

峰面积与内标峰面积的比值,代入回归方程计算样品含量。结果见表 1。

表 1 克白酊含量测定结果(n=3)

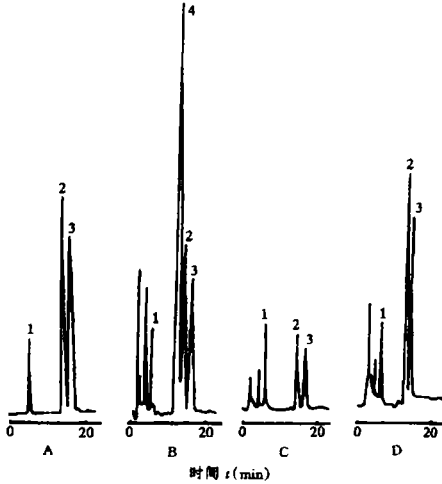
品名	批号	补骨脂素 (μg/mL)	RSD (%)	异补骨脂素 (μg/mL)	RSD (%)
补骨脂酊	941004	100.3	1.6	98.7	0.50
补骨脂酊	941004	100.2	1.8	100.1	0.81
补骨脂酊	941004	97.5	1.1	99.6	1.20

3 讨论

3.1 作者曾实验水浴蒸干,加水混悬,加氯仿提取法;以及水浴蒸干,加 2.5%碳酸钠碱化,加石油醚脱脂后以盐酸中和,再以氯仿提取法^[2];水浴蒸干,以乙醇溶解经中性氧化铝柱层析等方法进行样品的前处理,但均不够理想,柱层析处理虽除去一些杂质峰,但与未经处理酊剂一样在补骨素前有一个含量大的峰,不能完全分离,影响测定结果,而上述二种氯仿提取法,因氯仿提取时易乳化,影响测定结果,测得含量仅为理论量的 50%左右,而用本法处理样品含量与理论量相符,且干扰峰少,不影响测定,故选用本法。

3.2 溶剂的比例若水的比例下降或柱温升

高均会使补骨脂素与异补骨脂素的分离度降至 1.5 以下,影响分离效果。



A-对照品 B-经柱层析 C-经氯仿萃取 D-经二氯乙烷萃取 1-内标 2-补骨脂素 3-异补骨脂素 4-杂质峰

图 1 样品 HPLC 图

参考文献

1 谭生建,等. 中国中药杂志,1995;2(20):99
2 阴建,等. 中药现代研究与临床应用. 北京:学苑出版社,1993:382

(1999-02-05 收稿)

新疆甘草深度开发工艺的研究

新疆师范大学生物系(乌鲁木齐 830054) 惠寿年* 董阿玲 徐晓晶 祝长青

摘 要 针对甘草主要有效成分的提取及生产甘草甜素中存在的问题,研究出一条甘草深加工、生产高纯度甘草甜素,同时得到黄酮类化合物的新工艺,为甘草的综合利用开发提供中试依据。

关键词 甘草 深度开发工艺 甘草甜素 黄酮类化合物

甘草系多年生草本植物,药用历史悠久,是最常用的中草药品种。甘草的研究引起了国内外学者的广泛重视。目前,对甘草中三萜类化合物(甘草甜素类)研究得较清楚,而对甘草黄酮类化合物的研究成为新焦点^[1]。二者作为甘草的主要有效成分,具有很多生理活性,如抗炎、抗溃疡和抗病毒等^[2,3]。传统的

甘草甜素生产工艺经改良就可同时提取黄酮类化合物^[4]。笔者还探讨了溶媒、水量、温度、粒度、终止 pH 等产品得率及提取完全程度的影响,确定了深加工甘草产品的最佳工艺流程条件。

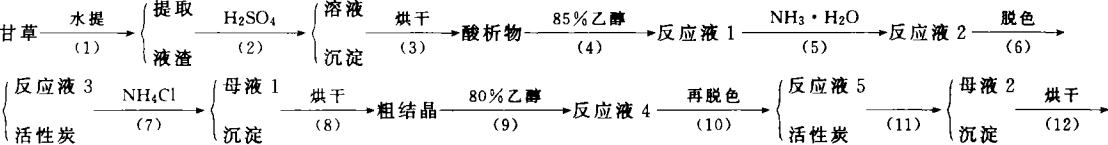
1 仪器和材料

1.1 仪器与色谱条件:岛津 HPLC-6A 高效

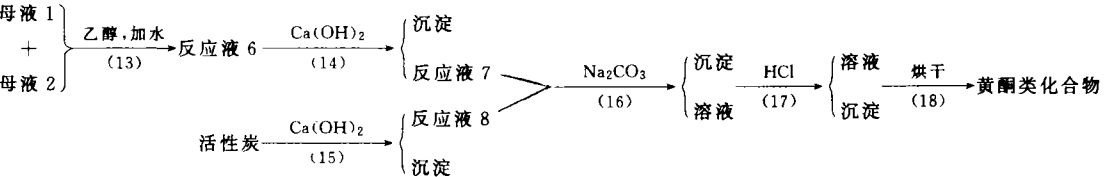
* Address: Hui Shounian, Department of Biology, Xinjiang Normal University, Wulumuqi
• 666 •

液相色谱仪,SPD-6A 紫外检测器,C-R3A 数据处理机,SCL-6B 系统控制器,STO-6A 恒温柱箱,DGU-4A 自动脱气装置,SIL-6B 自动进样器,10 μ L 微量进样器,康氏自动振荡机。

色谱条件:流动相:0.01 mol/L(磷酸-乙氰(6:4),色谱柱:Decelosid ODS-C₁₈(4.60 mm $\times$ 150 mm),流速 1.0 mL/min,柱温



甘草酸铵盐(精品)



2.2 提取条件的择优

2.2.1 溶媒的选择:在(1),(13)步最佳溶媒为水。(1)步水-甘草=12:1,(13)步水-混合物为 8:1。

2.2.2 水量的选择:第(1)步用水量为关键,水-甘草为 12:1。用不同水量煮提相同时间,按重量法计算产品的甘草酸含量(如表 1),煮提用水量与产物得率关系(如图 1)。水可分 3 次加入,每次煮提 2 h,最后一次加水时因煮提液已较稀,可加入下批未经煮提的甘草材料。

表 1 不同用水量煮提结果

甘草量(g)	50	50	50	50	50	50
用水量(mL)	250	400	500	600	750	1000
提取物(g)	7.49	11.55	14.31	16.63	17.18	17.21
提取物得率(%)	14.98	23.10	28.62	33.26	34.36	34.42
甘草酸(g)	5.25	8.02	10.03	11.95	12.20	12.21
甘草酸得率(%)	10.50	16.04	20.06	23.90	24.40	24.42

2.2.3 煮提温度的确定:甘草酸难溶于冷水,易溶于热水,近沸水提取黄酮类化合物才较完全,所以将温度控制在 93 $^{\circ}$ C~95 $^{\circ}$ C,既提取完全又节约能源(如图 2)。

2.2.4 甘草粒度的选择:药材粒度与提取物得率有很大关系,经比较实验(见表 2),确定

35 $^{\circ}$ C,紫外检测波长:252 nm,走纸速度:1.5 cm/min,进样量:5 μ L。

1.2 材料与设备,试剂:胀果甘草 *Glycyrrhiza inflata* Bat. 15 kg,采自新疆巴音郭楞蒙古自治州尉犁县,为新疆甘草制品工业普通用原料。所用试剂均为分析纯。

2 方法和结果

2.1 提取工艺流程:

以新疆胀果甘草纵切为厚 2~3 mm 的薄片,提取效果最佳。

2.2.5 酸析时加 30% H_2SO_4 至溶液达到 pH 2~2.2。

2.2.6 酸析沉降时间控制在 8 h 即可,(如图 3)。

2.2.7 沉淀黄酮类化合物用 $Ca(OH)_2$,再转化时用 Na_2CO_3 。

2.3 甘草甜素的 HPLC 分析^[5,6]:本工艺的甘草甜素粗品中甘草酸含量为 71.62%,再精制的甘草酸铵盐中甘草酸含量为 74.75%,高于目前通用的国际标准(见图 4)。

3 结果与讨论

3.1 本工艺所得产品质量较好,原料利用率高。目前,国际上通行的甘草酸铵盐的质量标准为:含量>70%(HPLC 法),本工艺制得的

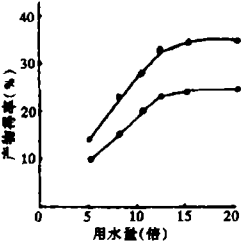


图 1 煮提用水量与产物得率的关系

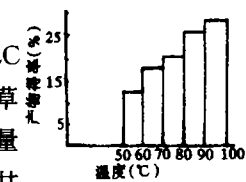


图 2 煮提温度与产物得率直方图

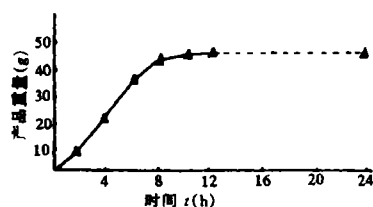
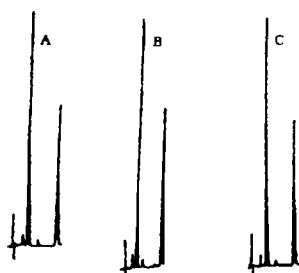


图3 沉降时间与得率的关系



A-标准品 B,C-铵盐产品

图4 产品 HPLC 图

甘草酸铵盐,各项检测指标均达到国际标准要求,甘草酸含量比国际标准要高一些。

表2 粒度对甘草提取的影响

粒度	粗粉 (过 40 目筛)	薄片(厚 2~3 mm, 长 3~5 cm)	厚片(厚 3~5 mm,长 3~5 cm)	片段(不 纵切,长 3~5 cm)
提取物(%)	27.61	36.45	34.31	29.04
甘草酸(%)	21.92	28.00	26.42	23.44

甘草甜素的收率为甘草重量的 3.4%~3.5%,黄酮类化合物的收率为甘草重量的 7%,大大提高了原料的利用率,为甘草加工企业的综合利用提供实验室依据。

3.2 本工艺的废渣可回收木质素和纤维素,对此有关文献已有研究。

参考文献

- 1 胡金峰,等. 中草药,1995,26(1):39
- 2 CA, 95:199935y
- 3 刘伯衡,等. 干旱区研究. 1992,9(1):39
- 4 乔仲和,等. 中草药,1997,28(9):522
- 5 王秀英. 食品工业科技,1993,3:59
- 6 CA, 120:381289,

(1998-11-12 收稿)

反相离子对 HPLC 法测定情安喘定片中微量盐酸克仑特罗

厦门中药厂(361009) 杨珊瑛*

摘要 用反相离子对 HPLC 法测定情安喘定片中微量盐酸克仑特罗的分析条件和测定方法。试验证明:本方法线性范围在 4~26 μg 之间, $r=0.9998$,平均回收率为 92.78%,精密性 $RSD(n=5)$ 为 0.80%。

关键词 反相离子对 HPLC 法 情安喘定片 盐酸克仑特罗。

情安喘定片系治疗喘症中热痰阻肺证的国家基本药物,具有平喘、镇咳、祛痰作用,现有标准未收载含量测定方法,方中盐酸克仑特罗(clenbuterol hydrochloride)是一种拟肾上腺能药^[1,2]。国内文献报道的测定方法有比色法、薄层扫描法、滴定法;而 HPLC 法测定中成药中微量盐酸克仑特罗的方法未见报道。笔者利用离子对缓冲液^[3,4],建立一种专

属性好、灵敏度高、结果准确可靠的测定制剂中微量盐酸克仑特罗的方法。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪(美国 SP8800),乙腈为色谱纯,其它试剂均为分析纯,盐酸克仑特罗对照品(上海申隆制药厂),情安喘定片为我厂产品。

2 实验方法

* Address: Yang Shanying, Xiamen Factory of Traditional Chinese Medical, Xiamen

杨珊瑛 1983年毕业于福建省福州大学化学系物理化学专业,获理学士学位,1992年被评为化学工程师。几年来,主要从事中成药质量标准研究。