

乙素, 宁国贝母中测到相对多量的西贝素, 以前均未见文献报道, 有待进一步研究确证。西贝苷目前仅在平贝母和伊贝母中发现^[9, 10], 本实验结果与之相符。从本研究结果来看, 湖北贝母和宁国贝母中药效成分含量相对较高, 提示有进一步开发应用的价值。

参考文献:

- [1] 钱伯初, 许衡钧. 浙贝母碱和去氢浙贝母碱的镇咳镇静作用 [J]. 药理学, 1985, 20(4): 306-308.
- [2] 王筠默, 王恒芬, 许长照, 等. 中药研究与文献检索 [M]. 上海: 上海远东出版社, 1994 251-252.
- [3] Rohmna A, Choudhary M, Farooq A, *et al.* Structure-activity relationships of imperialine derivatives and their anticholinergic activity [J]. *Planta Med*, 1998, 64 172-174.

- [4] 李 萍, 刘理南, 徐国钧. 12种贝母的西贝素含量测定 [J]. 中草药, 1991, 22(5): 205-206.
- [5] 晁若冰, 胡 玲. 高效液相色谱法测定贝母中贝母辛的含量 [J]. 药理学, 1993, 28(9): 705-708.
- [6] 吴宗好, 李清华. 皖贝母与浙贝母、川贝母有效成分生物碱的对比分析 [J]. 中草药, 1993, 24(7): 351-353.
- [7] 李文彦, 毕开顺, 乔延江, 等. 柱前衍生化高效液相色谱法测定伊贝母中西贝素的含量 [J]. 中国药杂志, 1997, 32(6): 363-365.
- [8] 徐汝明, 陆 阳, 陈泽乃. 紫外分光光度法测定贝母中腺苷、胸苷含量 [J]. 中国中药杂志, 1997, 22(11): 682-683.
- [9] 徐东铭, 张 本, 祁 彦, 等. 平贝母生物碱研究 (II) [J]. 中草药, 1983, 14(2): 7-8.
- [10] 徐东铭, 黄恩喜, 王淑琴, 等. 伊贝母生物碱研究 [J]. 植物学报, 1990, 32(10): 789-793.

RP-HPLC法测定大豆提取物中 大豆苷元、染料木素、大豆苷、染料木苷的含量

张 立*

(西安天诚医药生物工程有限公司, 陕西 西安 710075)

摘要: 目的 建立 RP-HPLC 法分离检测大豆提取物中大豆苷元、染料木素、大豆苷、染料木苷 4 成分含量的方法。方法 用 Zorbax SB-C₁₈ 色谱柱, 以甲醇-乙腈-0.1% 磷酸 (30: 8: 62) 和甲醇-乙腈-0.1% 磷酸 (16: 24: 60) 为流动相分别测定大豆苷元、染料木素和大豆苷、染料木苷, 检测波长为 254 nm。结果 大豆苷元、染料木素、大豆苷、染料木苷 4 成分的平均回收率分别为 98.7%, 99.5%, 98.4%, 98.6%; *RSD* 分别为 1.4%, 0.9%, 0.9%, 1.7% (*n*=4)。结论 方法简便、准确、重复性好。

关键词: 大豆苷元; 染料木素; 大豆苷; 染料木苷; RP-HPLC

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)02-0118-03

RP-HPLC determination of daidzein, genistein, daidzin and genistin in soybean extract

ZHANG Li

(Xi'an Tiancheng Drug & Bio-engineering Co., Ltd., Xi'an Shanxi 710075, China)

Abstract **Object** A method for the determination of daidzein, genistein, daidzin and genistin in soybean extract by RP-HPLC was established. **Methods** Zorbax SB-C₁₈ column (4.6×15 mm, 5μm) was used. Daidzein and genistein were separated with mobile phase I: methanol-acetonitrile-0.1% phosphoric acid solution (30: 8: 62). Daidzin and genistin were separated with mobile phase II: methanol-acetonitrile-0.1% phosphoric acid solution (16: 24: 60). The UV detection wavelength was 254 nm. **Results** The average recoveries of daidzein, genistein, daidzin and genistin were 98.7%, 99.5%, 98.4%, 98.6% and the precision (*RSD*) were 1.4%, 0.9%, 0.9%, 1.7% (*n*=4) respectively. **Conclusion** The method was accurate, rapid and with good reproducibility.

Key words daidzein; genistein; daidzin; genistin; RP-HPLC

异黄酮类成分是植物药提取领域公认的一类重要物质, 具有广泛的药理作用^[1]。此类成分在植物界

主要分布在豆科蝶形花亚科中。其中大豆提取物中的异黄酮类成分因其明确的雌激素样作用等,用于治疗妇女更年期综合症和骨质疏松等症^[2],有广阔开发前景。我们对大豆异黄酮成分中 4 种主要成分:大豆苷元、染料木素、大豆苷、染料木苷进行 RP-HPLC 测定。该方法的提出对此类成分的进一步研究及开发提供重要依据。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪,包括 Waters 600 型泵、486 紫外-可见光检测器和大连化学物理研究所 WDL-95 工作站; Shimadzu 2101-PC 型紫外分光光度计;超声波清洗仪;大豆苷元、染料木素、大豆苷、染料木苷对照品均购自 Sigma 公司;大豆提取粉为自产和市场贸易产品;乙腈、甲醇为色谱纯试剂;水为重蒸水;试剂使用前均用 0.45 μm 滤膜过滤;磷酸为分析纯试剂

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱: Zorbax SB-C18 4.6 mm×150 mm 5 μm;流速: 1.0 mL/min;温度: 室温;检测波长: 254 nm;进样量: 5 μL;流动相 I : 甲醇-乙腈-0.1% 磷酸 (30: 8: 62); II : 甲醇-乙腈-0.1% 磷酸 (16: 24: 60)。流动相 I 用于测定大豆苷元和染料木素, II 用于测定大豆苷和染料木苷。见图 1

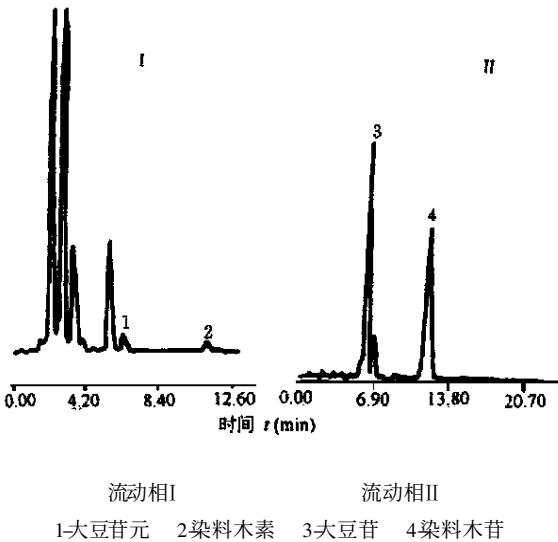


图 1 样品 HPLC 图

2.2 工作曲线绘制: 分别精密称取大豆苷元和染料木素对照品各约 5 mg 于 25 mL 容量瓶中,再分别称取大豆苷和染料木苷对照品各约 5 mg 于另一 25 mL 容量瓶中,分别用流动相 I 和 II 定容。精密吸取上述溶液 2.5, 5.0, 7.5, 10.0, 12.5 和 15.0 mL, 分别在两种流动相下作工作曲线,结果见表 1

2.3 样品测定: 精密称取大豆提取物 100 mg 左右

表 1 4 种成分工作曲线

名称	线性范围 (μg)	回归方程	r
大豆苷元	0.25~ 1.0	Y= 5.580 6X+ 0.038	1.000 0
染料木素	0.5~ 4.0	Y= 0.673 6X+ 0.188	0.996 9
大豆苷	0.5~ 2.0	Y= 6.804 6X+ 0.289	0.998 9
染料木苷	0.5~ 2.0	Y= 0.747 6X- 0.111	0.999 8

于 50 mL 容量瓶中,加入适量流动相超声波提取 15 min,用流动相定容。用 0.45 μm 滤膜过滤为供试溶液。吸取对照品溶液和样品供试溶液进样,照上述色谱条件测定,用外标法计算。结果见表 2

表 2 大豆提取物中 4 成分含量测定结果

(%)				
批号	大豆苷元	染料木素	大豆苷	染料木苷
990621	0.6	0.5	10.4	13.9
990809	0.5	0.6	10.0	14.0
990917	1.0	0.8	17.1	21.2
991023	0.2	0.2	6.0	7.6
991204	0.2	0.1	8.0	9.8

2.4 精密度试验: 吸取对照品溶液,反复进样测定 6 次,其日内和日间峰面积误差,见表 3

表 3 4 成分误差 RSD (%)

	大豆苷元	染料木素	大豆苷	染料木苷
日内	0.57	0.86	0.46	0.35
日间	1.17	2.01	2.16	1.77

2.5 回收率实验: 精密称取已知含量的样品,分别加入一定量的对照品溶液,依样品操作项下方法测定,计算回收率。大豆苷元、染料木素、大豆苷、染料木苷回收率分别为 98.7%, 99.3%, 98.4%, 98.6%。RSD 分别为 1.4%, 0.9%, 0.9%, 1.7% (n= 4)

3 讨论

3.1 测定波长的选择: 用紫外分光光度计测定 4 成分的紫外吸收光谱图,染料木素与染料木苷的 λ_{max}为 (259± 1) nm,大豆苷元与大豆苷的 λ_{max}为 (250± 1) nm。为用流动相 I、II 分别同时测定大豆苷元、染料木素和大豆苷、染料木苷,故选 (254± 1) nm 作为检测波长。

3.2 流动相选择: 经过反复试验,我们确定了用流动相 I、II 分别同时测定大豆苷元、染料木素和大豆苷、染料木苷 4 成分,不但样品峰能得到很好的分离,而且不受杂质峰干扰。此方法快捷、简便、准确,较之梯度法具有对仪器要求低、稳定性好的特点。

3.3 稳定性实验: 将供试样品溶液放置 4℃ 冰箱冷藏,定期进行分析测定,1 月内基本保持不变。

致谢: 本文在完成过程中得到了惠玉虎老师的多方指导。

参考文献:

- [1] 肖志艳,陈迪华. 异黄酮类成分在植物界的分布、药理作用及应用研究概况 [J]. 国外医药 植物药分册, 1998, 13(4): 157-163.
- [2] 毛峻琴,宓鹤鸣. 大豆异黄酮的研究进展 [J]. 中草药, 2000, 31(1): 61-64.

中药口服液生产新工艺及其设备

李十中,吴丽莉*,陈 炜
(天津大学化工学院,天津 300072)

摘要: 目的 提出一种中药口服液生产新工艺,解决原工艺口服液沉淀问题,可有效地保留药物有效成分,连续化生产。方法 设计制作了超滤设备 TUO L-1 型口服液过滤装置。结果 既保持了药液的滤速,又使膜受外力最小,使超滤膜能够适用于浊度高、粘度大的中药液处理。结论 适用于中药口服液生产,应用效果良好。

关键词: 中药口服液;超滤设备;生产新工艺

中图分类号: TQ461 文献标识码: B 文章编号: 0253- 2670(2001)02- 0120- 03

New process and its equipment for production of TCM oral liquid

LI Shi-zhong, WU Li-li, CHEN Wei

(School of Chemical Engineering, Tianjin University, Tianjin 300072, China)

Abstract Object A new process for the continuous production of TCM oral liquid was proposed without handicapped by the problem of sediment formation and loss of active ingredients. **Methods** By designing and installation of an ultrafiltration equipment (Type TUO L-1) which may inflict a minimal external force on the filtering membrane while maintaining a normal filtration rate. **Results** The equipment was found to be suitable for the filtration of highly viscous and turbid TCM oral liquid. **Conclusion** The new ultrafiltration equipment showed satisfactory results after years of trials.

Key words TCM oral liquid; ultrafiltration equipment; new production process

目前国内中药口服液制剂工艺尚需改进,主要表现在制剂菌检和澄明度两项指标不合格,药物有效成分损失严重,能耗物耗大,生产周期长。中药口服液中的鞣质、树脂、淀粉、果胶、粘液质、色素等在制剂中常视为杂质而被除去^[1,2],但由于现行生产技术水平所限,有部分杂质未能除尽,在放置过程中成品会出现沉淀^[3]。中药口服液生产主要采用水提醇沉法或渗漉法。水提醇沉法各种药物有效成分(黄酮类、皂苷类、生物碱类、有机酸类)一次醇沉损失率约在 10%~15%^[4];而渗漉法生产的蜂乳精,据天津药物研究院测定,某厂按配方配制的药液中人参皂苷含量为 0.194 mg/10 mL,而到成品灌装时其含量仅为 0.039 mg/10 mL,仅占配方含量的 20.1%,大部分在冷冻静置和过滤过程中损失掉了。

中药口服液中的高分子杂质具有亲水基和疏水

基,其水溶液为胶体溶液,是产品产生沉淀的主要原因。膜分离技术的发展为去除中药口服液中的高分子杂质提供了一种新方法,超滤是溶液中大、小分子分离的最理想的单元操作。一般中药有效成分的相对分子质量较小,而无效成分的相对分子质量较大,所以应用超滤法可以在不损失药物有效成分的前提下去除高分子杂质^[5]。由于中药提取液浊度高、粘度大,超滤法在中药口服液中的应用还处于实验探索阶段,尚无应用于工业生产的技术与设备^[6~8]。作者根据皂苷分子性质选择适当的超滤膜,设计制作了超滤设备 TUO L-1 型口服液过滤装置,既保持药液的滤速,又使膜受外力最小,从而使强度较弱的超滤膜能够适用于中药口服液的生产,并应用于生产多年,取得良好效果。

1 生产流程及设备

* 收稿日期: 2000-04-19
* 天津大学医院