

AB-8树脂对苦参总黄酮的吸附,以 3 BV/h 的流速为最佳。

3.2 AB-8树脂的脱附性能

3.2.1 洗脱液的选择:树脂吸附苦参总黄酮以后,从吸附效率、节能、省时等角度考虑,洗脱液以醇类较佳^[10]。取浓度为 0.285 mg/mL 苦参微滤液,调 pH=4,在 3 BV/h 的流速下吸附后,比较用不同浓度的乙醇液洗脱,用紫外检测,结果表明,用 50% 乙醇做洗脱剂效果较好。

3.2.2 解吸曲线:用 50% 乙醇洗脱,流速为 3 BV/h,解吸曲线见图 5,可见,用 4 倍树脂床体积的洗脱液即可将苦参总黄酮基本上解吸下来。

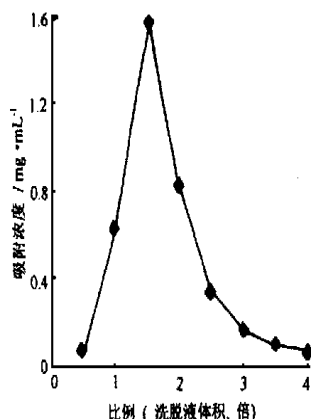


图 5 AB-8树脂的解吸曲线

解吸操作自下而上(逆向洗脱)为佳,解吸后的树脂用水洗后进行下次吸附操作(正向吸附),反复使用。

4 结论与讨论

4.1 AB-8树脂精制苦参总黄酮是可行的。当原液

浓度 0.285 mg/mL, pH 值为 4, 流速为 3 BV/h 时, AB-8树脂对苦参总黄酮的吸附效果良好。用 50% 的乙醇能将所试样品中已吸附的苦参总黄酮基本上洗脱下来。

4.2 上柱前,苦参药液应经滤过,以免污染堵塞树脂。本文要用陶瓷膜错流过滤法对药液直接进行澄清处理,有效地去除了提取液中的悬浮物质,为大孔吸附树脂提供了可靠的预处理。

致谢:感谢南京中医药大学 97 级中药制药专业单进军同学和 98 级海洋药学专业陈爱萍同学在本文中所做的部分实验工作。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国药典(一部)[S]. 2000.
- [2] 阴健. 中药现代研究与临床应用[M]. 北京:中国古籍出版社, 1994.
- [3] 韩桂茹,徐韧柳,冯丽,等. 水提醇沉对中药各类有效成分的影响[J]. 中国中药杂志, 1993, 18(5): 286-288.
- [4] 马振山. 大孔吸附树脂在药学领域中的应用[J]. 中成药, 1997, 19(12): 40-41.
- [5] 中国医学科学院药物研究所植化室. 大孔吸附树脂在中草药化学成分提取分离中的一些应用[J]. 中草药, 1980, 11(3): 138-141.
- [6] 高红宁,金万勤,郭立玮. 陶瓷微滤膜与大孔吸附树脂联用精制苦参水提液中总黄酮[J]. 中成药, 2001, 23(9): 628-630.
- [7] 金万勤,郭立玮,文红梅,等. 微滤法澄清枳实水煎液的工艺研究[J]. 南京中医药大学学报, 2000, 16(6): 347-348.
- [8] 王曙,贾运涛,孙毅毅. 复方制剂水煎液中总黄酮含量测定方法[J]. 华西药学杂志, 1996, 11(2): 95-96.
- [9] 宓晓黎,杨焱,成恒嵩,等. 大孔吸附树脂技术应用于复方中药制剂工艺的研究[J]. 离子交换与吸附, 1997, 13(6): 594-598.
- [10] 朱浩,侯世祥,孙毅毅,等. 大孔吸附树脂吸附纯化不同中药有效部位特性研究[J]. 中国中药杂志, 1998, 23(10): 607-609.

RP-HPLC-ELSD法测定知母药材及含知母制剂中菝葜皂苷元的含量

沈岚,朱沪平,宋崎,陈明,范广平
(上海中医药大学,上海 200032)

摘要:目的 阐明 ELSD 对于检测菝葜皂苷元等不含发色团的化合物是一种优越的检测器,为知母药材及含知母制剂提供了一种可靠的质检手段。方法 采用 RP-HPLC-ELSD 法测定知母药材及含知母制剂中菝葜皂苷元的含量。结果 分离完全的色谱峰,有良好的线性关系, $r=0.9990$,对药材及制剂测定的回收率分别为 100.5%、91.38%。结论 该方法先进、可靠、简便,可广泛用于知母药材及含知母制剂的质量监控。

关键词: RP-HPLC-ELSD; 知母; 菝葜皂苷元

中国分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)10-0889-03

收稿日期: 2000-12-28

作者简介: 沈岚(1975-),女,上海人,助教,药剂学硕士,工作于上海中医药大学中药学院中心实验室,研究方向为中药药剂及质量分析,通讯方法: Tel (021) 54231923 E-mail alan7598@online.sh.cn

Determination of sarsasapogenin in crude *Anemarrhena asphodeloides* and its preparation by RP-HPLC-ELSD

SHEN Lan, ZHU Hu-ping, SONG Qi, CHEN Ming, FAN Guang-ping

(Shanghai University of TCM, Shanghai 200032, China)

Abstract Object To show that ELSD is an excellent detector for the detection of chemical compounds devoid of chromophore, such as sarsasapogenin. **Methods** Sarsasapogenin in crude *Anemarrhena asphodeloides* Bunge and its preparation was determined by RP-HPLC-ELSD. **Results** The well separated chromatographic peaks show linearity with recovery of the added sample of 100.5% in crude medicinal material and 91.38% in its preparation, $r = 0.9990$. **Conclusion** The method was advanced, reliable, simple and can be used for quality control of crude *A. asphodeloides* and its preparations.

Key words RP-HPLC-ELSD; *Anemarrhena asphodeloides* Bunge; sarsasapogenin

知母 *Anemarrhena asphodeloides* Bunge 为常用中药,现代药理研究表明知母皂苷及皂苷元为其清热泻火、生津润燥的主要活性成分^[1],其中菝葜皂苷元作为指标成分用于知母药材及含知母制剂的质量监控。

有文献报道,采用 RP-HPLC-RI 法可分离测定知母药材中菝葜皂苷元^[2]。由于菝葜皂苷元在紫外区内几乎无吸收,仅在近紫外区有末端吸收,因此用 UV 检测器时将由于溶剂的干扰而无法测定。本文采用蒸发光散射 (ELSD) 检测器,流动相溶剂喷雾气化,进入加热管后溶剂挥发,而被分析检测的物质颗粒经镭射光产生散射,散射光由光电倍增管收集得到响应,由被分析物质的颗粒数量和大小决定光散射检测器的响应大小,不受流动相溶剂的干扰。经对知母药材及制剂样品中的菝葜皂苷元进行含量测定,结果表明,RP-HPLC-ELSD 方法先进,操作简单,结果可靠,灵敏度、重现性均能满足分析要求,是一种良好的菝葜皂苷元的测定方法,可广泛应用于知母及含知母制剂的质量监控。该法应用于含知母制剂的含量测定尚属首次报道。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪: HP1100 液相系统 (惠普公司); 检测器: PL-ELSD1000 (英国 Polymer laboratories); 超声波清洗机: 2200 型。

菝葜皂苷元对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号 744-9904, 含量测定用); 知母药材对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号 1090-9901); 知母药材 (上海市药材公司); 含知母制剂样品 (自制); 大补阴丸 (杭州胡庆余堂制药厂); 阴性样品 (自制); 甲醇为色谱纯; 用水均为重蒸馏水; 试剂均为分析纯。

2 色谱条件

色谱柱: LUNA 5 μ m C₁₈ 250 mm $\times$ 4.6 mm S/No. 373896 (迪马公司); 流动相: 甲醇, 流速:

1.5 mL/min; 柱温: 室温, 蒸发温度: 100 $^{\circ}$ C, 雾化温度: 80 $^{\circ}$ C, 气体流速比: 1.5

3 方法和结果

3.1 对照品溶液的制备: 精密称取菝葜皂苷元对照品, 用甲醇配制成约 0.5 mg/mL 的溶液。

3.2 供试品溶液的制备: 分别取知母药材、知母对照药材、制剂样品及阴性样品粉碎, 干燥至恒重, 精密称取适量置锥形瓶中, 加乙醇 20 mL 浸泡 1 h, 超声处理 20 min, 移至离心管中, 离心 5 min, 吸取上清液; 残渣再用乙醇超声处理两次, 每次 20 min 并离心; 合并 3 次上清液, 加盐酸 4 mL, 置水浴上用蒸气缓慢回流 1 h, 移至蒸发皿中浓缩至适量, 用苯振摇提取两次, 合并提取液并蒸干; 残渣用甲醇溶解并转移至 5 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

3.3 标准曲线的建立: 精密吸取对照品溶液 (0.46 mg/mL) 5, 10, 15, 20, 25 μ L, 按上述色谱条件测定峰面积 A (见图 1); 溶剂无干扰。以 $\lg A$ 为纵坐标, $\lg M$ 为横坐标绘制标准曲线。计算得回归方程为: $\lg A = 3.5717 - 1.3640 \lg M$, $r = 0.9990$, 表明菝葜皂苷元在 2.3~11.5 μ g 范围内呈线性关系。

3.4 精密度试验: 精密吸取上述对照品溶液 5 μ L 重复进样 5 次, RSD 为 0.76%。

3.5 重现性试验

3.5.1 药材的重现性试验: 精密称取 5 份知母药材粉末 (产地: 吉林), 按上述方法测定, 结果, 药材色谱图见图 1。菝葜皂苷元含量为 10.21 mg/g, $RSD = 3.61\%$ 。

3.5.2 制剂的重现性试验: 精密称取 5 份制剂样品, 按上述方法测定, 结果菝葜皂苷元含量为 2.95 mg/g, $RSD = 0.58\%$ 。阴性样品的测试表明无干扰。

3.6 加样回收试验

3.6.1 药材的加样回收试验:精密称取 5 份知母药材粉末,分别加入一定量的对照品溶液,按上述方法测定,计算回收率,结果为 100.5%, $RSD=1.5\%$ 。

3.6.2 制剂的加样回收试验:精密称取 5 份制剂样品,每份 1 g,分别加入 2 mL 对照品溶液 (1.1 mg/mL),按上述方法测定,计算回收率,结果

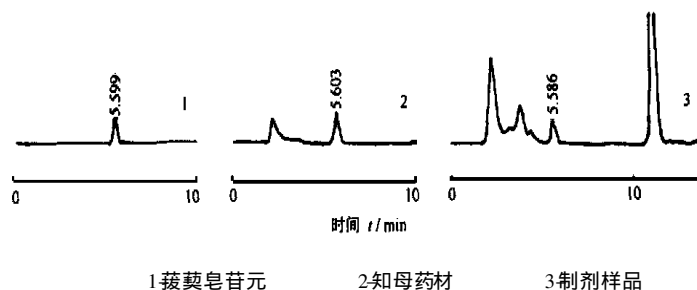


图 1 样品色谱图

为 91.38%, $RSD=0.7\%$

3.7 样品含量测定

3.7.1 药材的含量测定:对知母不同产地药材及对照药材按上述方法测定,结果见表 1

表 1 药材的含量测定 ($n=3$)

名称	产地	菝葜皂苷元 (mg/g)	$RSD(\%)$
知母对照药材	检定所	19.68	1.15
知母药材 (盐炒)	吉林	10.21	3.61
知母肉	安国	10.10	1.40
知母肉	安国	12.19	1.07
知母	长春	15.42	0.60

3.7.2 制剂的含量测定:对自制的 3 批制剂样品及市售大补阴丸按上述方法测定,结果见表 2

表 2 制剂的含量测定 ($n=3$)

批号	菝葜皂苷元 (mg/g)	$RSD(\%)$
自制 0101	3.58	5.03
自制 0102	2.95	0.58
自制 0103	2.63	1.54
大补阴丸	2.40	3.79

4 讨论

4.1 前处理方法的优选:由于 ELSD 检测器是一种通用型检测器,因此样品前处理对分离结果至关重要。本文曾选用石油醚-正丁醇、乙醚-正丁醇等提取系统对制剂进行前处理,结果均不理想。采用本文确定的方法,经对乙醇提取次数及苯提取次数的考察,确定为乙醇提取 3 次,水解后,苯提取 2 次最佳。

4.2 流动相的优选:根据文献的溶剂系统,采用甲醇为流动相。曾试用甲醇-水、甲醇-乙腈、甲醇-乙腈-水及甲醇-四氢呋喃等系统为流动相,均可达到一定的分离,但效果不够理想。由于 ELSD 检测的信号是溶剂挥发后的溶质粒子,因此流动相浓度的变化不会引起基线的明显漂移,所以对于复杂难分离成分的检测可以考虑采用上述溶剂系统梯度洗脱方式加以测定。

参考文献:

- [1] 边际,徐绥绪.知母化学及药理研究进展[J].沈阳药学院学报,1993,10(2):141-144.
- [2] 王天勇,杨文远.反相高效液相色谱法分离测定知母中菝葜皂苷元[J].中药材,1996,19(9):460-461.

安神补心胶囊的 X 射线衍射 Fourier 谱分析

赵斌¹,张惠燕²,李兰燕¹,郑启泰¹,吕扬¹

(1. 中国医学科学院 中国协和医科大学药物研究所,北京 100050 2. 国家药典委员会,北京 100061)

摘要:目的 鉴定和控制安神补心胶囊的质量和标准。方法 采用粉末 X 射线衍射 Fourier 图谱分析方法,给出安神补心胶囊的 X 射线衍射 Fourier 图谱的几何拓扑图形及其衍射特征标记峰值。结果 对 2 个厂家生产的各 3 批样品粉末 X 射线衍射 Fourier 图谱分析能够表示中成药中全部成分的整体结构信息。结论 以此可以对安神补心胶囊实现质量的微观鉴定和控制。

关键词: 中成药;安神补心胶囊;X 射线衍射

收稿日期:2001-03-06

基金项目:国家教委博士点项目基金资助

作者简介:吕扬(1959-),女,研究员,研究方向为药物(大分子与小分子)单晶 X 射线衍射结构分析,粉末 X 射线衍射分析和计算机辅助药物设计。先后承担 8 项国家和部委级研究课题。在国内外学术刊物上已发表研究论文 118 篇。获得部、省级等科研奖励 6 项。通讯联系:Tel (010) 63165212 E-mail luyang_inmm@sohu.com