

## 雷丸中 16 种氨基酸的柱前衍生化 RP-HPLC 法含量测定\*

郑灏<sup>2</sup> 程显隆<sup>1</sup> 魏锋<sup>1</sup> 肖新月<sup>1\*\*</sup> 林玉莲<sup>2</sup>

(1. 中国药品生物制品检定所, 北京 100050; 2. 江苏省盐城药品检验所, 盐城 224002)

**摘要** 目的: 测定雷丸中 16 种氨基酸的含量。方法: 样品以  $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  盐酸于  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  水解 1 h, 以异硫氰酸苯酯(PITC) 为衍生化试剂衍生后进行 HPLC 分析。采用 Phenomenex Luna  $\text{C}_{18}$  (250 mm  $\times$  4.6 mm  $5 \mu\text{m}$ ) 色谱柱, 柱温为  $43 \text{ }^\circ\text{C}$ ; 流动相 A 为  $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  醋酸钠缓冲液(以醋酸调 pH 6.5) - 乙腈(93:7), 流动相 B 为乙腈 - 水(4:1), 梯度洗脱, 流速为  $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ ; 检测波长为 254 nm。结果: 16 种氨基酸浓度在  $1.16 \sim 47.32 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$  范围内呈良好的线性关系( $r = 0.9998 \sim 1.000$ ); 平均回收率在 93.3% ~ 107.2% 之间; RSD 均小于 3.0%。结论: 本方法灵敏、准确, 具有良好的重复性和稳定性, 可用于雷丸中氨基酸的检测。

**关键词:** 中药; 真菌; 菌核; 雷丸; 衍生化; 氨基酸; 异硫氰酸苯酯; 高效液相色谱

中图分类号: R917 文献标识码: A 文章编号: 0254 - 1793(2011)09 - 1631 - 05

Pre-column derivatization RP-HPLC determination of 16 amino acids in *Omphalia lapidecens* Schroet.\*ZHENG Hao<sup>2</sup>, CHENG Xian-long<sup>1</sup>, WEI Feng<sup>1</sup>, XIAO Xin-yue<sup>1\*\*</sup>, LIN Yu-lian<sup>2</sup>

(1. National Institute for the Control of Pharmaceutical and Biological Products, Beijing 100050, China;

2. Yancheng Institute for Drug Control of Jiangsu Province, Yancheng 224002, China)

**Abstract Objective:** To determine and analyze 16 amino acids in *Omphalia lapidecens* Schroet. **Methods:** The sample was hydrolyzed for 1 hour at  $150 \text{ }^\circ\text{C}$ , and derivatized with phenyl isothiocyanate(PITC). HPLC was performed on a Phenomenex  $\text{C}_{18}$  (4.6 mm  $\times$  250 mm  $5 \mu\text{m}$ ) column with gradient elution of  $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  sodium acetate buffer solution(adjusted to pH 6.5 with acetic acid) - acetonitrile(93:7) (A) and acetonitrile - water(4:1) (B) at the flow rate of  $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ , detected at 254 nm. Column temperature was  $43 \text{ }^\circ\text{C}$ . **Results:** 16 amino acids had good linearity in the ranges of  $1.16 - 47.32 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$  ( $r = 0.9998 - 1.000$ ). The average recoveries were 93.3% - 107.2%, and RSDs were less than 3.0%. **Conclusion:** The method is sensitive and accurate with good stability, which is useful for the determination of amino acids in *Omphalia lapidecens* Schroet.

**Key words:** traditional Chinese medicine; fungus; sclerotium; *Omphalia lapidecens* Schroet.; derivatization; amino acids; phenyl isothiocyanate(PITC); HPLC

中国药典(2010年版)一部收载的雷丸为白蘑科真菌雷丸 *Omphalia lapidecens* Schroet. 的干燥菌核。雷丸在我国以四川、湖北、云南、贵州等地产量最高。雷丸因其内含一种雷丸蛋白酶<sup>[1]</sup>, 为驱虫有效成分, 故主要用来消积、杀虫。氨基酸作为蛋白质的基本结构单位和生物代谢过程中的重要物质, 是人体的必需营养成分之一。现行氨基酸测定一般都用氨基酸自动分析仪测定。但是氨基酸自动分析仪器昂贵, 分析时间长, 且只能用于分析氨基酸, 限制

了氨基酸分析技术的广泛应用。近年出现的柱前衍生化 RP-HPLC 分析法具有高灵敏度、低检测限和简便可靠等特点, 使该方法广为使用。在氨基酸的柱前衍生化试剂中, 异硫氰酸苯酯(PITC) 与一级氨基酸和二级氨基酸均能反应, 所得产物苯基硫酸盐(PTC) - 氨基酸的稳定性好, 该方法为目前氨基酸分析中具有吸引力的分析方法之一<sup>[2]</sup>。本文参照文献[3], 研究建立了雷丸中 16 种氨基酸的 PITC 柱前衍生化 RP-HPLC 测定方法, 以期替代柱后衍

\* 科技部重大专项“中药质量标准研究和信息化体系建设平台”(2009ZX09308-004)

\*\* 通讯作者 Tel: (010) 67095432; E-mail: xiaoxy@nicpp.org.cn

生化的氨基酸自动分析仪测定法。

1 仪器与试剂

Waters 2695 高效液相色谱仪; Waters 2998 PDA 检测器; Waters Empower Pro 数据处理软件系统; DH-101 型电热恒温鼓风干燥箱(天津市中环实验电炉有限公司)。

PITC, Alpha Aesar 公司 纯度标示量为 97.0%; 乙腈为色谱纯 醋酸钠、三乙胺、苯酚、浓盐酸皆为分析纯。

氨基酸对照品(批号 140624-200805, 供氨基酸鉴别和含量测定用, 包括 Asp、Glu、Ser、Gly、His、Arg、Thr、Ala、Pro、Tyr、Val、Met、Ile、Leu、Phe 和 Lys) 中国药品生物制品检定所。

雷丸药材分别购自安徽、浙江、厦门、昆明、贵阳、福建、成都、湖南、湖北、河南等地。由中国药品生物制品检定所肖新月研究员鉴定。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 采用 Phenomenex Luna C<sub>18</sub> 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 柱温为 43 °C。流动相 A 为 0.1 mol · L<sup>-1</sup> 醋酸钠缓冲液(以醋酸调 pH 6.5) - 乙腈(93:7), 即: 称取醋酸钠 30 g, 加水 3.4 L 溶解, 以醋酸调 pH 至 6.5, 再加水至 3.7 L, 并加入乙腈 0.28 L, 用 0.45 μm 滤膜过滤, 即得; 流动相 B 为乙腈 - 水(4:1)。进行梯度洗脱, 洗脱程序见表 1, 流速 1 mL · min<sup>-1</sup>。检测波长 254 nm; 进样量 5 μL。

表 1 梯度洗脱程序

Tab 1 Gradient elution program

时间(time) /min	流动相 A - B 比例( the ratio of mobile phase A - B)
0	100:0
20.00	96:4
20.01	80:20
40.00	78:22
40.01	70:30
45.00	0:100
48.00	0:100
48.01	100:0
55.00	100:0

2.2 溶液的制备

2.2.1 混合对照品溶液 取 16 种氨基酸适量 精密称定 加 0.1 mol · L<sup>-1</sup> 盐酸溶液制成每 1 mL 分别含天门冬氨酸( Asp) 0.10 mg、谷氨酸( Glu) 0.11 mg、丝氨酸( Ser) 0.05 mg、甘氨酸( Gly) 0.07 mg、组氨酸( His) 0.04 mg、精氨酸( Arg) 0.11 mg、苏氨酸

( Thr) 0.06 mg、丙氨酸( Ala) 0.06 mg、脯氨酸( Pro) 0.06 mg、酪氨酸( Tyr) 0.03 mg、缬氨酸( Val) 0.04 mg、甲硫氨酸( Met) 0.3 mg、异亮氨酸( Ile) 0.03 mg、亮氨酸( Leu) 0.06 mg、苯丙氨酸( Phe) 0.04 mg 和赖氨酸( Lys) 0.07 mg 的混合溶液, 即得对照品储备液。取上述溶液 5 mL, 置于 25 mL 量瓶中, 加入 0.1 mol · L<sup>-1</sup> PITC - 乙腈溶液及 1 mol · L<sup>-1</sup> 三乙胺 - 乙腈溶液各 2.5 mL, 混匀, 室温放置 1 h 后, 加 50% 乙腈溶液至刻度, 混匀。取溶液 10 mL, 加入正己烷 15 mL, 放置 20 min, 取下层溶液, 微孔滤膜(0.45 μm) 滤过, 即得。

2.2.2 供试品溶液 取研匀后样品粉末(过药典 4 号筛) 0.2 g 精密称定, 置 5 mL 安瓿中, 加入水解液(含 0.5% 苯酚的 50% 盐酸溶液) 4 mL, 熔封安瓿, 用纱布包裹(未购得耐压衍生化瓶, 若保护措施得当, 可保证安全), 于 150 °C 水解 1 h, 放冷, 过滤, 并用水清洗滤渣, 合并滤液和洗液于蒸发皿中, 蒸干, 残渣用 0.1 mol · L<sup>-1</sup> 盐酸溶液 5 mL 分 3 次溶解, 洗涤并转移至 25 mL 量瓶中, 按“2.2.1”项下方法自“加入 0.1 mol · L<sup>-1</sup> PITC - 乙腈溶液”起操作, 即得。

2.2.3 空白溶液 取 0.1 mol · L<sup>-1</sup> 盐酸溶液 5 mL, 按“2.2.1”项下方法自“置于 25 mL 量瓶中, 加入 0.1 mol · L<sup>-1</sup> PITC - 乙腈溶液”起操作, 即得。

2.3 系统适用性试验 取混合对照品溶液、供试品溶液及空白溶液各 5 μL, 按“2.1”项下色谱条件进行测定, 16 种氨基酸色谱峰分离度良好, 空白无干扰, 见图 1。氨基酸对照品 16 个色谱峰的分度及理论塔板数见表 2。

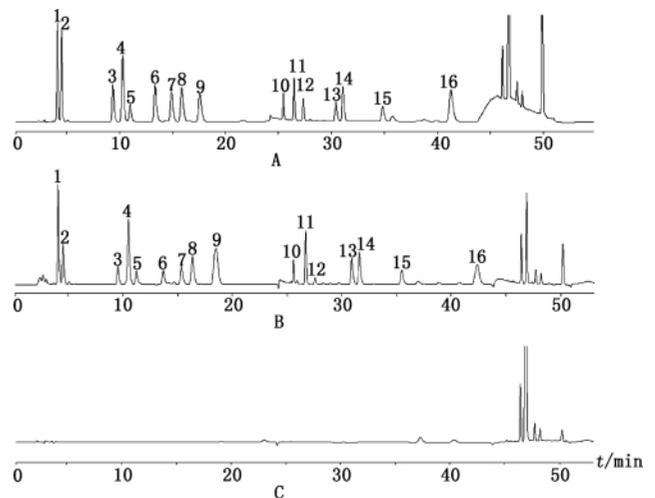


图 1 对照品(A)、5号样品(B)和空白(C) HPLC 色谱图  
Fig 1 HPLC chromatograms of reference substances(A), sample No. 5 (B) and blank(C)

1. Asp 2. Glu 3. Ser 4. Gly 5. His 6. Arg 7. Thr 8. Ala  
9. Pro 10. Tyr 11. Val 12. Met 13. Ile 14. Leu 15. Phe 16. Lys

表2 氨基酸对照品各峰分离度及理论板数

Tab 2 Resolution and theoretical plate number of amino acid reference substances

峰号 (peak No.)	氨基酸 (amino acid)	$t_R$ /min	分离度 (resolution)	理论板数 (theoretical plate number)
1	Asp	4.084	—	$9.20 \times 10^3$
2	Glu	4.471	2.13	$8.55 \times 10^3$
3	Ser	9.035	18.58	$1.46 \times 10^4$
4	Gly	9.833	2.61	$1.57 \times 10^4$
5	His	10.296	1.47	$1.69 \times 10^4$
6	Arg	12.137	5.63	$2.06 \times 10^4$
7	Thr	13.452	3.77	$2.22 \times 10^4$
8	Ala	14.253	2.15	$2.18 \times 10^4$
9	Pro	15.372	2.88	$2.44 \times 10^4$
10	Tyr	24.795	33.14	$3.16 \times 10^5$
11	Val	25.769	5.05	$2.42 \times 10^5$
12	Met	26.629	3.84	$1.99 \times 10^5$
13	Ile	29.757	11.07	$1.32 \times 10^5$
14	Leu	30.427	1.99	$1.23 \times 10^5$
15	Phe	34.223	9.44	$8.92 \times 10^4$
16	Lys	40.743	12.18	$7.05 \times 10^4$

2.4 线性关系 精密吸取“2.2.1”项下对照品储备液 1, 2, 3, 5, 10 mL, 分别置 25 mL 量瓶中, 按“2.2.1”项下方法自“置 25 mL 量瓶中, 加入 0.1 mol · L<sup>-1</sup> PITC - 乙腈溶液”起操作, 即得系列浓度溶液, 按上述色谱条件进样, 测定峰面积。分别以氨基酸对照品峰面积值  $Y$  为纵坐标, 16 种氨基酸对照品浓度  $X$  ( $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ) 为横坐标, 绘制工作曲线, 计算回归方程。见表 3。

表3 16种氨基酸的线性关系

Tab 3 The linearity relationship of 16 amino acids

成分 (component)	回归方程 (regression equation)	$r$	线性范围 (linear range) / $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$
Asp	$Y = 3.119 \times 10^4 X + 6.230 \times 10^4$	1.000	4.080 ~ 40.80
Glu	$Y = 2.958 \times 10^6 X + 8.214 \times 10^4$	1.000	4.436 ~ 44.36
Ser	$Y = 6.641 \times 10^6 X + 4.984 \times 10^3$	1.000	2.048 ~ 20.48
Gly	$Y = 8.508 \times 10^6 X + 3.265 \times 10^4$	1.000	2.812 ~ 28.12
His	$Y = 3.530 \times 10^6 X + 1.546 \times 10^4$	0.9999	1.532 ~ 15.324
Arg	$Y = 2.549 \times 10^6 X + 6.583 \times 10^4$	0.9998	4.372 ~ 47.32
Thr	$Y = 3.774 \times 10^6 X + 5.270 \times 10^4$	0.9999	2.568 ~ 25.68
Ala	$Y = 5.100 \times 10^6 X + 6.824 \times 10^4$	1.000	2.284 ~ 22.84
Pro	$Y = 6.460 \times 10^6 X + 5.067 \times 10^3$	1.000	2.356 ~ 23.56
Tyr	$Y = 4.095 \times 10^6 X + 8.155 \times 10^3$	1.000	1.156 ~ 11.56
Val	$Y = 4.727 \times 10^6 X + 3.471 \times 10^4$	0.9999	1.604 ~ 16.04
Met	$Y = 3.434 \times 10^6 X + 2.258 \times 10^4$	0.9999	1.196 ~ 11.96
Ile	$Y = 4.790 \times 10^6 X + 1.818 \times 10^4$	0.9999	1.172 ~ 11.72
Leu	$Y = 4.315 \times 10^6 X + 3.784 \times 10^4$	0.9999	2.376 ~ 23.76
Phe	$Y = 3.912 \times 10^6 X + 1.349 \times 10^4$	0.9999	1.580 ~ 15.80
Lys	$Y = 7.110 \times 10^6 X + 1.377 \times 10^4$	1.000	2.812 ~ 28.12

2.5 精密度试验 取 5 号样品的供试品溶液, 按上述色谱条件连续进样 6 次, 计算 16 种氨基酸进样精密度, 除 Thr、Met 的 RSD 分别为 2.6% 和 2.7% 外, 其余 14 种氨基酸的 RSD 皆小于 2.0%。

2.6 稳定性试验 取 5 号样品的供试品溶液, 按上述色谱条件分别于 0, 4, 6, 8, 12, 24 h 进样, 测定峰面积, 除 Met 的 RSD 为 3.6% 外, 其余 15 种氨基酸的 RSD 皆小于 3.0%。

2.7 重复性试验 精密称取 5 号样品 6 份, 每份约 0.2 g。按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液, 依上述色谱条件进样测定, 计算各氨基酸含量, 除 Ser、Thr、Met 的 RSD 分别为 4.6%, 4.0%, 3.4% 外, 其余 13 种氨基酸的 RSD 皆小于 3.0%。

2.8 加样回收试验 精密称取已测知含量的 5 号样品 6 份各 0.1 g, 分别置 5 mL 安瓿中, 精密加入氨基酸对照品溶液 (Asp 0.5100 mg · mL<sup>-1</sup>, Glu 0.5545 mg · mL<sup>-1</sup>, Ser 0.2560 mg · mL<sup>-1</sup>, Gly 0.3515 mg · mL<sup>-1</sup>, His 0.1915 mg · mL<sup>-1</sup>, Arg 0.5465 mg · mL<sup>-1</sup>, Thr 0.3210 mg · mL<sup>-1</sup>, Ala 0.2855 mg · mL<sup>-1</sup>, Pro 0.2945 mg · mL<sup>-1</sup>, Tyr 0.1445 mg · mL<sup>-1</sup>, Val 0.2005 mg · mL<sup>-1</sup>, Met 0.1495 mg · mL<sup>-1</sup>, Ile 0.1465 mg · mL<sup>-1</sup>, Leu 0.2970 mg · mL<sup>-1</sup>, Phe 0.1975 mg · mL<sup>-1</sup>, Lys 0.3515 mg · mL<sup>-1</sup>) 2 mL, 加入 1% 苯酚盐酸溶液 (因已加 2 mL 的氨基酸对照品溶液, 为达到最终溶液中苯酚的浓度一致, 故选择苯酚盐酸溶液浓度为 1%) 2 mL, 摇匀, 按“2.2.2”项下自“熔封安瓿, 用纱布包裹, 于 150 °C 水解 1 h”起操作, 制备所需溶液, 按上述色谱条件进样测定, 计算回收率, Asp、Glu、Ser、Gly、His、Arg、Thr、Ala、Pro、Tyr、Val、Met、Ile、Leu、Phe、Lys 的平均回收率 ( $n = 6$ ) 分别为 99.7%, 103.3%, 96.3%, 107.2%, 93.3%, 102.6%, 99.8%, 104.0%, 100.0%, 104.3%, 103.6%, 105.2%, 101.3%, 101.9%, 100.6%, 98.8%; RSD 分别为 1.4%, 0.7%, 1.3%, 0.5%, 0.5%, 0.1%, 0.1%, 0.1%, 0.3%, 3.0%, 0.3%, 0.4%, 0.5%, 0.2%, 0.2%, 0.4%。

2.9 样品测定 取雷丸样品 13 批, 按“2.2.2”项下所建立的 HPLC 方法测定 16 种氨基酸含量 (外标两点法计算)。结果见表 4。

表 4 13 批雷丸中 16 种氨基酸含量( $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ )Tab 4 The content of 16 amino acids in 13 batches of *Omphalia lapidecesens*

样品号 (sample No.)	收集地 (collecting region)	产地 (resource region)	氨基酸																总氨基酸 (the total amino acid)
			Asp	Glu	Ser	Gly	His	Arg	Thr	Ala	Pro	Tyr	Val	Met	Ile	Leu	Phe	Lys	
1	安徽 (Anhui)	安徽 (Anhui)	2.96	1.17	0.72	1.02	0.28	0.45	0.79	0.88	2.22	0.58	0.71	0.26	0.50	1.09	0.57	0.44	14.65
2	浙江 (Zhejiang)	安徽 (Anhui)	4.50	1.84	1.26	1.55	0.40	0.84	1.13	1.38	3.01	1.20	1.20	0.18	0.79	1.80	0.84	0.75	22.67
3	厦门 (Xiamen)	四川 (Sichuan)	5.00	1.80	1.27	1.23	0.37	0.87	1.16	1.40	3.20	1.45	1.44	0.31	0.86	1.60	0.78	0.81	23.54
4	厦门 (Xiamen)	云南 (Yunnan)	4.64	2.28	0.79	2.06	1.04	1.33	1.23	1.50	2.85	0.84	1.93	0.28	1.49	1.95	1.19	1.74	27.14
5	昆明 (Kunming)	云南 (Yunnan)	5.61	2.08	1.26	1.70	0.50	0.92	1.34	1.53	3.74	1.41	1.35	0.21	0.89	1.78	0.98	1.09	26.38
6	贵阳 (Guiyang)	贵阳 (Guiyang)	4.31	1.63	0.96	1.43	0.47	0.60	1.11	1.17	3.10	1.01	1.01	0.22	0.67	1.43	0.82	0.67	20.62
7	厦门 (Xiamen)	云南 (Yunnan)	5.79	2.39	1.53	2.32	0.99	1.00	1.58	1.63	4.44	1.72	1.70	0.34	0.96	2.02	1.16	1.15	30.71
8	厦门 (Xiamen)	四川 (Sichuan)	4.91	1.82	1.28	1.42	0.41	0.81	1.14	1.39	3.58	1.50	1.42	0.33	0.77	1.60	0.82	0.85	24.06
9	成都 (Chengdu)	云南 (Yunnan)	6.02	2.40	1.38	2.18	1.06	0.84	1.51	1.70	4.61	0.95	1.75	0.38	0.92	1.98	1.15	1.08	29.93
10	湖南 (Hunan)	湖南 (Hunan)	6.71	2.66	1.41	2.79	1.04	1.25	1.70	1.98	5.49	1.64	1.72	0.31	1.13	2.32	1.32	1.46	34.93
11	湖北 (Hubei)	湖北 (Hubei)	4.12	1.48	0.99	1.04	0.35	0.68	1.02	1.14	3.45	1.09	0.98	0.17	0.64	1.29	0.67	0.77	19.87
12	厦门 (Xiamen)	湖南 (Hunan)	5.48	2.07	1.33	2.00	0.59	0.92	1.37	1.55	3.87	1.63	1.56	0.36	0.82	1.74	0.94	1.16	27.40
13	河南 (Henan)	四川 (Sichuan)	4.67	2.09	1.44	1.76	0.55	0.85	1.29	1.60	4.27	1.52	1.65	0.47	0.87	1.96	0.99	0.87	26.86

### 3 讨论

#### 3.1 氨基酸的柱前衍生化 RP-HPLC 法注意事项

氨基酸无紫外吸收,因此衍生化反应要完全,才能将氨基酸检测完全。衍生化试剂 PITC 的毒性大,保存时要防止与水接触,且其会降低分析柱的寿命,衍生化后需要用正己烷萃取,以尽量将其除去。氨基酸为两性物质,pH 对其分离度影响大,因此要保证流动相 pH 的准确与稳定。而流动相的 pH 显酸性,供试品溶液为碱性,当进样量偏大时,会使保留时间较短的天冬氨酸和谷氨酸分离度降低。

3.2 HPLC 流动相洗脱梯度选择 根据文献[4]的流动相洗脱梯度,取 5 号样品进行测试,调整流动相洗脱梯度,选定最终的流动相洗脱梯度见表 1 样品色谱图见图 1-B。

3.3 样品处理的选择 蛋白质的水解条件一般比较激烈,对于某些不稳定的氨基酸(Ser、Thr、Met 等)在 50% 盐酸溶液下会出现不同程度的降解。因此在 50% 的盐酸溶液中,加入适量苯酚<sup>[5]</sup>,以防止和减缓部分不稳定氨基酸的降解。取研匀后 5 号样品粉末 0.2 g 精密称定,置 5 mL 安瓿中,加入水解液(含 0.5% 苯酚的 50% 盐酸溶液) 4 mL,熔封安

瓿,用纱布包裹(未购得耐压衍生化瓶,若保护措施得当,可保证安全),于 150 °C 水解 1 h,放冷,于蒸发皿中,蒸干,残渣用 0.1 mol · L<sup>-1</sup> 盐酸溶液 5 mL 分 3 次溶解洗涤并转移至 25 mL 量瓶中,按“2.2.1”项下方法自“加入 0.1 mol · L<sup>-1</sup> PITC-乙腈溶液”起操作,测定,见图 2,发现样品色谱图中,有些氨基酸的峰没有得到很好的分离。故采取“2.2.2”项下方法。

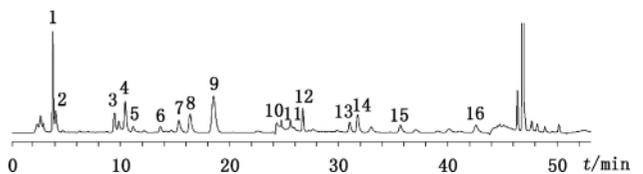


图 2 5 号雷丸样品色谱图

Fig 2 HPLC chromatogram of *Omphalia* sample No. 5

3.4 小结 本实验是在酸水解的条件下进行氨基酸的测定,这样会破坏一些氨基酸,经以 16 种氨基酸对照品对照,选择在该样品中含量较大、分离度较好的 16 种氨基酸进行测定。实验表明,所建立的 PITC 柱前衍生化 RP-HPLC 测定氨基酸的方法,精密度高,重现性良好,空白无干扰,可用于雷丸中 16

种氨基酸的含量测定。应用本文方法测得 13 批市售雷丸样品中 16 种氨基酸总量为 1.5% ~ 3.5%。表明雷丸中氨基酸种类全,总量不高,且波动不大。结合前期进行的 12 批样品中雷丸凝集素(Oll)含量测定结果,各样品雷丸凝集素含量以牛血清白蛋白计为 0.60% ~ 4.23%<sup>[6]</sup>。除去 1 个异常数据(4.23%)其他样品中氨基酸总量均高于雷丸凝集素含量,且雷丸凝集素/总氨基酸含量比值可达 22% 以上;但是雷丸凝集素含量高低与氨基酸总量高低不呈正相关,详见表 5。因此,认为在质量标准中规定雷丸凝集素的含量,而不是氨基酸的含量,对控制雷丸的质量十分必要。

表 5 总氨基酸与雷丸凝集素含量比较

Tab 5 Comparison of contents of the total amino acid and *Omphalia lapidescens* lectin

样品号 (sample No.)	总氨基酸含量 (content of the total amino acid) /%	雷丸凝集素含量 (contents of <i>Omphalia lapidescens</i> lectin) /%	雷丸凝集素/ 总氨基酸含量比值
			(content ratio of total amino acid and <i>Omphalia lapidescens</i> lectin) /%
1	1.5	0.9	62.1
3	2.3	4.2	47.6
4	2.4	1.1	36.8
5	2.7	1.0	27.3
6	2.6	0.7	31.0
7	2.1	0.6	31.3
8	3.1	1.0	25.4
9	2.4	0.6	31.1
10	3.0	0.9	27.8
11	3.5	1.0	43.3
12	2.0	0.9	22.6
13	2.7	0.6	29.0

参考文献

- 1 GUO Mao - di(郭毛娣),WANG Shu - fang(王淑芳),ZHAO Guan - hong(赵冠宏) *et al.* Fermentation and extraction of *Leiwan (Omphalia lapidescens* Schroet.) proteinase and its activation against *cysticercus cellulosae in vitro*(雷丸蛋白酶的发酵、提取及对猪囊尾蚴体外活性作用的初步研究). *Chin Pharm J*(中国药学杂志) 1997 32(2): 75
- 2 QU Qi - shu(瞿其曙),TANG Xiao - qing(汤晓庆),HU Xiao - ya(胡效亚) *et al.* Applications of pre - column derivatization for amino acids analysis(柱前衍生化法在氨基酸分析测定中的应用). *Prog Chem*(化学进展) 2006 18(6): 689
- 3 CHENG Xian - long(程显隆),XIAO Xin - yue(肖新月),ZOU Qin - wen(邹秦文) *et al.* Pre - column derivatization HPLC simultaneous determination of 4 main amino acids in donkey - hide glue(柱前衍生化 HPLC 法同时测定阿胶中 4 种主要氨基酸的含量). *Chin J Pharm Anal*(药物分析杂志) 2008 28(12): 1997
- 4 ZENG Wen - shan(曾文珊),LIAO Hai - ming(廖海明),YANG Zhao - peng(杨昭鹏) *et al.* Analyse the amino acid composition of recombinant human parathyroid hormone 1 - 34(重组人甲状旁腺激素 1 - 34 的氨基酸组成分析). *Pharm Biotechnol*(药物生物技术) 2003 10(2): 108
- 5 DING Ya - yun(丁雅韵),XIE Meng - xia(谢孟峡),KANG Juan(康娟) *et al.* Quantitative analysis of amino acids in protein hydrolysates(蛋白质水解液中氨基酸组成的定量分析). *Chin J Anal Chem*(分析化学) 2002 30(4): 318
- 6 HU Shan - mei(胡珊梅),LI Ling - ling(李玲玲),XIAO Xin - yue(肖新月) *et al.* Study on qualitative and quantitative analysis of *Omphalia*(雷丸药材定性和定量分析方法研究). *Chin J Pharm Anal*(药物分析杂志) 2010 30(9): 1781

(本文于 2011 年 4 月 7 日收到)

《药物分析杂志》稿件在线管理系统已开通

本刊于 2008 年 10 月 23 日开通稿件在线管理系统。2011 年 6 月系统开始升级改版,凡新投稿本刊,请登录 <http://www.ywfxzz.cn> 进入新系统进行网上投稿和查询。2011 年 6 月之前已投稿件,请登录旧系统进入“旧系统”查询及办理审稿、修改等事宜。

该系统采用 E - mail 作为用户名进行注册。

网上投稿的同时需寄单位介绍信及稿件处理费。

作者在线投稿后,可在线了解稿件情况:编辑 - 送审 - 专家已审 - 待编辑处理稿件 - 退修 - 编辑加工完成 - 已刊出等。

读者可在线查阅本刊,并可在在线订阅本刊。欢迎登录本刊网页,了解本刊编委专家及其他信息。

投稿过程中如遇技术问题,请与技术支持联系:010 - 69296712(旧系统),010 - 60213863(新系统)。

谢谢合作!

《药物分析杂志》编辑部