

- [13] LIU B L, DAI Y Y, TANG N, et al. Anti-inflammatory activity of chloroform extract of *Evodia rutaecarpa* on experimental colitis in mice [J]. *Pharmacol Clin Chin Mater Med(中药药理与临床)*, 2003, 19(6): 16-19.
- [14] LI J, XIE T, CHAI J B, et al. The influence of Dahuang Huanglian Xiexin decoction and Lizhong pills on NT contents in serum on gastric ulcer model induced by pylorus ligation or smearing acetic acid combined with cold or heat syndrome rats [J]. *J Chin Med Pharmacol(中医药学报)*, 2011, 39(1): 38-41.
- [15] JIANG Y H, WANG J, CAO M M, et al. Overview research on *Fructus Aurantii* [J]. *Chin J Med Guide(中国医药导刊)*, 2008, 10(8): 1238-1240.
- [16] DAI G H, TONG Y L, ZHANG C L, et al. Effect of Weilejian on pathology in gastric of rats with *Helicobacter pylori* associated chronic atrophic gastritis [J]. *Chin Arch Tradit Chin Med(中华中医药学刊)*, 2012, 30(3): 551-553.

收稿日期: 2012-03-05

## HPLC-DAD 测定虎杖中八种成分含量及指纹图谱研究

袁萍, 高俊飞, 袁晓<sup>\*</sup>(中国科学院武汉植物园, 武汉 430074)

**摘要:** 目的 利用 HPLC-DAD 对不同产地的虎杖药材进行分析, 建立药材鉴别和质量控制方法。方法 采用 YMC C<sub>18</sub>(4.6 mm×250 mm, 5 μm)柱, 流动相为乙腈-0.2%磷酸水; 梯度洗脱, 检测波长为 280 nm; 流速为 1.0 mL·min<sup>-1</sup>; 柱温为 25 ℃。对 5 批虎杖药材进行分析, 测定了 8 种成分的含量, 并建立虎杖药材的指纹图谱。结果 8 种成分的含量测定方法有良好的精密度、重现性、稳定性。建立的指纹图谱各批次药材均有 17 个共有峰, 相似度范围为 0.915~0.973。结论 综合指标成分定量测定及化学指纹图谱分析方法能较全面地表征不同产地虎杖的内在成分差异, 可为虎杖质量控制提供参考。

**关键词:** 虎杖; 指纹图谱; 高效液相色谱法; 二极管阵列检测器

中图分类号: R284.1

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2013)01-0020-05

## Content Determination of Eight Components and Fingerprint Chromatograms of *Polygoni Cuspidati Rhizoma Et Radix* by HPLC-DAD

YUAN Ping, GAO Junfei, YUAN Xiao<sup>\*</sup>(Wuhan Botanic Garden, Chinese Academy of Sciences, Wuhan 430074, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE** To analyse *Polygoni Cuspidati Rhizoma et Radix* from different areas by HPLC-DAD, and to establish the method for identification and quality control of it. **METHODS** YMC-C<sub>18</sub> column (4.6 mm×250 mm, 5 μm) was used. Analysis was performed on condition of gradient elution solvents of acetonitrile and 0.2% phosphoric acid. The flow rate was 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, detecting wavelength was 280 nm and column temperature was 25 ℃. Eight components of five batches of *Polygoni Cuspidati Rhizoma et Radix* were determined, and the fingerprint chromatogram of it was established. **RESULTS** The method of content determination was desirable precision, reproducibility, and stability. Seventeen common peaks were established from specimens, the similarity of samples was 0.915–0.973. **CONCLUSION** This method indicates the difference of the chemical component in *Polygoni Cuspidati Rhizoma et Radix* from various habitats in China, and can be used for quality control.

**KEY WORDS:** *Polygoni Cuspidati Rhizoma et Radix*; fingerprint chromatogram; HPLC; DAD

虎杖(*Polygoni Cuspidati Rhizoma et Radix*)的干燥根茎中含游离蒽醌及蒽醌苷, 主要有大黄素(emodin)、大黄酚(chrysophanol)、大黄素甲醚(rheochrysinidin)等, 还含有白藜芦醇苷类化合物, 如白藜芦醇(resveratrol)和白藜芦醇苷(resveratrol-3-O-β-D-glucoside), 此外还含有原儿茶酸、右旋儿茶精、葡萄糖、多糖以及黄酮类成分等<sup>[1-3]</sup>。其

中, 蒽醌类是虎杖的主要活性成分, 具有抗菌消炎、活血、泄下等作用。

色谱指纹图谱能全面的反映整体化学特征, 体现其内在的整体质量, 适合虎杖这种活性成分多的药材的质量控制, 对虎杖药材进行指纹图谱分析有利于准确科学的控制虎杖的质量, 规范市场上药材的质量<sup>[4-6]</sup>。

基金项目: 国家科技部科技基础性工作专项(2008FY230400)

作者简介: 袁萍, 女, 高级工程师 Tel: 15327141862 E-mail: yuanping@wbgcas.cn \*通信作者: 袁晓, 男, 博士, 副研究员 Tel: (027)87510126 E-mail: yuanxiaomail@yahoo.com.cn

本实验以不同产地虎杖为建模对象，建立梯度洗脱法对虎杖药材进行指纹图谱研究，制备虎杖的标准指纹图谱模型，并充分考虑分析仪器的规范性、重现性及研究方法的代表性。本实验建立了不同品种虎杖药材的标准图谱库和数据库，为全面控制药用虎杖质量提供科学依据<sup>[7]</sup>。

## 1 仪器及材料

### 1.1 仪器与试剂

L-2000型高压液相色谱(日本日立公司)；万分之一电子分析天平(上海奥豪斯仪器有限责任公司)；JK5200DB型数控(合肥金尼克超声仪器有限公司-频率：59 kHz)；微型植物试样粉碎机(河北黄液市中兴仪器有限公司)。乙腈(色谱纯，美国TEDIA公司)，水为双重蒸馏水，其余试剂均为分析纯。

### 1.2 生药样品

虎杖药材共5批，分别于2010年从山东鲁中地区、河南伏牛山、安徽安庆、四川雅安、陕西秦岭收集或采集，依次命名为S1，S2，S3，S4，S5，由中科院武汉植物园吴金清研究员鉴定为蓼科植物虎杖(*Polygonum cuspidatum Sieb. et Zucc.*)的干燥根茎。8个对照品由本实验室从陕西秦岭产的药材中，经乙醇提取浸膏后，再经硅胶柱层析和C<sub>18</sub>柱分离得到单体，经核磁共振和红外、质谱确定其化学结构为白藜芦醇苷、大黄素-1-O-β-D-葡萄糖苷、白藜芦醇、大黄素8-O-β-D-葡萄糖苷、大黄素甲醚-8-O-β-D-葡萄糖苷、2-甲氧基-6-乙酰基-7-甲基胡桃醌、大黄素、大黄素甲醚<sup>[8]</sup>，经液相色谱测定其纯度均>98%，对照品的高效液相色谱见图1。

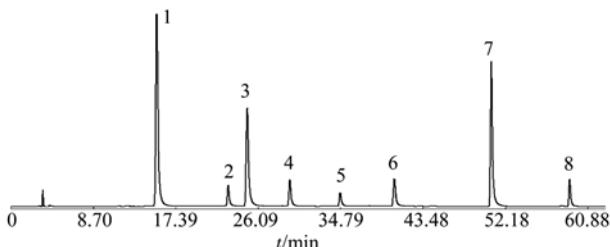


图1 对照品的高效液相色谱图

1-白藜芦醇苷；2-大黄素-1-O-β-D-葡萄糖苷；3-白藜芦醇；4-大黄素8-O-β-D-葡萄糖苷；5-大黄素甲醚-8-O-β-D-葡萄糖苷；6-2-甲氧基-6-乙酰基-7-甲基胡桃醌；7-大黄素；8-大黄素甲醚

Fig 1 HPLC chromatogram of 8 reference substance of *Polygonum cuspidatum*

1-polydatin; 2-emodin 1-O-β-D-glucoside; 3-resveratrol; 4-emodin-8-O-β-D-glucoside; 5-physcion-8-O-β-D-glucoside; 6-2-methoxy-6-acetyl-7-methyl juglone; 7-emodin; 8-physcion

## 2 方法与结果

### 2.1 色谱条件

YMC-C<sub>18</sub>(250 mm×4.6 mm, 5 μm)色谱柱；流动相A：乙腈，流动相B：0.2%磷酸水，梯度洗脱程序：0~30 min, A 15%→35%，30~50 min, A 35%→65%，50~60 min, A 65%→90%。柱温25℃；流速为1 mL·min<sup>-1</sup>；检测波长280 nm；进样量为10 μL。

### 2.2 溶液的制备

**2.2.1 对照品溶液的制备** 精密称取白藜芦醇苷、大黄素-1-O-β-D-葡萄糖苷、白藜芦醇、大黄素8-O-β-D-葡萄糖苷、大黄素甲醚-8-O-β-D-葡萄糖苷、2-甲氧基-6-乙酰基-7-甲基胡桃醌、大黄素、大黄素甲醚对照品适量，分别置10 mL量瓶中，加甲醇溶液溶解稀释，配制成浓度分别为：1.00, 0.20, 0.11, 0.19, 0.17, 0.072, 0.088, 0.098 mg·mL<sup>-1</sup>。

**2.2.2 供试品溶液的制备** 取虎杖药材粉末(过60目)约1 g，精密称定，置于50 mL量瓶中，加30 mL甲醇，称重，超声提取30 min，放冷，补足减失的重量，摇匀，经0.45 μm微孔滤膜滤过，取续滤液，即得<sup>[9]</sup>。

### 2.3 指纹图谱的方法学研究

**2.3.1 线性关系的考察** 分别精密吸取对照品溶液1, 2, 5, 7, 10 μL进样，以各成分峰面积平均值为纵坐标，进样量(μg)为横坐标，进行回归计算，得其线性方程和相关系数见表1。

**2.3.2 精密度试验** 取同一份供试液，连续进样6次，以白藜芦醇苷为内参比峰，考察各色谱峰的相对保留时间和相对峰面积的一致性。结果各色谱峰相对保留时间的RSD为0.21%~2.12%，相对峰面积的RSD为0.23~2.53%，表明精密度良好。

**2.3.3 重复性试验** 取安徽产地样品6份，精密称定，按“2.2.2”项下平行制备6份供试品溶液，进样测定，以白藜芦醇苷为内参比峰，各共有峰的相对保留时间和相对峰面积的RSD分别为1.2%~2.15%，表明该方法重复性良好。

**2.3.4 稳定性试验** 取同一虎杖药材，按“2.2.2”项下平行制备供试品溶液，室温放置，分别于0, 2, 4, 6, 12, 24 h进样，以白藜芦醇苷为内参比峰，考察各色谱峰的相对保留时间和相对峰面积的一致性，各色谱峰相对保留时间的RSD为0.51%~2.41%，相对峰面积的RSD为0.96%~1.96%。

表 1 虎杖 8 个化学成分线性关系考察

Tab 1 Linear ranges of 8 chemical components in Polygoni Cuspidati Rhizoma et Radix

成 分	线性方程	相关系数( <i>r</i> )	线性范围/ $\mu\text{g}$
白藜芦醇苷	$Y=6.83\times10^8X+2.75\times10^5$	0.999 9	1.0~10.0
大黄素-1- <i>O</i> - $\beta$ -D-葡萄糖苷	$Y=1.20\times10^6X-5.13\times10^4$	0.999 9	0.20~2.0
白藜芦醇	$Y=2.90\times10^9X+4.80\times10^4$	0.999 9	0.11~1.1
大黄素-8- <i>O</i> - $\beta$ -D-葡萄糖苷	$Y=6.38\times10^8X-1.97\times10^4$	0.999 9	0.19~1.90
大黄素甲醚-8- <i>O</i> - $\beta$ -D-葡萄糖苷	$Y=1.76\times10^8X+2.10\times10^4$	0.996 7	0.17~1.70
2-甲氧基-6-乙酰基-7-甲基胡桃醌	$Y=1.12\times10^6X-1.37\times10^4$	0.999 7	0.072~0.72
大黄素	$Y=1.37\times10^9X-2.62\times10^4$	0.999 8	0.088~0.88
大黄素甲醚	$Y=1.08\times10^9X-2.44\times10^4$	0.999 8	0.098~0.98

**2.3.5 加样回收率试验** 取虎杖药材粉末约 1 g, 精密称定, 置 50 mL 量瓶中, 依次加入精密称定后的对照品白藜芦醇苷 20 mg, 大黄素-1-*O*- $\beta$ -D-葡萄糖苷 10 mg, 白藜芦醇 25 mg, 大黄素-8-*O*- $\beta$ -D-葡萄糖苷 8 mg, 大黄素甲醚-8-*O*- $\beta$ -D-葡萄糖苷 11 mg, 2-甲氧基-6-乙酰基-7-甲基胡桃醌 7 mg, 大黄素 15 mg, 大黄素甲醚 24 mg, 再加入甲醇 30 mL, 超声处理 30 min, 取出放冷, 补加甲醇至刻度, 摆匀, 经 0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜滤过, 取滤液即得。平行制备 6 份供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件进行分析, 按外标法计算以上 8 个化合物成分的回收率, 回收率平均值分别为 99.0%, 99.5%, 99.4%, 101.2%, 100.5%, 100.9%, 99.1%, 100.1%, RSD 分别为 0.3%, 0.2%, 0.1%, 0.5%, 0.8%, 0.9%, 0.4%, 1.0%<sup>[10]</sup>。

#### 2.4 指纹图谱的建立及含量测定

表 2 5 批虎杖药材中 8 种成分的含量测定

Tab 2 Determination result of 8 components from 5 batches of Polygoni Cuspidati Rhizoma et Radix

成 分	S1	S2	S3	S4	S5	范围
白藜芦醇苷/%	1.2	0.81	0.77	1.1	1.7	0.77~1.7
大黄素-1- <i>O</i> - $\beta$ -D-葡萄糖苷/%	0.21	0.12	0.06	0.13	0.12	0.06~0.21
白藜芦醇/%	0.233	0.177	0.33	0.20	0.19	0.177~0.30
大黄素-8- <i>O</i> - $\beta$ -D-葡萄糖苷/%	1.00	0.49	0.41	0.66	1.02	0.41~1.02
大黄素甲醚-8- <i>O</i> - $\beta$ -D-葡萄糖苷/%	0.64	0.25	0.57	0.52	0.77	0.25~0.77
2-甲氧基-6-乙酰基-7-甲基胡桃醌/%	0.020	0.022	0.044	0.048	0.046	0.020~0.048
大黄素/%	0.110	0.266	0.439	0.407	0.195	0.110~0.439
大黄素甲醚/%	0.015	0.039	0.032	0.075	0.032	0.015~0.075

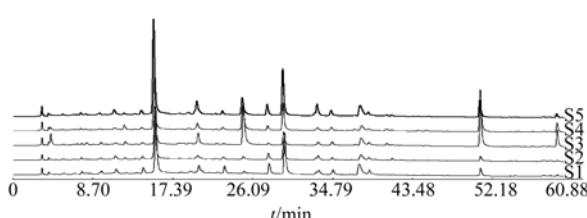


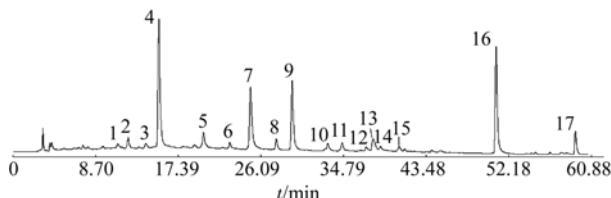
图 2 5 批次虎杖的 HPLC 指纹图谱

Fig 2 HPLC fingerprint of 5 batches of Polygoni Cuspidati Rhizoma et Radix

精密称取不同来源的药材粉末各 1.00 g, 按“2.2.2”项下方法配制成溶液, 按“2.1”项下色谱条件进行测定, 确定了 8 个含蒽醌成分的色谱峰, 其中 4 号峰为白藜芦醇苷, 6 号峰为大黄素-1-*O*- $\beta$ -D-葡萄糖苷, 7 号峰为白藜芦醇, 9 号峰为大黄素-8-*O*- $\beta$ -D-葡萄糖苷, 11 号峰为大黄素甲醚-8-*O*- $\beta$ -D-葡萄糖苷, 15 号峰为 2-甲氧基-6-乙酰基-7-甲基胡桃醌, 16 号峰为大黄素, 17 号峰为大黄素甲醚。5 批不同产地虎杖的 8 个蒽醌含量测定结果见表 2。通过 5 批次供试品溶液测定结果所给出的色谱峰数、峰面积和保留时间等相关参数进行分析、比较, 制定优化的指纹图谱, 获得 22 个色谱峰, 其中有 17 个共有特征峰, 可作为判别虎杖质量的群体特征峰, 结果见图 2。5 不同产地虎杖的 HPLC 指纹图谱共有模式样品指纹图谱见图 3<sup>[11~12]</sup>。

#### 2.5 共有峰的相对保留时间及相对峰面积

将各色谱峰保留时间与同一图谱中白藜芦醇苷的保留时间比较, 其比值为各色谱峰的相对保留时间。将各色谱峰峰面积与同一图谱白藜芦醇苷的峰面积比较, 其比值为各色谱峰的相对峰面积, 5 批样品中各共有峰相对保留时间比值见表 3, 各共有峰相对峰面积见表 4。



**图 3** 5 批不同产地虎杖甲醇提取物的 HPLC 指纹图谱共有模式(4号峰白藜芦醇苷为参比峰)

4-白藜芦醇苷; 6-大黄素-1-O- $\beta$ -D-葡萄糖苷; 7-白藜芦醇; 9-大黄素-8-O- $\beta$ -D-葡萄糖苷; 11-大黄素甲醚-8-O- $\beta$ -D-葡萄糖苷; 15-2-甲氧基-6-乙酰基-7-甲基胡桃醌; 16-大黄素; 17-大黄素甲醚

**Fig 3** The common HPLC fingerprint for methanol extracts of 5 batches of *Polygoni Cuspidati Rhizoma et Radix* (resveratrol-3-O- $\beta$ -D-glucoside as reference is represented by peak 4)

4-polydatin; 6-emodin 1-O- $\beta$ -D-glucoside; 7-resveratrol; 9-emodin-8-O- $\beta$ -D-glucoside; 11-phycion-8-O- $\beta$ -D-glucoside; 15-2-methoxy-6-acetyl-7-methyl Juglone; 16-emodin; 17-phycion

**表 3** 5 批虎杖药材各峰相对保留时间

**Tab 3** Relative retention time of common peaks from 5 batches of *Polygoni Cuspidati Rhizoma et Radix*

峰号	各批样品相对保留时间					RSD/%
	S1	S2	S3	S4	S5	
1	0.722	0.722	0.721	0.718	0.720	0.214
2	0.774	0.791	0.790	0.789	0.789	0.926
3	0.866	0.866	0.865	0.863	0.864	0.157
4	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.024
5	1.303	1.304	1.303	1.306	1.308	0.166
6	1.432	1.484	1.483	1.486	1.489	1.612
7	1.621	1.626	1.623	1.628	1.631	0.253
8	1.796	1.802	1.799	1.805	1.808	0.265
9	1.905	1.910	1.906	1.914	1.919	0.302
10	2.143	2.153	2.149	2.158	2.162	0.354
11	2.242	2.252	2.247	2.256	2.262	0.350
12	2.401	2.389	2.410	2.421	2.426	0.630
13	2.426	2.454	2.451	2.469	2.469	0.714
14	2.498	2.512	2.506	2.519	2.525	0.423
15	2.623	2.640	2.633	2.648	2.653	0.446
16	3.277	3.300	3.292	3.311	3.319	0.502
17	3.814	3.841	3.832	3.855	3.866	0.526

## 2.6 相似度计算

根据 5 批次供试品图谱中各共有指纹的相对峰面积, 计算平均比值。以每一批的峰面积对平均值计算相关系数和夹角余弦的值。不同产地虎杖指纹图谱数据导入中药指纹图谱相似度软件 2004A, 计算均值相似度, 5 批虎杖药材相似度分别为 0.915, 0.932, 0.926, 0.973, 0.948。均在 0.90 以上, 表明所建立的指纹图谱的技术指标稳定、重复性较好。

**表 4** 5 批虎杖药材各峰相对峰面积

**Tab 4** Relative areas of common peaks from 5 batches of *Polygoni Cuspidati Rhizoma et Radix*

峰号	各批样品相对峰面积					平均值
	S1	S2	S3	S4	S5	
1	0.101	0.122	0.136	0.058	0.100	0.103
2	0.014	0.087	0.143	0.131	0.062	0.087
3	0.053	0.067	0.069	0.055	0.053	0.059
4	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
5	0.317	0.137	0.450	0.313	0.347	0.313
6	0.072	0.205	0.102	0.172	0.131	0.136
7	0.080	0.273	1.213	0.527	0.312	0.481
8	0.222	0.222	0.028	0.126	0.170	0.153
9	0.721	0.514	0.454	0.509	0.515	0.543
10	0.054	0.149	0.140	0.093	0.148	0.117
11	0.153	0.088	0.195	0.135	0.128	0.140
12	0.011	0.051	0.058	0.056	0.026	0.040
13	0.257	0.204	0.255	0.121	0.179	0.203
14	0.394	0.112	0.208	0.120	0.116	0.190
15	0.003	0.040	0.083	0.062	0.039	0.045
16	0.131	0.118	0.814	0.527	0.164	0.351
17	0.018	0.017	0.246	0.098	0.027	0.081

## 3 讨论

在乙腈-0.2%磷酸水和甲醇-水 2 个溶剂系统中, 做了流动相比较试验, 结果表明, 当采用甲醇-水时, 基线不平, 出峰少。改为乙腈-0.2%磷酸水梯度洗脱, 基线较平稳, 分离度好, 出峰多, 不拖尾, 耗时短, 峰形对称性好。因此, 乙腈-0.2%磷酸水作为流动相。

检测波长经对 DAD 检测器检测三维图谱分析, 波长为 280 nm 各成分均有较强的吸收, 而且图谱的峰型良好。

本实验在中药色谱指纹图谱相似度评价系统的辅助下, 得出了虎杖药材的 HPLC 色谱指纹图谱的对照指纹图谱, 为虎杖药材提供了质量监控手段。比较 5 批虎杖样品指纹图谱, 可见收集来的不同产地虎杖指纹图谱中主要峰群的整体图貌基本一致。相似度计算结果表明, 5 批样品指纹图谱相似度均在 0.9 以上。其中 4 号峰白藜芦醇苷分离度良好, 峰面积稳定, 故选择其作为参照峰。药材生产过程中会受到土壤、气候等环境因素及采收加工过程中多种因素的影响, 因而, 不同产地样品中各成分含量的相对比值有所差别。通过量化比较可以为选购原料药材及指导 GAP 提供质量信息。本实验将指纹图谱与含量测定同时进行, 使虎杖药材中的蒽醌类化合物的数据能够直观清

晰的展现出来，为全面控制药用虎杖质量提供了实验依据。

## REFERENCES

- [1] WU X C, LU Y. HPLC analysis of the main anthraquinones in *Polygonum cuspidatum* [J]. Chine Arch Radit Chin Med(中医药学刊), 2005, 23(9): 1644-1645.
- [2] LI D, LU T F, ZHANG C Z. Extraction and separation of the active ingredients in *Polygonum cuspidatum* [J]. J Dalian Ins Light Indust(大连轻工业学院学报), 2005, 24(3): 189-191.
- [3] XIONG Q P, ZHANG Q H, SHI Y Y. Study on pilot tests in multi-stage countercurrent extraction of resveratrol from *Polygonum cuspidatum* [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2010, 27(10): 901-905.
- [4] HU Y. Research progress of quality and pharmacology of Rhizoma Polygoni Cuspidati [J]. Sichuan J Physiol Sci(四川生理科学杂志), 2008, 30 (1): 22-24.
- [5] ZHANG M C, PEN X B, MIAO X H. Study of chromatographic fingerprint of *Polygonum* herbs[J]. Chin J Exp Tradit Med Form(中国实验方剂学杂志), 2011, 17(1): 53-55.
- [6] ZHAO X S, WEI J H, GAN B C, et al. Study on the GC fingerprint of volatile oil of *Dalbergia odorifera* [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2011, 28(11): 995-999.
- [7] MA Y T, WAN D G, SONG L K. HPLC fingerprint of Rhizoma Polygoni Cuspidate [J]. China J Chin Mater Med(中国中药杂志), 2006, 31(12): 973-974.
- [8] LI Y X , WANG L, TANG S M. Study on chromatography fingerprint of *Polygonum cuspidate* by HPLC [J]. Chin J Exp Tradit Med Form(中国实验方剂学杂志), 2010, 16(5): 78-80.
- [9] GONG Y L, WANG H B, JIN H. The effective ingredients and anti-bacterial activity comparison of *Polygonum cuspidatum* from different places [J]. J Qingdao Univ Sci Technol(青岛科技大学学报), 2008, 29(3): 204-205.
- [10] CHEN H G, ZHAO H B, ZHAO C. HPLC fingerprint analysis of the extract from *Polygonum cuspidatum* and associated pharmacodynamics [J]. China Pharm(中国药房), 2010, 21(19): 1775-1776.
- [11] LEI H M, BI W, LI Q. Study on chromatography fingerprint of *Polygonum cuspidate* [J]. Chin Tradit Herb Drugs(中草药), 2006, 37(7): 1084-1086.
- [12] LI M, LOU Y C, YANG H. Study of fingerprint chromatogram of *Polygonum cuspidate* by HPLC [J]. J Wuhan Botanic Res(武汉植物学研究), 2009, 27(4): 446-450.

收稿日期: 2012-02-28

## 凹凸棒黏土对甜叶菊水提液吸附絮凝作用研究

吴洁, 熊清平, 石莹莹, 袁雪莉(江苏省凹土资源利用重点实验室, 淮阴工学院生命科学与化学工程学院, 江苏 淮安 223003)

**摘要:** 目的 研究凹凸棒黏土(凹土)对甜叶菊水提液的吸附絮凝作用。方法 采用单因素和正交实验, 考察了吸附絮凝温度、水提液 pH 值、凹土加入量以及水提液浓度对吸附絮凝效果的影响。结果 凹土吸附絮凝法的最佳吸附条件为在 pH 8 的 30 mL 甜叶菊水提液中加入 0.4 g 凹土于 60 °C 时所得澄清效果最佳, 凹土吸附絮凝法对水提液中菜鲍迪 A 苷( $R_A$  苷)保留率和固体物保留率分别为 92.2% 和 70.5%, 明显优于化学絮凝法的 62.6%, 57.3%。结论 凹土可以作为一种新型吸附絮凝剂应用于中药提取液的分离纯化。

**关键词:** 凹凸棒黏土; 甜叶菊; 水提液; 吸附絮凝

中图分类号: R284 文献标志码: B 文章编号: 1007-7693(2013)01-0024-05

## Adsorption and Flocculation Effect of Attapulgite on Water Extract of Stevia Leaves

WU Jie, XIONG Qingping, SHI Yingying, YUAN Xueli(Key Laboratory for Palygorskite Science and Applied Technology of Jiangsu Province, Department of Life Science and Chemical Engineering, Huaiyin Institute of Technology, Huaian 223003, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE** To study the adsorption and flocculation effect of attapulgite(ATP) on water extract of stevia leaves. **METHODS** The factors influencing adsorptive and flocculate properties of ATP such as the temperature, pH value, the concentration of the water extract of stevia leaves and the amount of ATP addition were investigated by single factor experiment and orthogonal experiment. **RESULTS** The optimum condition obtained were 60 °C temperature and pH 8, respectively, and the addition of ATP was 0.4 g for 30 mL water extract. The adsorption method of ATP showed the higher retention rate of rebaudioside A (92.2%) and solids (70.5%) than the chemical ones (62.6% and 57.3%, respectively). **CONCLUSION** ATP can

基金项目: 淮安市“533 英才工程”资助项目(141); 江苏省高等学校大学生实践创新训练计划项目(12040)

作者简介: 吴洁, 女, 硕士, 教授 Tel: (0517)83559056 E-mail: wujie1760@126.com