

色谱条件进行含量测定, $RSD=1.53\%$ 。

2.8 回收率试验: 准确称取新疆红花粉末 7份, 4份中分别加入 6-羟基山柰酚-3-O-葡萄糖苷对照品溶液 (0.132 mg/mL) 1, 2, 3, 4 mL, 另 3份不加, 然后加入 50% 乙醇至 10 mL, 依法提取, 分离, 测定, 计算回收率, 结果为 97.2%, $RSD=2.0\%$ 。

2.9 样品测定: 用本法对 9个不同产地红花中的 6-羟基山柰酚-3-O-葡萄糖苷进行了含量测定, 结果见表 1

3 讨论

3.1 本法分析样品不需柱前处理, 直接进样, 杂质峰与样品峰能达到基线分离 (见图 1)

3.2 经试验溶剂系统因乙腈-0.15% 磷酸水溶液 (13.5: 86.5) 红花样品中 6-羟基山柰酚-3-O-葡萄糖苷分离效果明显。

3.3 不同产地红花成分含量差异较大, 说明红花在

采收、加工、贮藏等方面对其质量有明显影响, 值得引起注意。

表 1 红花中 6-羟基山柰酚-3-O-葡萄糖苷含量测定 ($n=3$)

产地	含量 (%)	RSD (%)
新疆阜康市	0.13	0.77
新疆吉木萨尔县	0.106	0.94
云南下关	0.117	0.85
山西	0.029	1.90
四川简阳	0.081	1.43
河南	0.076	1.51
湖南	0.091	1.27
武汉	0.061	1.89
陕西	0.128	0.45

参考文献:

- [1] Hattori M, Huang X L, Che Q M. 6-Hydroxykaempferol and its glycosides from *Carthamus tinctorius* petals [J]. *Phytochem*, 1992, 31: 4001-4004.
- [2] 余红. 红花中总黄酮含量的库仑滴定法测定 [J]. *分析化学*, 1997, 25(2): 371.

封闭连续柱层析装置的研制

易求实

(湖北教育学院, 湖北 武汉 430060)

中图分类号: TQ028

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)08-0708-02

柱层析是复杂组分分离提纯的非常有效的手段。使用通常的柱层析装置, 溶剂挥发扩散、环境污染。本文介绍的封闭连续柱层析装置洗脱液处于基本封闭的循环利用状态, 易于实现自动控制。此外, 还将洗脱和产品浓缩结晶两道工序结合起来, 缩短了生产周期, 洗脱液的用量可显著减少。

1 装置主要部件和作用

1.1 集热式磁力搅拌器: 由 DF-101B 集热式恒温磁力搅拌器改装而成, 内装液体石蜡, 工作温度用电接点温度计自动控制。装置见图 1

1.2 层析柱: 由层析主体柱, 洗脱液蒸气通道管, 洗脱液流出控制管组成, 工作时, 以干法或湿法装柱, 硅胶层上部装有适量拌有待分离样品的硅胶, 最上面铺一层脱脂棉, 并注意略低于蒸气通道出口。流出控制管有 3 个作用, 第一, 通过旋转活塞 5 和 6 以控

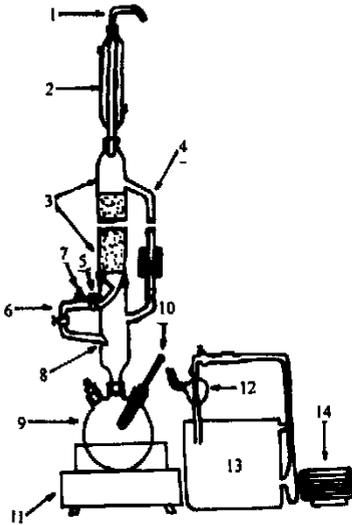
制溶液速度从而控制层析速度, 第二, 通过取样孔 7 取样检测, 实现对分离效果的监控, 第三, 必要时可用一个能与活塞 4 的母磨口磨合的分液漏斗在不改变体系负压的情况下补充洗脱液

1.3 回流冷凝管: 洗脱液蒸气在这里冷凝回流, 由一上端接一与之磨合的弯头经耐负压橡皮管与射流真空泵相连, 冷凝回流效果关系重大, 因此不能使用温度较高的水泵循环水, 在良好的冷凝条件下, 蒸气泄漏极少, 分别一次加液就能完成杂质淋洗或产品洗脱的任务。

1.4 真空负压装置: 由射流泵, 水泵及循环水箱组合而成。水泵抽取循环水箱中的水加压注入射流泵, 使柱系统形成负压, 射流泵流出的水复流入循环水箱。通过控制水流速度来控制系统真空度, 进而使洗脱液在规定的温度下沸腾。

收稿日期: 2000-12-28

作者简介: 易求实 (1943-), 男, 湖南长沙人, 副教授, 长期从事复杂物质分离提纯和精细化学品制备研究。发表论文 30 多篇, 国家专利 2 项, 出版专著 2 部, 近几年来, 着重在天然药物有效成分提取方面进行探索。Tel (027) 88852529 E-mail Qsy@hubei.edu.cn



1-接头(连接射水真空泵) 2-回流冷凝管
3-层析柱 4-蒸气通道 5,6-双通活塞
7-分析取样孔 8-滴液口 9-烧瓶 10-温
度计 11-集热式磁力搅拌器 12-射水泵
13-水槽 14-水泵

图 1 连续层析装置示意图

2 评价与讨论

与普通柱层析比较,封闭连续柱层析有其自己的特点和优势:

2.1 能阻止或缓解不稳定的物质的分解或变性。在吸附剂存在下,样品的氧化作用一般有所增加,在普通柱层析中,采用氮气冲吹色谱柱和所有溶剂,以及在溶剂中加入抗氧化剂的办法来降低吸附色谱过程中的氧化作用。但柱色谱分离往往是一个费时的漫长过程,洗脱液在和空气的长期接触中,不可避免的要重新吸收空气。在持续的负压条件下,装置内空气被抽走,空间全为洗脱液蒸气充满,层析在缺氧条件下进行,这对分离和制备高活性、不稳定的生化制剂及中草药有效成分非常有利。

2.2 有利于稳定层析条件,提高柱子的分离效能。水能与硅胶表面羟基结合成水合的硅醇基($-\text{Si}-\text{O}-\text{H} \cdot \text{H}_2\text{O}$)而失去活性,因而硅胶的活性与含水量有关,通过控制含水量可以选择适合的活性。普通柱层析中洗脱剂长期与大气可逆连通接触,会吸收一定量的水分(这一事实已从蒸馏回收的洗脱剂中出现的水珠得到证实),普通柱层析的洗脱剂,大多回收循

环使用,因而水分含量还会逐渐增多,这些水分在展层过程中被硅胶吸附,逐步改变硅胶的含水量,从而影响柱子的分离效能。封闭连续柱层析中洗脱剂采用一次性制,且展层时体系与大气处于单向相通状态,水分不能进入其中,从而保证了硅胶水分含量的稳定性,进而稳定柱效能。

2.3 虽然经典理论认为温度变化不改变吸附色层分离效能,但温度的频繁变化实际上对柱效果会产生影响,当组分在流动相中溶解度很小时,温度的降低会显著降低层析速度。使用封闭连续层析则在近于恒温的条件下进行操作,实践证明,在接近零度的条件下,以醋酸-甲烷溶液也能顺利进行工作。

2.4 减轻了产品浓缩结晶和溶剂蒸馏回收的工作量,缩短了产品制备周期。封闭连续柱层析中,产品的浓缩结晶操作大部分在层析时同步完成。

2.5 封闭连续柱层析是在封闭状态下工作,溶媒泄漏很少,污染危害大大减轻。

2.6 对于含有两个组分以上的洗脱溶液,蒸气冷凝液与烧瓶中的溶液组分含量是有差别的,一定温度下各组分的饱和蒸气压相差越大,两液组成相差也越大,因此要关注冷凝液的组成,为了使蒸气冷凝液符合一个柱层析确定的洗脱液配方,应采用理论计算和实验验证相结合的方法来确定。

2.7 洗脱速度在层析分离中必须严格控制,封闭连续柱层析装置是通过如下办法实现对流速的测量的:将未装料的空层析柱垂直固定悬空,关闭活塞5,6,7,注入洗脱液,启开活塞5,缓缓旋动活塞7,控制洗脱液自滴液口滴下速度,用小量杯自层析管下端接取流出液,并在规定的时间内,计数液滴数目,根据量筒里溶液的体积计算出每毫升的液滴数,并由测量时间计算出流速。流速不同时,每毫升液滴数略有不同,在同一流速下,对滴数与体积间关系进行重复测定,重现性很好。由此,层析开始后,用控制每分钟滴液口的液滴数来控制层析速度。对于同一支层析柱用同一种洗脱液,只须做一次校对。不同的流动相,因密度和粘度互不相同,液滴大小会有区别,当需要严格控制流速时,最好不凭经验套用。

欢 迎 投 稿 欢 迎 订 阅