时做一空白),经过计算得回归方程: $A = 0.0465 + 4.5799C$, $r = 0.9988$ ($n = 6$),实验结果表明,葡萄糖在 0.01~0.11 mg呈良好线性关系。

2.4 稳定性试验: 取供试品溶液,按"样品含量测定"项下方法操作,每隔一定时间测定一次,共考察 1.5 h,结果表明在 30 min内稳定。

2.5 重现性试验: 取本品内容物 5份各 1 g,精密称定,按"样品含量测定"项下方法操作,测定多糖含量,前后共测定 5次,每次平行试验 2份,结果含量为 4.27%, *RSD*为 4.52%。

2.6 回收率测定: 在已知含量的供试品中,精密加入一定量的葡萄糖对照品,按"样品含量测定"项下方法操作,测定,结果平均回收率为 97.95% *RSD*为 1.85%。

2.7 样品含量测定: 精密量取供试品溶液 0.5 mL,加水 1.5 mL,加 5%苯酚 1.0 mL,混匀,滴加 5.0 mL浓硫酸,室温放置 5 min,沸水浴中加热 15 min,冷却至室温,同时做一空白,在 751分光光度计上,于 520 nm波长处进行比色测定 (共测定 3个批次),计算。结果含量分别为 4.55%, 4.13%, 4.02% ($n = 3$)。本品按干燥品计算,含多糖不得少于 3.0%。

3 小结

该法的回收率、精密度、稳定性均较好,且克服了其它成分的干扰,故认为本法是一简便、快速、准确的测定手段,为复方制剂中多糖的含量测定提供较好的方法。

参考文献:

[1] 李满飞,徐国钧,平田仪正,等. 中药石斛类多糖的含量测定[J]. 中草药, 1990, 21(10): 10-12.

[2] 钟方晓,彭广芳,李贵海. 山东太子参多糖含量对质量的影响[J]. 中草药, 1997, 28(7): 428-430.

超临界萃取法提取川芎中有效成分的研究

张 虹[1],柳正良[2],王洪泉[1]*

(1. 同济大学附属同济医院,上海 200065; 2. 第二军医大学药学院,上海 200433)

摘 要: 目的 考察影响超临界萃取川芎中有效成分的因素。方法 采用正交试验法,以超临界萃取为提取条件,以提取液中阿魏酸含量为考察指标,对影响阿魏酸提取工艺的因素进行了研究。结果 优选出川芎中阿魏酸的最佳超临界萃取条件。结论 提取阿魏酸的最佳 SFE条件是: 萃取罐的温度 70℃、萃取压力 35 MPa CO_2流量 25 kg/h,萃取时间 2.5 h。

关键词: 超临界萃取;阿魏酸;正交试验

中图分类号: TQ461 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)12-1077-03

Studies on extraction of active ingredients from *Ligusticum chuanxiong* by supercritical fluid extraction

ZHANG Hong[1], LIU Zheng-liang[2], WANG Hong-quan[1]

(1. Tongji Hospital Affiliated to Tongji University, Shanghai 200065, China; 2. College of Pharmacy, Second Military University, Shanghai 200433, China)

Abstract **Object** To study the conditions for the extraction of active ingredients in *Ligusticum chuanxiong* Hort. by supercritical fluid extraction (SFE). **Methods** Conditions for the extraction were studied by orthogonal experimental design as guided by the content of ferulic acid presented in the extract. **Results** The optimum conditions for the yield of ferulic acid were thus established. **Conclusion** The best SFE conditions were: temperature of the extraction pot was 70℃ under the pressure of 35 MPa, CO_2 as the modifier with the flow rate of 25 kg/h, the time for extraction was 2.5 h.

Key words supercritical fluid extraction (SFE); ferulic acid; orthogonal experimental design

川芎的化学成分主要为川芎内酯 (cinidium lactone, cinidilide)、阿魏酸 (ferulic acid)、川芎嗪 (2,

* 收稿日期: 2001-07-10

作者简介: 张虹 ((1967~),女,浙江海宁人,主管药师,硕士,从事药物分析工作。Tel (021) 56051080-3203

3,5,6-四甲基吡嗪,tetramethyl-pyrazine)、川芎酚(chuanxionggol)等,临床上有明显的扩张冠脉、增加冠脉血流量、降低心脉耗氧量、抑制 ADP诱导的血小板凝聚,降低血小板的表面活性等药理作用,对已凝聚的血小板亦有解聚作用,其中有较强生理活性的阿魏酸在川芎中的含量约为 0.25% [1],本实验以阿魏酸为指标对川芎的有效成分的提取进行了研究。

1 仪器与试药

高效液相色谱仪:日本岛津 LC-9A,配有 SPD-6A紫外可变波长检测器;C-R4A数据处理器;色谱柱:Diamonsil™ C_{18} (250 mm× 4.6 mm, 5μm,迪马公司);Branson 1200型超声波清洗器。

阿魏酸对照品(中国药品生物制品检定所);川芎药材(上海市药材公司),经第二军医大学宓鹤鸣教授鉴定为川芎 *ligusticum chuanxiong* Hort.;甲醇为色谱纯;冰醋酸为分析纯;蒸馏水为双蒸水(自制)。

2 阿魏酸含量测定方法[2]

2.1 色谱条件:色谱柱:Diamonsil™ C_{18}柱(250 mm× 4.6 mm, 5μm);流动相:甲醇-水(1%醋酸)(35∶65);流速:1.0 mL/min;灵敏度:0.08 AUFS;检测波长:280 nm;柱温:35℃;衰减 ATTEN=2;进样量:10μL。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取阿魏酸对照品5 mg,置50 mL棕色量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得(每1 mL中含阿魏酸100μg),作为贮备液,稀释成一定浓度的系列标准液。

2.3 样品的制备:精密吸取川芎 SFE萃出液置于0.1 mL至5 mL的容量瓶中,加甲醇(分析纯)稀释至刻度,超声混匀后,放置至与室温平衡,用微孔滤膜(0.45μm)滤过,弃去初滤液,取续滤液作为待测供试液。

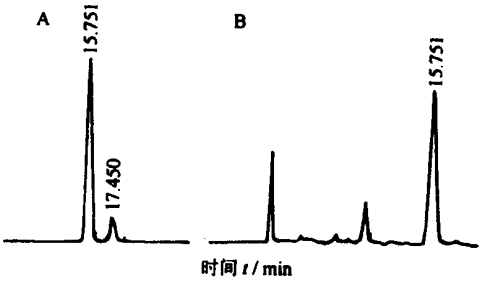
在上述色谱条件下,阿魏酸对照品、样品溶液的色谱图见图 1。

3 SFE的试验与结果

按表 1设计川芎中阿魏酸提取试验的因素水平表。

选 $L_9(3^4)$正交表对川芎中阿魏酸进行超临界萃取,并按上述方法进行含量测定,结果见表 2。

实验数据经统计学处理,其结果:因素对川芎中阿魏酸提取率的影响程度依次为 A> B> D> C,$A_3B_3C_3D_1$条件,即萃取罐的温度为70℃、萃取压力为35 MPa、CO_2流量为25 kg/h、萃取时间为2.5 h为最佳提取条件。



A B

A对照品(100μg/mL) B样品

图 1 阿魏酸的 HPLC图

表 1 萃取川芎中阿魏酸的因素水平表

	萃取温度 A(℃)	萃取压力 B(MPa)	时间 C(h)	流量 D(kg/h)
1	50	23	1.5	25
2	60	29	2	35
3	70	35	2.5	45

注:(1)分离Ⅰ 压力为 8 MPa 温度为 45℃;
分离Ⅱ 压力为 5 MPa 温度为 40℃
(2)均不加夹带剂,单罐萃取

表 2 $L_9(3^4)$试验结果

编号	A	B	C	D	阿魏酸含量 (g/100 g)
1	1	1	1	1	0.012 2
2	1	2	2	2	0.014 1
3	1	3	3	3	0.020 1
4	2	1	2	3	0.017 4
5	2	2	3	1	0.028 0
6	2	3	1	2	0.028 3
7	3	1	3	2	0.043 5
8	3	2	1	3	0.037 4
9	3	3	2	1	0.048 7
K_1	0.046 4	0.073 1	0.077 9	0.088 9	
K_2	0.073 7	0.079 5	0.080 2	0.085 9	
K_3	0.129 6	0.097 1	0.091 6	0.074 9	
$\overline{K_1}$	0.015 5	0.024 4	0.026 0	0.029 6	
$\overline{K_2}$	0.024 6	0.026 5	0.026 7	0.028 6	
$\overline{K_3}$	0.043 2	0.032 4	0.030 5	0.025 0	
R	0.027 7	0.008 0	0.004 5	0.004 6	

在上述最佳萃取条件下,测得阿魏酸的平均含量(0.043 2± 0.004 6)% (n= 3)。

4 讨论

川芎中富含挥发性物质,较适合用 SFE法萃取其中的有效成分。本实验曾对川芎中阿魏酸进行超声萃取,即用甲醇超声 30 min提取,测得阿魏酸的含量为 0.015 15%;文献报道[1,2],用溶媒法提取,阿魏酸在川芎中的含量约为 0.02%;本实验通过 SFE提取,在上述选定的最佳提取工艺下,阿魏酸在川芎中的含量占 0.04%。由此证实了 SFE的优点[3]:萃取

率高、传质速度快、选择性高、提取物较干净、省时、减少有机溶剂 (本实验未加夹带剂)、环境污染小等。

参考文献:

[1] 阴 健,郭 力. 中药现代研究与临床应用 [M]. 北京: 学苑出版社, 1994.

[2] 张立坤,陈新旺,邹安庆. 高效液相色谱法测定复方制剂中阿魏酸和川芎嗪 [J]. 中草药, 1996, 27(4): 213-214.

[3] 夏开元,阎汝男. 超临界流体萃取技术的原理和应用 [J]. 中国中药杂志, 1992, 27(8): 489.

RP-HPLC法测定酸枣仁中黄酮碳苷的含量

李玉娟[1],李 萍[2],李会军[2],毕开顺[1*]

(1. 沈阳药科大学 药分研究室,辽宁 沈阳 110016; 2. 中国药科大学 生药学教研室,江苏 南京 210038)

摘 要: 目的 建立测定酸枣仁中黄酮碳苷含量的新方法。方法 RP-HPLC法,采用 Hypersil-C_{18}柱为分析柱,乙腈-水 (17∶83)为流动相,检测波长为 334 nm,,流速为 0.8 mL/min。结果 黄酮碳苷在 5.280~14.08 μg/mL范围内与峰面积呈良好的线性关系 (r= 0.9997, n= 6),平均回收率为 95.8%。结论 该法简便、快速、重现性好,适用于酸枣仁中黄酮碳苷的定量分析。

关键词: 酸枣仁;黄酮碳苷; RP-HPLC

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)12-1079-02

Quantitative determination of spinosin in seed of *Ziziphus jujuba* var. *spinosa* by RP-HPLC

LI Yu-juan[1], LI Ping[2], LI Hui-jun[2], BI Kai-shun[1]

(1. Department of Pharmaceutical Analysis, Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang Liaoning 110016, China; 2. Department of Pharmacognosy, China Pharmaceutical University, Nanjing Jiangsu 210038, China)

Abstract **Object** To develop a new method for the quantitative determination of spinosin in the seed of *Ziziphus jujuba* Mill. var. *spinosa* (Bunge) Hu ex H. F. Chou. **Methods** The determination was carried on RP-HPLC, using Hypersil-C_{18} column, acetonitrile∶water (17∶83, v/v) as mobile phase with a flow rate of 0.8 mL/min and detected at the wave length of 334 nm. **Results** The calibration curve was linear in the range of 5.280~14.08 μg/mL. The average recovery rate was 95.8%. **Conclusion** The method is appropriate for the quantitative determination of spinosin.

Key words the seed of *Ziziphus jujuba* Mill. var. *spinosa* (Bunge) Hu ex H. F. Chou; spinosin; RP-HPLC

酸枣仁为中医首选安神药。《中国药典》2000年版一部收载其为鼠李科 (Rhamnaceae)植物酸枣 *Ziziphus jujuba* Mill. var. *spinosa* (Bunge) Hu ex H. F. Chou的干燥成熟种子[1]。其味酸性平,归肝、胆、心经,主要用于治疗虚烦不眠、惊悸多梦、体虚多汗、津伤口渴等症。研究表明酸枣仁中黄酮碳苷为酸枣仁镇静催眠的有效成分之一[2,3],但迄今其含量测定方法在国内未见报道。本文首次采用 RP-HPLC法对酸枣仁中黄酮碳苷进行含量测定,该法简便、快速、灵敏度高,适合常规定量分析。

1 仪器、试剂和对照品

LC-10A高效液相色谱仪 (日本岛津公司), SPD-10A紫外检测器 (日本岛津公司), C-R6A积分仪。

乙腈、甲醇为色谱纯,水为重蒸馏水,石油醚、正丁醇均为分析纯,黄酮碳苷对照品由中国药科大学生药学教研室李萍教授提供 (纯度为 98.1%),酸枣仁生品药材和炒品药材分别购自辽宁朝阳、山东济南、山东泰安、河北安国 (均经沈阳药科大学生药鉴定研究室许春泉高级工程师鉴定)。

2 色谱条件及系统适用性实验

色谱柱: Hypersil-C_{18} (4.6 mm× 200 mm,

* 收稿日期: 2001-03-20

作者简介: 李玉娟 (1975-),女,现在沈阳药科大学攻读药物分析学博士学位。

毕开顺 (1956-),男,河北丰南人。1990年毕业于沈阳药科大学,获理学博士学位; 1991-1994年赴香港中文大学中药研究中心从事博士后研究工作。现任沈阳药科大学副校长,药学院院长,教授,博士研究生导师。长期从事中药质量标准化研究工作,已发表学术论文 70余篇。

Tel (024) 23843711-3363 E-mail ksbi@mail.sy.ln.cn