

3 讨论

3.1 经多种比例流动相比较,甲醇-水-磷酸(46:53.8:0.2)的效果最佳。

3.2 结果表明,采用 HPLC直接测定清泻丸中黄芩苷含量,方法简便快速,结果可靠,可作为清泻丸

的质量控制方法。

参考文献:

- [1] 宋宁宁. 高效液相色谱法测定复方鱼腥草颗粒中黄芩苷的含量[J]. 药物分析杂志, 1999, 19(5): 351-352.
- [2] 中国药典[S]. 2000版. 一部.
- [3] 陈发奎. 常用中草药有效成分含量测定[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1997.

高效薄层色谱分离苦豆子生物碱的体系优化

秦学功, 元英进*

(天津大学化工学院 制药工程系, 天津 300072)

苦豆子 *Sophora alopecuroides* L. 为我国西北常见的野生植物,其主要成分生物碱品种多、含量高,而且具有广泛而显著的药理作用^[1]。由于毛细管色谱只能用于个别生物碱的分析^[2],而高效薄层色谱由于苦豆子生物碱分离须二次展开^[3],不仅繁琐,更重要的是重现性差。所以,本研究以苦豆子生物碱为对象,对高效薄层色谱法的分离体系进行了优化。

1 器材与试药

高效硅胶薄层板(E. Merck Art 5633); XY双底展开槽(上海信谊仪器厂); 1 μ L定量点样管(日本岛津); 8种生物碱样品为本实验室制备与纯化, HPLC分析含量均在98%以上;试剂均为市售分析纯。

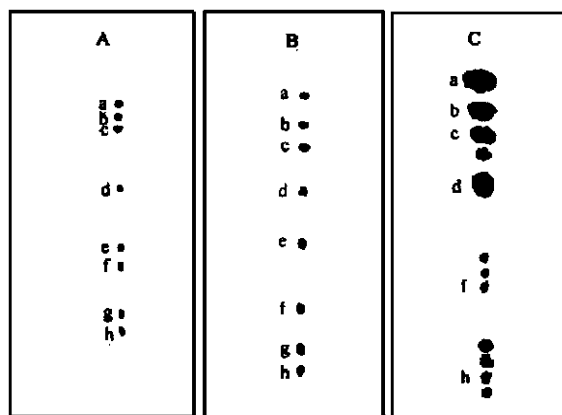
2 实验方法

2.1 改进实验: 根据文献^[3],选择第一次展开剂为苯-丙酮-甲醇(8:3:0.5),二次展开剂在第一次展开剂中追加1.5 mL甲醇,展距减半。为考察一次展开的可能性,仍采用3种溶剂,在两展开剂极性强度之间,进行探索试验。根据文献^[4]计算,第一次展开剂极性强度 P_1 为3.430,第二次展开剂极性强度 P_2 为3.623。在 P_1 与 P_2 之间,以不同配比的苯-丙酮-甲醇展开8种生物碱混合液。经过多次试验,发现苯-丙酮-甲醇(9:3:2)极性强度为3.557,一次展开即可达到原展开体系二次展开效果,如图1-A。

但是,该展开剂中丙酮挥发性较强,展开槽不易密封;苯与甲醇毒性问题亦须解决。因此,必须寻求新的展开体系。

2.2 优化研究

2.2.1 组分的优化确定: 采用 Glajch 三角形法^[5],从以聚类分析的8类试剂中选择位于三角形内相距



a-槐果碱 b-苦参碱 c-槐胺碱 d-槐定碱 e-苦豆碱
f-金雀花碱 g-氧化苦参碱 h-氧化槐果碱
A改进的展开剂 B优化的展开剂 C苦豆子提取物

图1 TLC图谱

尽可能远的II、VI、VIII三类,试剂尽可能无毒性。最后确定以II类中的乙醇,VI类中的乙酸乙酯和VIII类中的浓氨水进行试验。

2.2.2 配比的优化试验: 依据改进的展开剂强度,选择乙酸乙酯用3, 4, 5 mL,乙醇用1, 2, 3 mL,浓氨水用0.1, 0.3, 0.5 mL进行正交试验设计,仍以主要的8种生物碱混合液为样品,采用可以分离的组分个数作指标,经过综合分析,发现乙酸乙酯-乙醇-浓氨水(5:1:0.5)效果最好。正交设计表见表1, 2,分离效果见图1-B。

表1 优化的展开剂的因素水平表

水 平	因 素 (mL)		
	A 乙酸乙酯量	B 无水乙醇量	C 浓氨水量
1	3	1	0.1
2	4	2	0.3
3	5	3	0.5

表 2 L₉(3⁴)正交设计表

试验号	A	B	C	指标 (组分个数)
1	1	1	1	4
2	1	2	2	3
3	1	3	3	2
4	2	1	2	5
5	2	2	3	4
6	2	3	1	4
7	3	1	3	8
8	3	2	1	6
9	3	3	2	5

2.2.3 优化展开剂的应用: 取按文献方法^[6]制备的1份苦豆子提取物,采用优化的展开剂展开,结果见图 1-C

3 讨论

优化试验时,展开前饱和 10 min,展距 8 cm,约 20 min, 8种主要生物碱即能达到分离。

优化展开剂分离苦豆子提取物时,由于涉及到量及高效薄层板精密度,因此只分离出 6种已知生物碱,同时出现 5个其他成分的斑点,具体原因有待进一步研究

参考文献:

[1] 仲仁山. 苦豆子的研究及其应用 [M]. 银川: 宁夏人民出版社, 1983.

[2] 刘从盛,刘文英,盛龙生. 毛细管气相色谱法测定苦参及其制剂中苦参碱的含量 [J]. 中草药, 1993, 24(8): 405-406.

[3] 齐宗韶,王忠效,韩静. 高效薄层扫描法测定苦豆籽中生物碱含量 [J]. 中草药, 1989, 20(11): 15-16.

[4] 孙毓庆. 薄层扫描法及其在药物分析中的应用 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1990.

[5] Joseph L. Glajch. Optimization of solvent strength and selectivity for reversed-phase liquid chromatography using an interactive mixture-design statistical technique [J]. J Chromatogr, 1980, 199: 57.

[6] 秦学功,元英进. 苦豆子种子中生物碱的冷浸提取实验研究 [J]. 中草药, 2001(7): 604-606.

超临界 CO₂ 萃取当归中藁本内酯工艺条件研究

黄宝华,张周晓辉*,彭兰乔*
(广东工业大学轻工化工学院,广东 广州 510090)

当归 *Angelica Sinensis* (Oliv.) Diels 为伞形科植物,有补血活血,调经止痛等功效,美誉为“妇科要药,血中圣药”,用于心血管系统、消化系统、内分泌系统和免疫系统等疾病的治疗。其提取物中含有多种易挥发的物质,目前已知其挥发油成分有 38 种^[1],而含量较高的为藁本内酯是主要活性成分之一,具有解痉止痛、平喘等作用^[2]。本实验采用超临界流体萃取法 (SFE)对藁本内酯 (ligustilide)的提取条件进行了正交试验研究。

1 仪器与药品

美国 ISCO 100DX, 100D 注射泵, SFX2-10M 超临界萃取器, 北分 -Varian SP-3400 气相色谱仪, HP6890 GC /HP 5973 MSD 气质联用仪。

当归头片购自广州市药材公司,产地甘肃。藁本内酯对照品: 参照文献^[2]从当归中索氏提取,经硅胶柱多次层析分离纯化,经 GC/MS 鉴定。无水乙醇、石油醚等溶剂均为分析纯,气相色谱定量内标物正十八烷为色谱纯。

2 方法与结果

2.1 提取方法: 准确称量已在 40℃ 干燥并粉碎的当归粉 (20~ 40 目) 0.5 g 于萃取仓中,设定萃取温度、压力,设定限流管温度 90℃。待系统达到设定萃取温度,打开 CO₂ 钢瓶总阀,系统压力平衡时,开始萃取,同时记下起始 CO₂ 消耗量,当达到预定值时,停止萃取。产品以盛有无水乙醇的 5 mL 具塞刻度试管吸收,萃取结束后以无水乙醇定容至 5 mL,摇匀,GC/MS 定性,GC 定量测定藁本内酯的含量。

2.2 正交试验法: 为了找到超临界 CO₂ 萃取当归中藁本内酯的较佳工艺条件,我们选用不同萃取温度、压力、CO₂ 消耗量作为考察因素,每个因素各取 3 个水平 (表 1),采用 L₉ (3⁴) 正交表进行试验,以藁本内酯的收率为考察指标,结果见表 2 进行统计学处理,方差分析见表 3。

从表 2、3 可知,各因素对萃取效果影响大小次序为萃取温度 (A) > 压力 (B) > CO₂ 消耗量 (C)。表 3 结果表明 A 因素各水平间差异具有显著性。CO₂ 消耗量在所考察范围内影响很小。各因素最佳水平组合为 A₂ B₃ C₃。

* 收稿日期: 2001-09-16

作者简介: 黄宝华, (1963-), 女, 福建南安人, 副教授, 硕士, 1984 年获北京大学化学系学士学位, 1989 年, 获暨南大学化学系色谱分析专业硕士学位, 主要从事分析化学、天然产物提取等的研究。 Tel: 020-37626613 E-mail: huangbaoh@ 163.com

* 本校实验研究中心