

银黄水煎液及其膜分离产物的红外光谱分析

杨丽平, 孔焕宇, 刘建玲, 朱嘉

(中国中医科学院望京医院, 北京 100102)

摘要: 目的 从宏观探讨银黄水煎液在膜分离前后的不同, 为膜系统的合理性提供实验依据。方法 运用红外光谱分析的方法对银黄水煎液及其膜分离物吸收峰位、峰高、图谱进行相关系数比较, 从图谱整体分析, 判断膜分离效率。结果 银黄水煎液和膜分离终产物相同峰位较多, 相关系数为 0.832 7。结论 银黄水煎液经两种膜除杂、浓缩后, 整体成分损失少, 膜系统选择合理。

关键词: 银黄水煎液; 膜分离; 红外光谱

中图分类号: R284.1 文献标识码: A 文章编号: 1005-5304(2007)12-0041-02

Infrared Spectral Analysis of Yinhuang Medicinal Broth and Its Membrane Fraction YANG Li-ping, KONG Huan-yu, LIU Jian-ling, et al (Wangjing Hospital, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100102, China)

Abstract : Objective To discuss difference of Yinhuang medicinal broth and its membrane fraction from macroscopic quality, provide reasonable experimental basis for membrane system. **Methods** Method of infrared spectral analysis was used to compare absorption peak position, peak intensity, correlation coefficient of spectrogram of Yinhuang medicinal broth and membrane fraction, judge separation efficiency by overall analysis the spectrogram. **Results** There was a lots of same peak position at Yinhuang medicinal broth and final membrane fraction. Their coefficient correlation was 0.832 7. **Conclusion** After impurity removal and concentration by two kind of membrane, Yinhuang medicinal broth lose a little ingredient, so the selection of membrane system is reasonable.

Key words : Yinhuang medicinal broth; membrane separation; infrared spectral

膜分离技术具有操作简单、分离效率高等优点。为探讨膜分离技术在复方中药制剂中应用的可行性, 前期实验我们以金银花、黄芩合煎液(银黄煎液)为考察对象, 以方中有效成分绿原酸和黄芩苷为指标成分, 采用高效液相色谱法进行含量测定, 以指标成分的转移率表示超滤膜、纳滤膜分离效率, 并以此作为两种膜对银黄煎液除杂、浓缩可行性考察的依据^[1-2]。本实验采用红外光谱分析方法, 对银黄水煎液及其膜分离物的图谱进行比较研究, 从宏观变化上进一步确定组合膜分离的可行性。

基金项目: 国家中医药管理局中医药科学技术研究专项中药研究课题(国中医药科 02-03zp55)

通讯作者: 刘建玲, Tel: 13241974005

1 仪器与试剂

Spectrum GX 傅里叶变换红外光谱仪(Perkin Elmer 公司), DTGS 检测器。自制银黄水煎液、超滤透析液、超滤截留液、纳滤透析液、纳滤截留液。

2 方法与结果

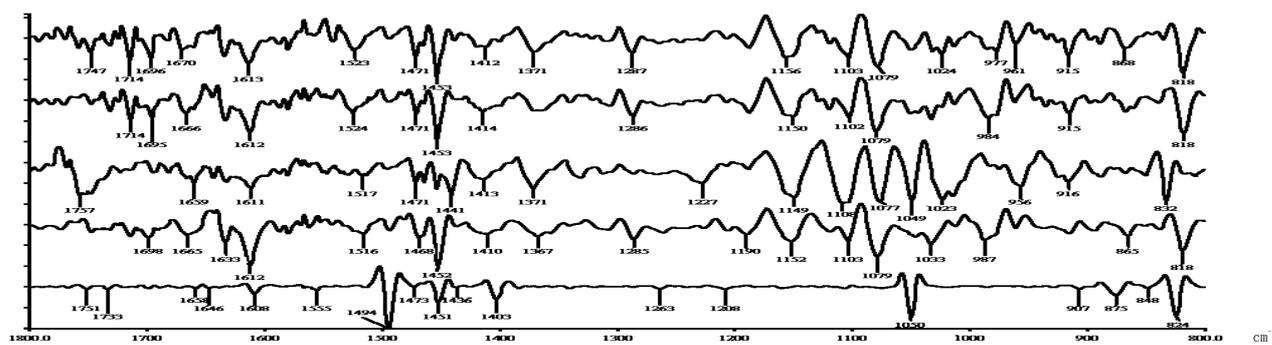
2.1 供试品的制备

银黄煎液、超滤透析液、超滤截留液、纳滤透析液、纳滤截留液均冷冻干燥去除水分^[2]。

2.2 样品测定

取样品 1~2 mg 加入 200 mg 溴化钾, 混合研磨成均匀粉状, 8 GPa 左右的压力 2~5 min 压片。测定范围 4000~400 cm⁻¹, SPD 速度 2 cm/s, 增益为 1, 扫描信号累加 16 次, 分辨率 4 cm⁻¹。

2.3 结果(见图 1、表 1)



注: 1. 银黄煎液; 2. 超滤透析液; 3. 超滤截留液; 4. 纳滤截留液; 5. 纳滤透析液; 波数相差 5 cm⁻¹ 以内算作一个峰位

图 1 供试品红外二阶导数光谱图

表 1 供试品红外二阶导数光谱相关系数表(1800~800 cm⁻¹)

标准品	对照品	相关系数
银黄煎液	超滤透析液	0.900 1
银黄煎液	超滤截留液	0.543 6
银黄煎液	纳滤截留液	0.832 7
银黄煎液	纳滤透析液	0.112 8
超滤透析液	纳滤截留液	0.897 7

3 讨论

红外二阶导数光谱可以提高谱图的分辨率,放大红外谱图中不明显的、微小的差异,能进一步确定相似样品体系中存在的成分差异。如图 1 所示,银黄煎液、超滤透析液、纳滤截留液整体峰形较相似,其余两个差异较大,尤其是纳滤透析液峰形接近溴化钾空白片。银黄煎液有 20 个吸收峰,超滤透析液有 15 个吸收峰,共有峰 13 个峰,相关系数为 0.900 1;纳滤截留液有 18 个吸收峰,与超滤透析液共有峰为 11 个,峰强也相近,相关系数为 0.897 7。较多的共有峰和较高的相关系数说明银黄煎液经过超滤膜除杂后绝大部分成分进到透析液中,而此超滤透析液通过纳滤膜浓缩后绝大部分成分留在截留液中,透析过去的无色透明液体仅有少量成分。超滤截留液图谱与银黄煎液的相关系数仅 0.543 6,因为截留液中主要是植物纤维多糖等大分子杂质,它们在原煎液中含量少以致被其它峰覆盖,而经

过超滤膜后,被截留并占主要组分的植物纤维多糖吸收峰明显显现出来。超滤透析液和截留液在主要归属于 C-O 的伸缩振动和糖环骨架振动的 900~1 200 cm⁻¹ 区域的吸收峰差异明显,表明其含有的多糖类成分不一样。另外,在 1 757 cm⁻¹、1 441 cm⁻¹、1 227 cm⁻¹、832 cm⁻¹ 处超滤截留液有较强的吸收而其它图谱均没有,这些峰代表哪些大分子物质,还有待进一步分析。

银黄煎液经过两个膜处理后得到澄明度较好的浓缩液,所得浓缩液有效成分收率黄芩苷 84.12%,绿原酸 91.30%,处理前后两液红外图谱相关系数 0.832 7,两种分析方法所得数据从不同角度说明两个膜在除杂、浓缩的同时能很大程度保留原液中多数复杂成分而不仅仅是有效成分,符合中药需要多成分协同作用的特点。中药的整体用药性决定了其整体质量评价的必要性,红外指纹图谱能从整体化学成分差异程度的大小来说明提取分离等措施是否合乎要求,红外光谱法在物质宏观推断分析方面比其它分析方法更简便、准确且容易推广。

参考文献:

- [1] 孔焕宇,杨丽平,陈玉武,等.复方中药银黄口服液有效成分膜分离工艺及正交实验研究[J].中国实验方剂学杂志,2006,12(3):1.
- [2] 孔焕宇,杨丽平,陈玉武,等.组合式膜分离对银黄方水煎剂中有效成分分离的研究[J].中国实验方剂学杂志,2006,12(12):13.

(收稿日期:2007-04-11,编辑:华强)

广西市场 5 种中药材销势看好

密陀僧:具有杀虫收敛、祛痰镇惊的功能,主产于广东、湖南、湖北、福建等地。广西市场上密陀僧货源主要来自湖南、广东两产地。2007 年以来,密陀僧在加工时工厂所排出的废气对环境污染大,很多生产厂陆续被关闭,产量不断减少,来货量也逐月趋少,市场上货量紧,常出现供不应求,销势不断加快,价格也连连向上攀高。2007 年 1 月每千克销价还只是 17~18 元,目前已升至 31~32 元,升幅为 77.8%~82.4%。如日后来货量仍下减,预测广西市场上密陀僧的销势还会加快,价格上升可能性还较大。

人参:广西是人参的销区,货源主要来自吉林、辽宁两产地。随着进补人群的逐渐增多,某些规格人参的销量开始增多,销势转快价扬。生晒参近期销量明显增加,销势转快,价上扬,目前销价每千克为 130~140 元,升幅达 30%~33.3%。而一直到货较少的白糖参销势也在加快,其价也升至目前的 62~65 元,升幅为 18.4%~24%。红直参须销量也有所增加,销势开始转快,价也从 70~80 元升至 75~85 元,升幅为 6.3%~7.1%。业内人士分析认为:随着进补人群的不断增多,各个规格等级的人参的销量也会增多,人参在广西市场上的销势仍会不断看好,价格上升尚有一定空间。

草果:主产于广西、云南两省区,每年通过边境贸易进口数百吨进入广西市场,销往各地。自 2007 年 7 月产新前商家抛售出库存,接着 2007 年 8 月新货添市,曾使广西市场的草果销势放慢,价格从 2007 年 6 月前每千克 48~49 元跌至 37~40

元。进入 2007 年 9 月以后销势才出现好转,价格也缓慢回升,目前销价为 42.5~44 元。据产地群众反映,2007 年草果产量与 2006 年基本持平,而目前生产食用调料厂家开始入市吸纳生产所需的草果原料,市上销量在不断增加,到 2008 年春节前的这段时间内正是草果用季,销量还在增加,销势仍不断加快,价格仍会继续上扬。

千年健:为进口中药材,每年通过边境贸易或口岸进口,有数百吨进入到广西市场,再销往各地。2007 年 1~9 月上旬,广西边贸市场千年健的来货量较多,市上销势也较为平稳,价格每千克稳定在 5~5.5 元之间。但自 2007 年 9 月下旬以来,进入边贸市场有所减少。据边贸商家反映,约减少 2 成以上。因此,2007 年 10 月起边贸市场的销势便出现加快,价格也不断上扬,目前销价已升至 6.6~7 元。今后千年健在边贸市场销势是否加快,还得看进入边贸市场货量多少才能定夺。

冬瓜仁:2007 年 1~9 月广西市场上冬瓜仁的销势较为平稳,价格也稳定在 10~11 元之间,进入 10 月份销势转快,价格上扬,目前销价为 12.5~13 元。近期广西市场冬瓜仁之所以销快价扬,据了解,一是 2007 年广西种植的冬瓜,因产地降雨量多,天气变化较大,高温闷热、相对湿度大经常出现,冬瓜病害严重,未成熟的冬瓜因染病而腐烂,因此,冬瓜仁减产,据商家反映,上市量约比上年同期减少约 2 成左右。二是进入 10 月份生产止咳化痰类的中成药厂家入市吸纳冬瓜仁作生产原料用,市上销量增加。由于上述两方面原因而使广西市场上的冬瓜仁销势加快,价格上扬。

(陆善旦)