则需对 23-乙酰泽泻醇 B、24-乙酰泽泻醇 A 和泽泻醇 A 的定量分别进行控制。

References:

- [1] Zhu Y L, Peng G P. Progress in the study on chemical constituents of *Alisma orientalis* [J]. *Nat Prod Res Dev* (天然产物与开发), 2006, 18 (2): 348-351.
- [2] Murata T, Imai Y, Hirata T, et al. Biological-active trieterpenes of *Alismatis Rhizoma* [J]. *Chem Pharm Bull*, 1970, 18: 1347-1369.
- [3] Wen H M, Peng G P, Chi Y M. Quality standard study of *Rhizoma Alismatis* I—Determination of 2 alisols in *Alisma Rhizomes* by HPLC [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 1998, 18 (6): 375-377.
- [4] Zhu Y L, Zheng Y F, Peng G P. Effect of single and mixed decoction on the percentage of extractives of composition of raw and processed products of *Alisma orientalis* [J]. *Fujian J Tradit Chin Med* (福建中医药), 2006, 37 (1): 39-40.

决明子中总蒽醌苷元的大孔吸附树脂纯化工艺的研究

张晓路^{1,2}, 宋元英³, 孟祥颖^{2*}, 薄华本², 乌 垠^{1,2}, 鲍永利^{1,2}, 李玉新^{1*}

(1. 国家教育部农业与医药基因工程研究中心, 吉林 长春 130024; 2. 东北师范大学遗传与细胞研究所, 吉林 长春 130024; 3. 长春市人民医院, 吉林 长春 130051)

摘要:目的 探索决明子总蒽醌苷元的大孔吸附树脂纯化工艺。方法 以决明子总蒽醌苷元质量分数和收率为主要考察指标, 比较了乙醚和氯仿对蒽醌苷元提取的专属性, 考察了大孔吸附树脂 S-8、AB-8、X-5、NKA-12、D4020、D-101 对决明子总蒽醌苷元的吸附和解吸附特性以及纯化能力。结果 决明子药粉采用氯仿浸提, 上 S-8 型大孔树脂柱, 水洗至中性, 乙醇-5% NaOH (4:1) 洗脱, 醇碱洗脱液浓缩、酸化处理得到质量分数为 42.62% 的蒽醌苷元。结论 建立了一种蒽醌苷元的纯化工艺, 为决明子中蒽醌苷元类成分的工业化生产提供依据。

关键词: 决明子; 蒽醌苷元; 大孔吸附树脂

中图分类号: R284.2; R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2006)10-1482-05

Purification technology of anthraquinone aglycone from *Cassia obtusifolia* seeds by macroporous adsorption resin

ZHANG Xiao-lu^{1,2}, SONG Yuan-ying³, MENG Xiang-ying², BO Hua-ben²,
WU Yin^{1,2}, BAO Yong-li^{1,2}, LI Yu-xin¹

(1. Research Center of Agriculture and Medicine Gene Engineering of Ministry of Education, Changchun 130024, China; 2. Institute of Genetics and Cytology, Northeast Normal University, Changchun 130024, China; 3. People's Hospital of Changchun, Changchun 130051, China)

Abstract: Objective To study the purification technology of anthraquinone aglycone from *Cassia obtusifolia* seeds by macroporous adsorption resin. **Methods** Taking the content and the extraction rate of anthraquinone aglycone as the main standard index, the efficiency to extract anthraquinone aglycone with ether and chloroform was compared, and the adsorption and desorption characters as well as the purification capacities of six types of macroporous adsorption resins, such as S-8, AB-8, X-5, NKA-12, D4020, and D101, used to treat anthraquinone aglycone were investigated preliminarily. **Results** Anthraquinone aglycone with the content of 42.62% was got from *C. obtusifolia* by extracting with chloroform, purified

收稿日期: 2005-06-17

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(30472169); 国家中医药管理局资助项目(04-05ZP21); 吉林省中医药管理局资助项目(2004-114); 吉林省科技厅重大项目(20020502); 吉林省科技攻关项目(20030905)

作者简介: 张晓路(1980—), 女, 辽宁省沈阳市人, 在读硕士, 从事中药研发工作。E-mail: christine839@sohu.com

* 通讯作者 孟祥颖 Tel: (0431) 5099502 Fax: (0431) 5681838 E-mail: MengXY377@nenu.edu.cn
李玉新 E-mail: nenucc@sina.com

with S-8 type macroporous adsorption resin, eluted to pH7 by water, then concentrating and acidifying the eluent by alcohol-5% NaOH (4:1). **Conclusion** A preparation and purification technology of anthraquinone aglycone has been established. It provides the supporting for the industrialized production of anthraquinone aglycone from *C. obtusifolia* seed.

Key words: the seeds of *Cassiae obtusifolia* L.; anthraquinone aglycone; macroporous adsorption resin

决明子又名马蹄决明、草决明,为豆科植物决明 *Cassia obtusifolia* L. 或小决明 *C. tora* L. 的成熟种子,具有清肝明目、润肠通便、降压保肝、增强机体免疫、抗衰老等多种生理活性^[1],有广泛的新药开发前景。决明子化学成分较复杂,其主要有效成分系蒽醌苷元类衍生物,包括大黄素、大黄酚、大黄酸、大黄素甲醚、芦荟大黄素、大黄素蒽酮、决明素和橙黄决明素等^[2]。本实验以总游离蒽醌苷元作为研究对象,比较了乙醚和氯仿对蒽醌苷元提取的专属性,考察了 S-8、AB-8、X-5、NKA-12、D4020 和 D-101 大孔树脂对决明子蒽醌苷元的吸附和解吸附特性以及纯化能力,探索了决明子总游离蒽醌苷元的大孔树脂纯化工艺,为决明子总游离蒽醌苷元类有效成分的工业化生产及相应药剂的研制开发提供依据。

1 材料、仪器与试剂

决明子采自华北地区,由吉林省宏检医药器材公司提供,经鉴定为决明 *C. obtusifolia* L. 的成熟种子;1,8-二羟基蒽醌苷元对照品(中国药品生物制品检定所)。

DU640 紫外可见分光光度计(美国贝克曼公司);BST-20.M 紫外可见扫描仪;S-8、AB-8、X-5、NKA-12、D4020 型大孔吸附树脂(南开大学化工厂),D-101 型大孔吸附树脂(天津农药厂);薄层色谱用硅胶板试剂(青岛海洋化工厂)。试剂均为分析纯(北京化工厂)。

2 方法与结果

2.1 总蒽醌苷元的测定^[3]

2.1.1 标准曲线的绘制:称取 105℃干燥 2 h 的 1,8-二羟基蒽醌 3.5 mg,置于 10 mL 量瓶中,用乙醚溶解并加至刻度。精密吸取 0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 mL,分别置于 10 mL 量瓶中,水浴蒸去乙醚,加 5%氢氧化钠-2%氨水(1:1)溶液溶解并加至刻度,放置 30 min,以 5%氢氧化钠-2%氨水(1:1)溶液为空白对照,490 nm 波长外测定吸光度。绘制 1,8-二羟基蒽醌质量浓度-吸光度标准曲线,得回归方程 $Y = 42.455 X - 0.0115$, $R^2 = 0.9991$ 。结果表明当 1,8-二羟基蒽醌质量浓度在 0.003 5~0.035 mg/mL 时,其吸光度与质量浓度

呈线性关系。

2.1.2 测定:称取待测样品,置于 10 mL 量瓶中,以 5% NaOH-2% NH_4OH (1:1)溶液溶解并加至刻度,按照标准曲线的绘制项下操作,测定吸光度,根据标准曲线方程计算总蒽醌。

2.2 总蒽醌苷元粗品的制备:草决明 1 000 g 以 80%乙醇热回流浸提 2 h,浸提 3 次,固液比为 1:10,合并提取液^[4],减压回收乙醇至糖浆状,得乙醇总提取物。加入 20% H_2SO_4 水溶液(去离子水),水浴加热 4 h,使蒽醌苷元水解为蒽醌苷元析出,抽滤,滤饼水洗数次,干燥。

总蒽醌苷元粗品的制备和浸提溶剂的比较:滤饼分别用乙醚、氯仿为提取溶剂,每种溶剂平行作 3 组,用索氏提取器提取至颜色较浅为止,提取液干燥得总蒽醌苷元粗品。测定蒽醌苷元的质量分数,比较两种溶剂浸提时间、出膏率和蒽醌苷元浸出率。结果见表 1。氯仿提取时间明显低于乙醚,出膏率、蒽醌苷元浸出率和质量分数均明显高于乙醚。

表 1 蒽醌苷元浸提溶剂的比较 ($\bar{x} \pm s$, $n=3$)

Table 1 Comparison of extractants of anthraquinone aglycone ($\bar{x} \pm s$, $n=3$)

浸提溶剂	浸提时间/h	出膏率/%	蒽醌苷元浸出率/%	蒽醌苷元/%
乙醚	49.833 3±2.753 8	26.85±8.85	4.39±0.20	17.26±4.16
氯仿	24.166 7±0.763 8	33.86±9.99	6.14±0.81	18.87±3.89

2.3 大孔树脂对决明子蒽醌苷元吸附和解吸附特性

2.3.1 大孔树脂的预处理:新购大孔树脂,乙醇浸泡 24 h,装色谱柱。乙醇洗柱至洗脱液加水不出现白色混浊,去离子水洗至洗脱液无醇味。2 倍柱体积(BV) 5% HCl,4~6 BV/h 洗柱,并浸泡 2~4 h。去离子水洗至中性。2 BV 2% NaOH, 4~6 BV/h 洗柱并浸泡 2~4 h。去离子水洗至中性,备用。

2.3.2 大孔树脂静态吸附量和吸附率测定:准确称取经预处理过的大孔树脂各 3.0 g 分别装入带磨口塞的三角瓶中,加入同浓度过量总蒽醌苷元溶液各 50 mL,振荡 12 h,抽滤。每种大孔树脂重复操作 3 次,测定总蒽醌苷元溶液和滤液吸光度,并根据标准曲线方程计算总蒽醌苷元质量浓度,按下式计算吸附量和吸附率:

$$Q = (\rho_0 - \rho_1) \times V / m$$

$$\text{吸附率} = (\rho_0 - \rho_1) / \rho_0 \times 100\%$$

Q 为吸附量(mg/g); ρ_0 为初始质量浓度(mg/mL); ρ_1 为剩余质量浓度(mg/mL); V 为溶液体积(mL); m 为聚酰胺和大孔树脂质量(g)。

6 种大孔树脂对决明子总蒽醌苷元的静态吸附量和吸附率见表 2。大孔树脂对决明子总蒽醌苷元的静态吸附率排序为 S-8>NKA-12>D-101>AB-8>X-5>D4020。

表 2 6 种大孔树脂对决明子总蒽醌苷元的静态吸附量和吸附率 ($\bar{x} \pm s$, $n=3$)

Table 2 Static adsorption quantity and adsorption rate of anthraquinone aglycone from *C. obtusifolia* seeds by six types of macroporous resin ($\bar{x} \pm s$, $n=3$)

树脂	吸附量/(mg·g ⁻¹)	吸附率/%
S-8	19.781 7±0.007 9	65.75±0.03
AB-8	13.288 3±0.009 9	44.17±0.03
X-5	12.793 3±0.013 8	42.52±0.05
NKA-12	13.971 7±0.011 8	46.44±0.04
D4020	7.390 0±0.027 6	24.56±0.09
D-101	13.956 7±0.011 8	46.39±0.04

2.3.3 大孔树脂静态解吸量和解吸率测定: 吸附饱和的大孔树脂去离子水洗后, 加入 95% 乙醇 50 mL, 振荡 12 h, 抽滤。每种大孔树脂重复操作 3 次, 测定滤液吸光度, 并计算总蒽醌苷元质量浓度, 按下式计算解吸量和解吸率:

$$W = \rho \times V / m$$

$$\text{解吸率} = \rho / (\rho_0 - \rho_1) \times 100\%$$

W 为解吸量(mg/g); ρ 为解吸液质量浓度(mg/mL)。

6 种大孔树脂对决明子总蒽醌苷元的静态解吸量和解吸率见表 3。大孔树脂对决明子总蒽醌苷元的静态解吸率排序为 AB-8>NKA-12>D-101>S-8>D4020>X-5。

表 3 6 种大孔树脂对决明子总蒽醌苷元的静态解吸量和解吸率 ($\bar{x} \pm s$, $n=3$)

Table 3 Static desorption quantity and desorption rate of anthra-quinone aglycone from *C. obtusifolia* seeds by six types of macroporous resin ($\bar{x} \pm s$, $n=3$)

树脂	解附量/(mg·g ⁻¹)	解附率/%
S-8	1.850 0±0.002 0	9.35±0.01
AB-8	1.533 3±0.001 4	11.54±0.01
X-5	0.833 3±0.000 4	6.51±0.003
NKA-12	1.346 7±0.007 3	9.64±0.05
D4020	0.636 7±0.000 2	8.62±0.003
D-101	1.316 7±0.000 6	9.43±0.004

综合考察吸附和解吸性能认为 S-8、NKA-12、

AB-8 型大孔树脂对决明子总蒽醌苷元的静态吸附和解吸附能力相当, 是较为合适的蒽醌苷元纯化介质。

2.3.4 大孔树脂动态吸附量测定: 选择对蒽醌苷元静态吸附, 解吸和纯化较理想的 S-8 型大孔树脂 20 mL 装柱, 将总蒽醌苷元溶液缓慢加入树脂柱中, 控制体积流量为 1 mL/min, 每 20 mL 收集一次流份, 并跟踪测定每个流份样品吸光度, 至稳定状态, 根据标准曲线方程求出质量浓度, 按下式计算动态吸附量:

$$Q' = [(\rho_0' - \rho_1') + (\rho_0' - \rho_2') + (\rho_0' - \rho_3') + \dots + (\rho_0' - \rho_n')] V' / m'$$

Q' 为动态吸附量(mg/g); ρ_0' 为初始质量浓度(mg/mL); ρ_n' 为剩余质量浓度(mg/mL); V' 为树脂柱体积(mL); m' 为大孔树脂质量(mg)。

S-8 型大孔树脂对决明子总蒽醌苷元的动态吸附曲线见图 1。S-8 对决明子总蒽醌苷元的动态吸附量为 13.07 mg/g, 收集 23 流份后吸附曲线吸中蒽醌苷元浓度趋于稳定(即树脂柱吸附饱和)。

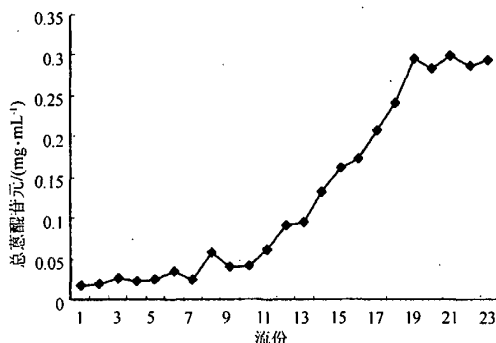


图 1 S-8 型大孔树脂对决明子总蒽醌苷元的动态吸附曲线

Fig. 1 Curve of dynamic adsorption quantity of anthra-quinone aglycone from *C. obtusifolia* seeds by S-8 type macroporous resin

2.4 大孔树脂对决明子总蒽醌苷元纯化能力的比较: 用去离子水、20% 乙醇、50% 乙醇、80% 乙醇分别对上样的大孔树脂柱洗脱至洗脱液基本无色, 因 S-8 型树脂柱用 80% 乙醇洗脱后颜色仍很深, 故继续用乙醇-5% NaOH (4:1) 洗脱至洗脱液基本无色, 每种大孔树脂重复操作 3 次。

将 6 种大孔树脂的乙醇梯度洗脱液及 S-8 醇碱洗脱液浓缩至小体积做薄层色谱检测——薄层色谱用硅胶板(G), 展开剂为石油醚-醋酸乙酯(7:3), 总蒽醌苷元在紫外线下显黄色荧光。采用乙醇从大孔树脂上梯度洗脱蒽醌苷元, 在 20%、50%、80% 乙醇洗脱液中(除 S-8)基本上都检测到了蒽醌苷元; 在 S-8 乙醇梯度洗脱液中未检测到蒽醌苷元, 但在

醇碱洗脱液中检测到了蒽醌苷元。

上述各种 80%乙醇洗脱液(除 S-8)及 S-8 醇碱洗脱液水浴挥尽乙醇,加 5%盐酸调 pH 2~3 沉淀出游离蒽醌苷元,抽滤至干,沉淀水洗至中性,干燥,得到成品。测定蒽醌苷元的质量分数。经色谱柱纯化后的蒽醌苷元比较见表 4。大孔树脂对决明子总蒽醌苷元的纯化能力比较发现——纯化能力 S-8>NKA-12>AB-8>X-5>D4020>D-101。

表 4 纯化后的游离蒽醌苷元的比较 ($\bar{x}\pm s, n=3$)

Table 4 Comparison of free anthraquinone aglycones after purified ($\bar{x}\pm s, n=3$)

树 脂	游离蒽醌苷元/%
S-8	42.62±0.03
AB-8	34.42±0.05
X-5	21.91±0.17
NKA-12	40.00±0.02
D4020	21.65±0.08
D-101	7.66±0.06

综合考察结果可见将决明子总蒽醌苷元上色谱柱进行乙醇梯度洗脱,80%乙醇洗脱后可将蒽醌苷元几乎全部洗下,洗脱液中总蒽醌苷元的量可提高 3~4 倍,S-8 型大孔树脂需用醇碱洗脱得到总蒽醌苷元,但却是本实验中使用的 6 种大孔树脂中纯化能力最好的。

2.5 工艺的重复实验和精制产物的测定:草决明 200 g,80%乙醇回流浸提 2 h,浸提 3 次,固液比 1:10,合并提取液,减压回收乙醇至糖浆状;加入 20% H₂SO₄ 水溶液,水浴加热 4 h,使蒽醌苷水解为

蒽醌苷元析出,抽滤,滤饼水洗数次,干燥;用氯仿提取至颜色较浅为止,提取液干燥得总蒽醌苷元粗品;将一定质量浓度总蒽醌苷元溶液上 S-8 大孔树脂柱,水洗脱至洗脱液基本无色,用乙醇-5% NaOH (4:1)洗脱至洗脱液基本无色;合并洗脱液,浓缩至小体积,水浴挥尽乙醇,加 5%盐酸调 pH 2~3 沉淀出游离蒽醌苷元,抽滤至干,沉淀水洗至中性,干燥,测定总蒽醌苷元的量,计算保留率,结果见表 5。

表 5 决明子中蒽醌苷元工艺重复实验

Table 5 Technology repeated experiment of anthraquinone aglycones from *C. obtusifolia* seeds

样品	蒽醌苷元/%	蒽醌苷元保留率/%
1	42.8	89.5
2	42.6	90.2

3 讨论

3.1 游离蒽醌苷元常溶于乙醚、氯仿、苯等有机溶剂。氯仿对蒽醌类物质浸提专属性相对较强^[2]。本实验选择乙醚、氯仿两种提取溶剂,对提取时间、出膏率、蒽醌苷元浸出率和质量分数进行了比较分析证实氯仿作为蒽醌苷元提取溶剂,省时间,产量高,专属性较强。

3.2 不同型号大孔吸附树脂的物理性能与吸附性能的关系:大孔吸附树脂是一种吸附性和筛选性相结合的分 离材料,是一类不带离子交换基团的多孔性交联聚合物。大孔吸附树脂的吸附原理主要是物理吸附,本质是吸附剂与吸附质之间的作用力,即范德华力。树脂吸附性能的优劣是由其化学和物理结构所决定的,各树脂的结构性能见表 6。

表 6 6 种树脂的物理结构参数

Table 6 Physical construction parameter of six types of resins

型号	外 观	结 构	极 性	粒径范围/mm	比表面积/(m ² ·g ⁻¹)	平均孔径/nm	孔容/(mL·g ⁻¹)
S-8	乳白色不透明球状颗粒	交联聚苯乙烯型	极性	0.3~1.25	100~120	280~300	0.78~0.82
AB-8	乳白色不透明球状颗粒	交联聚苯乙烯型	弱极性	0.3~1.25	480~520	130~140	0.73~0.77
X-5	乳白色不透明球状颗粒	交联聚苯乙烯型	非极性	0.3~1.25	500~600	290~300	1.20~1.24
NKA-12	乳白色不透明球状颗粒	交联聚苯乙烯型	极性	—	—	—	—
D4020	乳白色不透明球状颗粒	交联聚苯乙烯型	非极性	0.3~1.0	540~580	100~105	2.88~2.92
D-101	乳白色或浅黄色不透明球状颗粒	苯乙烯型	非极性	0.3~1.25	500~550	100~110	—

本实验在被吸附化合物理化性质、洗脱剂、溶剂、吸附和解吸工艺操作条件相同的条件下,单独从大孔吸附树脂的结构性能对大孔树脂吸附和解吸能力影响的角度考察,来选择适宜蒽醌苷元纯化的树脂型号,从而确定决明子中蒽醌苷元的大孔树脂吸附树脂纯化工艺。树脂的极性和空间结构(孔径、比表面积、孔容)是影响吸附性能的重要因素。

一般非极性树脂适宜于吸附非极性有机物;强极性树脂适宜于吸附极性物质;而中等极性吸附树脂,不但能够吸附极性物质,也能吸附非极性物质。

从表 2 和表 6 可见,吸附量较大的树脂多为弱极性或极性树脂,如树脂 S-8、NKA-12、AB-8。这是由于决明子蒽醌苷元类物质多含有酚羟基,可以作为良好的氢键供体,有利于弱极性和极性树脂的吸附;对于非极性树脂,即使有较大孔径(如 X-5 树脂),对蒽醌苷元的吸附量偏小。在大孔树脂对大黄蒽醌苷元提纯能力的研究实验中,考察的树脂均为非极性的聚苯乙烯型树脂。在本实验中,极性或弱极性大孔树脂对决明子蒽醌苷元的吸附和纯化能力远高于非极性树脂,这表明极性或弱极性树脂对含有酚羟基

的蒽醌苷元类物质具有较高的富集能力。

通常有机化合物通过树脂的孔穴扩散到树脂的内表面而被树脂吸附,孔径大的吸附树脂易于吸附相对分子质量大的物质,孔径较小而比表面积高的吸附树脂易于吸附小分子物质,因此树脂吸附能力大小与蒽醌苷元的相对分子质量和构型有关,从表 6 可见吸附量大的树脂 S-8 具有较大的孔径。在树脂具有适宜的孔径可确保溶质良好扩散的条件下,吸附树脂的吸附量随比表面积的增大而增大,几乎呈线性关系。孔容大小直接影响树脂的体积比表面积(每 1 mL 湿树脂所具有的比表面, m^2/mL),孔体积增大引起体积比表面积下降,反而使吸附量降低。S-8、AB-8 树脂孔容小,体积比表面积大,因而吸附量较大。

树脂的实际应用是由树脂的极性、孔径、比表面、孔容的综合性能决定的,对其性能的评价要从吸附量、解吸率和吸附动力学实验的结果综合考虑。在某些情况下,吸附作用力强不利于解吸,如 X-5 树脂吸附量较大但解吸率低,不适用于分离。

通过测定分析 6 种大孔吸附树脂对蒽醌苷元的吸附和解吸特性,综合考虑多方面因素,S-8 树脂具有适当孔径、较高比表面积,对蒽醌苷元吸附量大,解吸容易,经树脂纯化后蒽醌苷元的量高,性能优于其他几种树脂。因此 S-8 型大孔吸附树脂是一种性能良好的蒽醌苷元吸附剂。

3.3 S-8 型大孔树脂对决明子总蒽醌苷元的动态吸附量明显低于静态吸附量,是由于动态吸附过程中,药液在树脂上停留时间大大缩短,影响了树脂吸附效果所致。在工业生产过程中,测定动态吸附率对于控制上样量,提高生产效率具有重要指导意义。

3.4 在大孔树脂对决明子蒽醌苷元纯化能力比较

的实验中,由于 20%、50% 乙醇极性大于 80% 乙醇,洗脱液中含有一定量水溶性杂质,质量分数较 80% 乙醇洗脱液低(AB-8 型大孔树脂 20% 乙醇洗脱液含蒽醌苷元 13.99%,50% 乙醇洗脱液含 25.98%,80% 乙醇洗脱液含 34.42%),所以 80% 乙醇洗脱液中蒽醌苷元的量最高,并且以此作为比较纯化能力的指标。

3.5 用 80% 乙醇洗脱各型号(除 S-8)大孔树脂柱后柱体由黄色变为基本无色,说明吸附在柱上的样品成分近乎全部被洗脱下来。而 80% 乙醇却不能把吸附在 S-8 型大孔树脂柱上的绝大部分样品成分洗脱下来,需用乙醇-5% NaOH (4:1) 洗脱后色谱柱颜色才明显变浅。这说明蒽醌苷元与 S-8 型大孔树脂间的氢键吸附力很强,需与 NaOH 形成更强结合力的离子化合物才能从色谱柱上被争夺下来,达到洗脱的目的。

3.6 经本实验研究初步确定决明子总蒽醌苷元的制备纯化工艺——决明子药粉采用氯仿浸提,上 S-8 型大孔树脂柱,水洗至中性,乙醇-5% NaOH (4:1) 洗脱,收集醇碱洗脱液浓缩、酸化处理,从而得到质量分数较高的总蒽醌苷元(42.62%)。

References:

- [1] Jiangsu New Medical College. *Dictionary of Chinese Materia Medica* (中药大辞典) [M]. Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishers, 2001.
- [2] Chen Q D, Xu R, Xu Z N, *et al.* Progress in studies of active constituents of anthraquinone and their biological activities from *Semen Cassiae* [J]. *Chin J Mod Appl Pharm* (中国现代应用药学杂志), 2003, 20 (2): 120-123.
- [3] Meng X Y. *Chemical Experiment of Chinese Materia Medica* (中药化学实验) [M]. Changchun: Jilin Agriculture University Publishing House, 1997.
- [4] Yang L Y, Yang B Q, Lang H Y. Study of the extract method of anthraquinone aglycone from *Semen Cassiae* [J]. *China West Cereals Oils Technol* (西部粮油科技), 2003(2): 59-60.

大鼠灌胃复方五仁醇胶囊后血清和血浆中五味子醇甲和五味子乙素的比较

罗琳¹, 奚志华², 丁安伟², 王陆军³, 张兵³, 施忠³

(1. 南通大学, 江苏 南通 226006; 2. 南京中医药大学, 江苏 南京 210029; 3. 南通市第三人民医院, 江苏 南通 226006)

摘要:目的 比较复方五仁醇胶囊主要入血成分在大鼠血清和血浆中的量。方法 灌胃给药制备大鼠含药血清。

收稿日期: 2005-12-14

基金项目: 江苏省中医药局中药科学技术研究专项课题(H05173); 南通市社会发展科技计划项目(S4006)

作者简介: 罗琳(1976—), 女, 江苏省南通市人, 讲师, 硕士, 主要从事药理学科研教学工作。

Tel: (0513) 85051726 E-mail: luolin@ntu.edu.cn