

硅胶 G薄层板上,展开,扫描,测定各斑点的峰面积积分值。以点样量为横坐标,斑点峰面积积分值为纵坐标,绘制标准曲线。异秦皮啶在 0.05~ 0.25 μ g 呈现良好的线性关系,回归方程为: $Y=106.8X-2.81$, $r=0.995$

2.4 稳定性试验: 于硅胶 G薄层板上,点异秦皮啶对照品溶液 3 μ L,展开,晾干,每隔 5 min扫描一次,持续 1 h,峰面积的 $RSD=1.32$, ($n=11$),结果基本不变,稳定性良好。

2.5 精密度测定: 取供试品溶液,于硅胶 G板上交叉点供试液 5 μ L各 5份,对照品 3 μ L各 4份,扫描测定,计算结果供试品中异秦皮啶含量的 $RSD=2.88\%$, ($n=5$)

2.6 重复性测定: 取同法制备的供试品溶液,按 2.1测定条件,于 5块硅胶 G薄层板上,分别交叉点供试品溶液 5 μ L 5份,对照品溶液 3 μ L 4份,进行薄层荧光扫描测定,计算供试品中异秦啶的含量,结果其 $RSD=2.27$, ($n=5$)

2.7 回收率测定: 精密量取供试品溶液 5 mL,异秦皮啶对照品溶液 (0.537 25 mg/mL) 0.25 mL于分液漏斗中,加水稀释至 20 mL,氯仿萃取 2次 (20, 15mL),合并,回收溶剂,氯仿定容至 5 mL,摇匀,作为加样混合液。取本品 10 mL同法制备样品液。在同一块硅胶 G薄层板上,相距 2 cm分别点混合液 3 μ L,样品液 3 μ L,对照品溶液 3 μ L各 2份,展开,取出,晾干,扫描,用外标法测定,5次加样回收率测定

结果为 100.8%, $RSD=2.06\%$ 。

取刺五加阴性液 10 mL,加异秦皮啶 (0.537 25 mg/mL) 0.5 μ L,同法制备空白回收液,在硅胶 G薄层板上点 3 μ L,同上法操作展开、扫描,5次空白回收率的平均值为 99.85%, $RSD=2.35$

2.8 样品中异秦皮啶的测定: 取 10批样品,按 2.1 2.2项下测定方法进行样品制备及荧光扫描测定,结果见表 1

表 1 养血升白口服液中异秦皮啶的含量 ($n=3$)

批号	异秦皮啶含量 (mg/g)	批号	异秦皮啶含量 (mg/g)
0205	161	0.514	175
0208	146	0814	136
0213	116	0816	117
0502	178	0820	177
0508	182	0825	182

3 讨论

3.1 按供试品溶液制备方法,氯仿萃取 (20 mL, 15 mL $\times$ 5) 6次,分别回收溶剂,定容,进行薄层荧光扫描测定,结果前 2次异秦皮啶的含量占总量的 97.42%,故用氯仿萃取 2次即可。

3.2 本法方法灵敏,精密度高,为控制本品质量提供了一个可靠的方法。

参考文献:

[1] 王浴生. 中药药理与应用 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1983.
[2] 沙世炎,徐礼,严敏加,等. 中药有效成分分析法 (上册) [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1980.
[3] 赵体慧,邓秀兰,叶玉兰,等. 刺五加冲剂中异秦皮素的薄层扫描 [J]. 南京药学院学报, 1986, 17(1): 52
[4] 傅克治. 中国刺五加 [M]. 哈尔滨: 黑龙江人民出版社, 1987.

不同提取工艺对金银花中绿原酸提取率的影响

李志华,许让翻*

(解放军第 146医院,山东 临沂 276001)

绿原酸为众多中药材 (如: 金银花、茵陈、杜仲等) 中抗菌、消炎利胆的主要有效成份^[1]。绿原酸的提取方法较多,目前主要有水提醇沉法、水提石灰乳沉淀法、醇提铅盐沉淀法、聚酰胺柱层析法、超滤法等^[2]。本实验比较水提醇沉法及超滤法对金银花中绿原酸提取率的影响,以确定最佳提取方法。

1 实验材料

金银花药材为忍冬科植物忍冬的花蕾 (山东省平邑县流峪镇产),绿原酸对照品 (中国药品生物制

品检定所提供), LC-10ATvp 高效液相色谱仪 (日本岛津公司), SPD-10Avp 紫外检测器 (日本岛津公司), 中空纤维超滤器分子计流量 (河北大城水净化设备厂)。

2 实验方法

2.1 样品的制备: 取金银花 1 kg,加水 8 L,煎煮 2 次,每次 1 h,滤过,滤液浓缩至 2 L,静置,滤过,备用。

2.1.1 超滤法: 取提取液 1 L,超滤,收集超滤液,

* 收稿日期: 2001-11-08

浓缩至 500 mL,静置,滤过,备用。

2.1.2 水提醇沉法: 分别取提取液 200 mL,共 3 份,浓缩至 50 mL,分别加乙醇,使含醇量达 70%, 75%, 80%, 静置 48 h,滤过,回收乙醇,加水至 100 mL,静置,滤过,备用。

2.2 总固体测定: 分别精密吸取样品溶液 10 mL (相当于含金银花 10 g),置干燥至恒重的蒸发皿中,水浴蒸干,105℃干燥 3 h至恒重,取出,置干燥器中,冷却 30 min,迅速称重,计算。

2.3 色谱条件与系统适用性试验: 色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;乙腈-4%醋酸-水 (45: 255: 200)为流动相;流速: 0.7 mL/min;检测波长: 324 nm

2.4 对照品溶液及供试品制备: 精密称取绿原酸 5 mg,加甲醇溶解并加流动相稀释得 50 μg/mL 的对照品溶液。精密取样品液 10 mL,置水浴蒸干,用甲醇溶解,转移至 50 mL 量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,即得供试品溶液。

3 结果

分别取对照品溶液及样品溶液 20 μL,进样,依法测定。结果见表 1。

可见,直观看绿原酸的提取量,水提醇沉法 75%乙醇沉淀 > 80%乙醇沉淀 > 85%乙醇沉淀,从

含量看,超滤法 > 75%乙醇沉淀 > 80%乙醇沉淀 > 85%乙醇沉淀。因此,以上水提醇沉法提取,超滤法精制较好。

表 1 不同提取方法中绿原酸及总固体含量比较

方法	绿原酸 (mg/mL)	总固体 (mg/mL)	含量 (%)
超滤法	19.7	55.66	35.39
85%乙醇沉淀	6.3	92.88	6.78
80%乙醇沉淀	21.2	88.69	23.90
75%乙醇沉淀	22.2	95.16	23.33

4 讨论

乙醇沉淀的浓度越高,绿原酸含量越低,可能是由于醇沉过程中伴随吸附和包夹致使绿原酸有不同程度的损失所致^[3]。

文献报道^[4]醇沉法对绿原酸的保留明显比超滤法低,如金银花注射液中绿原酸含量超滤法为 33.81 mg/mL,而醇沉法为 30.87 mg/mL。与本研究不尽一致,可能是由于样品量少,中空纤维吸附所致。

参考文献:

- [1] 林启寿. 中草药成分化学 [M]. 北京: 科学出版社, 1977.
- [2] 高锦明, 张敏灵, 赵晓明, 等. 绿原酸分布、提取与生物活性研究综述 [J]. 西北林学院学报, 1999, 14(2): 56.
- [3] 李稳宏, 吴红, 李多伟, 等. 两种醇沉方式对杜仲水提液中绿原酸含量的影响 [J]. 陕西师范大学学报, 1997, 25(1): 64-66.
- [4] 孟根达莱, 刘栓娣, 青格乐. 醇沉工艺对中成药质量的影响 [J]. 中成药, 1996, 18(3): 516.

江汉大学 武汉黄陂卫校招生

我校是由省教育厅及武汉市教委批准的全日制院校。创建于 1958 年,本校师资雄厚、教学设施齐全,常年面向社会招收应往届初、高中毕业生及在职人员,年龄地区不限。对部分优秀学生可免试保送上级院校深造。层次分本科、大专、中专,学习形式分业余函授和脱产。专业设置: 临床医学、口腔医学、中医、中西医结合、药剂、中药、护理、美容医学、妇幼医学、预防医学、检验、麻醉学、医学影像、计算机应用、法律、英语、文秘、财会、市场营销、旅游、工民建、电子、国贸、金融、中文、行管、机电、广告、教育管理、小教、幼师、工商管理、新闻、经济管理、服装、艺术设计、电力、水利、园艺等。凡参加脱产和业余函授学习考试合格可发教委验印,在国家教委电子网站注册,国家承认学历的毕业证书。在职者参加业余函授够条件者可提前毕业。本校还与外校联办本世纪的热门职业: 经营管理师、策划师、心理咨询师资格证书班。本校办学灵活,如有特殊要求请直接来电咨询。另本校面向全国招聘代理招生员和联合办业余函授班。报名方法: 从当地邮局汇报名费 10 元,本校即寄详细招生简章及登记表。汇款单位必须写清详细地址、姓名、邮编,不必另来信。

汇款及来函请寄: 湖北省武汉市汉口江岸区黄孝河路 109 号学院及卫校招办 宋兰英老师收
邮编: 430015 咨询电话 (每日 7:30-21:00 点): 027-82653323 82634367 82634465 此广告长年有效。

美国 ALPHA 实验室认可
美中国际合作中国企业

葡萄籽提取物

(原花青素 ≥ 95%)

专业生产厂家

电话: 0086-022-26721040; 26723305; 26737125

传真: 0086-022-26721041



网址: <http://www.jf-natural.com.cn>

Tianjin Jianfeng Natural Product R & D Co., Ltd

天津尖峰天然产物公司

天津北辰科技园南路