

## PDA-ELSD 触发的制备液相系统对草药全组分馏分收集

No. L585

K. Nakajima

### 用户获益

- ◆ 可进行全组分馏分收集，不丢失无紫外吸收组分。
- ◆ 图形用户操作界面使馏分收集设置简单、高效。
- ◆ 由于两种模式（分析 / 制备）使用同一软件控制，因此可实现分析型液相条件向制备纯化型液相条件的平稳转化。

### 引言

制备液相色谱法是一种从混合物中纯化目标化合物的方法。紫外检测器（UV）或光电二极管阵列检测器（PDA）是制备液相色谱仪的常用检测器。但常规检测器（如 UV/PDA）无法检测无紫外吸收的化合物，因此在制备纯化过程中，难免会导致组分流失。

本文介绍了一种新的 PDA-ELSD 触发的制备液相色谱系统，在 PDA 的基础上增加了蒸发光散射检测器（ELSD），可对有紫外吸收和无紫外吸收的化合物进行全面的馏分收集。

### 通过 ELSD 引导进行制备纯化的优点

普通制备液相色谱仪中使用的检测器如紫外检测器（通用性好）以及光电二极管阵列检测器（PDA），能够同时进行多个波长的测定。然而，这些检测器无法检测无紫外吸收的化合物。示差折射率（RI）检测器是一种已知的不依赖紫外光度的通用型检测器，但由于无法进行梯度洗脱，因此不适用于多种化合物的同时收集。

蒸发光散射检测器（ELSD）可在流动相雾化和蒸发后测定目标化合物粒子的散射光。只要目标化合物未随溶剂挥发，无论其分子结构如何，都能被检测到。因此，将 ELSD 与制备 LC 相结合，可以轻松实现对一些无紫外吸收化合物的收集。

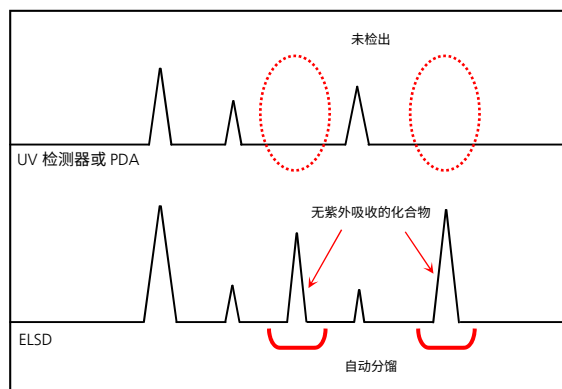


图1 通过 ELSD 全面制备纯化

### PDA-ELSD 触发的制备液相色谱法概述

图 2 为 PDA-ELSD 触发的制备液相系统流程图。该系统配备了一个分流通道，可通过 PDA 将大部分洗脱组分从制备柱分流到馏分收集器，剩余的一小部分分流到 ELSD，用于监测洗脱行为，以发送触发信号（注入的化合物在 ELSD 后不能回收，因为流动相被雾化蒸发）。因此，绝大多数目标洗脱物可被收集。

岛津 Nexera™ 制备液相色谱仪使用 LabSolutions™ 工作站进行控制，该工作站也可控制分析型液相色谱。利用该软件，可通过图形用户界面（GUI）进行模拟馏分收集，使馏分收集过程简便、高效。图 3 显示了根据实际 PDA 和 ELSD 色谱图，对目标峰进行自动馏分收集设置的过程。

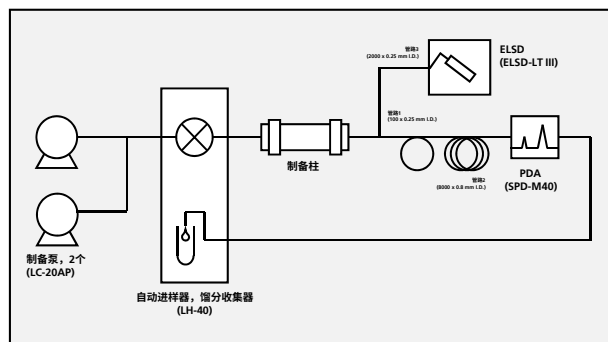


图2 PDA-ELSD 触发的制备液相色谱的流程

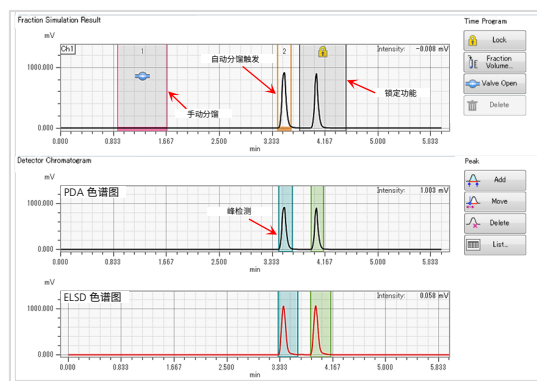


图3 LabSolutions 目标峰自动馏分收集模拟图示

## ■ 草药黄芩提取物馏分收集参数的优化

草药，一般是天然药物的泛指。大多数草药未经纯化就被使用，其含有许多药用活性成分。这些化合物的纯化和鉴定对于寻找未知药理活性化合物具有重要意义。本实验采用液相色谱法对具抗菌活性草药黄芩中的化合物的收集条件进行了优化。

图 4 显示了黄芩粉末样品的前处理方案。表 1 显示了优化后的分析条件，图 5 显示了分析结果：可在 15 分钟内分离和洗脱样品中所含的各种化合物。

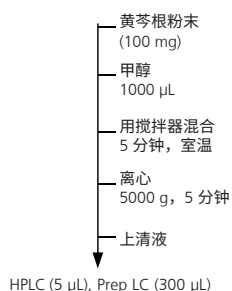


图 4 样品前处理

表 1 分析色谱条件

色谱柱	: Shim-pack™ PREP-ODS (H) 色谱柱套装*1 (250 mm × 4.6 mm 内径, 5 μm)
流动相	: A: 水 (含 0.1% (v/v) 甲酸) B: 乙腈 / 四氢呋喃 (1/1, v/v)
流速	: 1 mL/min
时间程序	: B 浓度 25% (0-5 min) → 100% (10-15 min) → 20% (15.01-20 min)
柱温	: 常温
进样量	: 5 μL
检测器	: PDA; 250 nm ELSD; 漂移管 = 40 C, 增益 = 宽, 滤波 = 2 秒

\*1 S/N: 228-17881-91

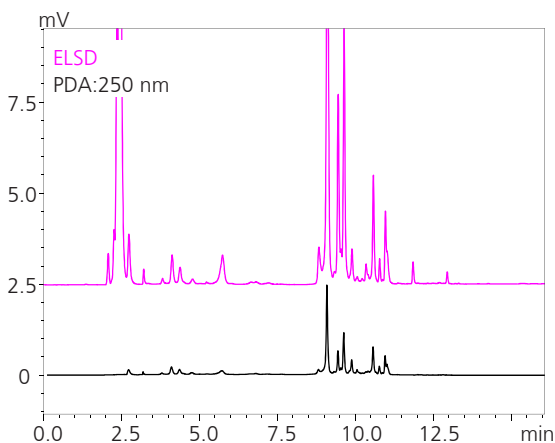


图 5 黄芩提取物分析色谱图

## ■ 黄芩提取物全组分馏分收集

利用该系统，可在相应分析方法的基础上建立制备液相色谱方法，既将分析液相色谱优化的分析条件升级至 PDA-ELSD 触发的制备液相色谱条件。PREP-ODS (H) 色谱柱套装保证了仅需通过改变流速，即可完成从分析条件到制备条件的简便升级，这是缘于该套装包含相同生产批次、相同填料的分析柱和制备柱。

表 2 显示了实验中使用的制备条件，图 6 显示了馏分收集色谱图。利用自动馏分收集功能，可对无紫外吸收的如糖类、植物甾醇、以及黄芩苷（黄芩中的主要活性成分）进行收集。

表 2 制备色谱条件

色谱柱	: Shim-pack™ PREP-ODS (H) 色谱柱*2 内径 250 mm × 20 mm, 5 μm
流动相	: A: 水 (含 0.1% (v/v) 甲酸) B: 乙腈 / 四氢呋喃 = 1:1
流速	: 20 mL/min
时间程序	: B 浓度 25% (0-5 min) → 100% (10-15 min) → 20% (15.01-20 min)
柱温	: 常温
进样量	: 300 μL
检测器	: PDA; 250 nm (制备单元) ELSD; 漂移管 = 40 C, 增益 = 3, 滤波 = 3 秒

\*2 S/N: 228-17881-91

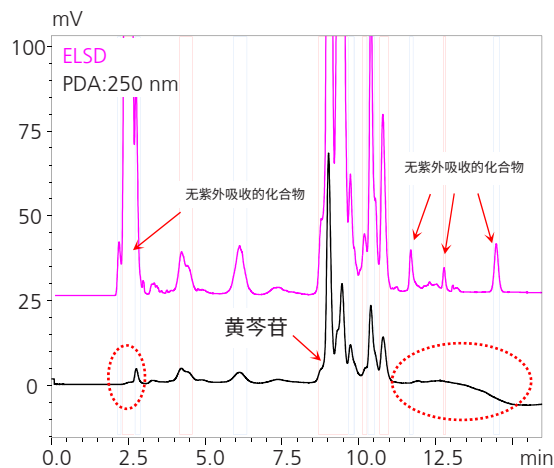


图 6 黄芩提取物组分收集

## ■ 结论

本文介绍了同时利用分析液相和 PDA-ELSD 触发的制备液相对黄芩中全组分进行馏分收集的方法。以草药为代表的天然产物，其含有多种尚未纯化和鉴定的具有药理活性的未知成分。通过建立优化的分析液相色谱条件及使用 ELSD 进行馏分收集，该系统将非常适用于难以纯化未知化合物的发现及后续评价。

岛津应用云



Nexera、LabSolutions 和 Shim-pack 是岛津制作所在日本和 / 或其他国家的商标。



岛津企业管理（中国）有限公司  
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话：800-810-0439  
400-650-0439

免责声明：

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；  
\* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。  
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2021 年 3 月