

C 水浴中浸取 30 min,然后超声提取 1 h,放至室温,甲醇定容至刻度,摇匀,0.45 μm 滤膜滤过,取滤液 10 μL 直接进样测定,由回归方程计算浓度,求得两面针中氯化两面针碱的含量为 0.16%。

2.6 加样回收率:精密称取已知含量的两面针粉末,置 25 mL 量瓶中,准确加入一定量的氯化两面针碱,依法提取测定,计算回收率,结果见表 1。

表 1 加样回收试验结果(n=3)

加入 (μg/mL)	测得 (μg/mL)	回收率 (%)	平均 RSD (%)
9.3895	9.0882	96.7	97.7 0.82
7.3415	7.2193	98.3	
5.2935	5.1838	97.9	

3 讨论

Determination of Nitidine Chloride in Shinyleaf Pricklyash(*Zanthoxylum nitidum*)

Zhang Shouyao, Wang Guifang, Zou Hengqin (Zhujiang Hospital, The First Military Medical University, Guangzhou 510282)

Abstract We have established a HPLC method for the determination of nitidine chloride in *Zanthoxylum nitidum* (Roxb.)DC.. The method was simple and accurate. The average recovery was 97.7% and RSD was 0.82%. The method can be used for the quality control of *Zanthoxylum nitidum* (Roxb.)DC..

Key words HPLC nitidine chloride *Zanthoxylum nitidum* (Roxb.)DC.

参考文献

1 中华人民共和国药典, 1995 年版一部. 广州: 广东科技出版社, 1995: 144
2 赖茂祥, 等. 中草药, 1992; 17(9): 554

(1997-07-21 收稿)

黄连提取工艺的研究

华西医科大学制药厂(成都 610041) 龚涛* 孙冰 欧阳雪梅 李成蓉 李晖

摘要 根据黄连中主要有效成分生物碱易溶于热水的性质, 采用正交设计筛选出黄连水提取的最佳工艺条件, 并分别以回流提取、连续回流提取方式, 比较水和 50% 乙醇作溶剂的提取效果, 结果显示二者基本相同。表明黄连水提取是完全可行的。

关键词 黄连 盐酸小檗碱 提取

黄连是一常用中药, 具有清热燥湿, 泻火解毒等功效^[1]。其主要有效成分是以盐酸小檗碱为代表的生物碱。其中药制剂一般使用一定浓度的乙醇提取^[2,3], 溶剂用量大, 价格较贵, 且需考虑设备、安全等方面的问题。为

降低黄连提取的成本, 我们根据黄连生物碱均为季铵碱, 水溶性大, 尤其盐酸小檗碱易溶于沸水的性质^[4], 设计以水为溶剂的提取方法, 并与相应醇提法进行比较, 结果表明水提法是完全可行的。

* Address: Gong Tao, Pharmaceutical Factory, West China University of Medical Science, Chengdu
龚涛 男, 29 岁, 助理工程师。1995 年毕业于华西医科大学药学院药剂专业, 获硕士学位, 现在华西医科大学制药厂工作。一直从事中西药物新制剂的开发及其应用基础的研究, 作为主研人员参与了“通窍鼻炎胶囊”等多种新药的研制工作。已发表论文 5 篇, 其中“顺铂白蛋白微球的制备”获四川省优秀论文奖。

1 实验材料与仪器

1.1 仪器与药品:HPLC 仪(PE 公司);对照品:盐酸小檗碱、盐酸巴马汀、盐酸药根碱(中国药品生物制品检定所);所用化学试剂为分析纯;硅胶 G 为青岛海洋化工厂出品。

1.2 实验材料:黄连购自成都市中药材公司,经鉴定为毛茛科植物黄连 *Coptis chinensis* Franch. (以盐酸小檗碱计含量为 79.2 mg/g)。

2 实验方法与结果

2.1 含量测定方法的建立:参照有关文献^[5],采用 HPLC 法测定黄连主要有效成分盐酸小檗碱的含量。

2.1.1 色谱条件:色谱柱:Shimpack CLC-ODS 柱(150 mm×6 mm);检测波长:340 nm;流动相:0.4 mol/L 硝酸铵-甲醇(52:48);柱温:30℃;流速:1.0 mL/min。

2.1.2 供试品的制备:精密量取相当于黄连药材 0.1 g 的提取液,减压浓缩至干,加盐酸-甲醇(1:100)溶解残渣,定容至 100 mL 作为供试品溶液。

2.2 正交试验筛选水回流提取工艺

2.2.1 正交试验设计:根据初步预试的结果,拟定 4 种因素,每种因素选择 3 个水平(表 1),按 $L_9(3^4)$ 正交试验设计(表 2)对黄连进行回流提取实验。

表 1 因素水平表

	A	B	C	D
	药材粉碎度	回流时间(h)	回流次数(次)	加水量(倍)
1	未粉碎	1.0	2	5
2	黄豆大小	1.5	3	8
3	粗粉	2.0	4	12

2.2.2 操作方法:称取不同粉碎度的黄连药材 15.0 g,以少量水浸泡 1 h 后,按表 2 选择的因素和水平,加水回流提取,趁热过滤,滤液供测试。

2.2.3 水回流提取工艺的确定:就实验所得结果进行直观分析见表 2。根据极差值 R_j 可以看出,各因素对黄连中盐酸小檗碱提取量的影响按 D、C、A、B 顺序递减,较好的工艺条件是 $A_3B_2C_3D_3$ 。以此提取黄连,盐酸小檗

碱提取量为 62.59 mg/g,与表 2 中试验 8 仅提取 2 次相比,虽然提取量略有增加,但提取液增加 1 倍量。因此,从生产中降低成本、节省原材料考虑,水回流提取的最佳工艺条件应为 $A_3B_2C_1D_3$,即将药材粉碎成粗粉,回流提取 2 次,每次 12 倍量的水,加热 1.5 h。

表 2 $L_9(3^4)$ 试验安排及实验结果

	1 A	2 B(h)	3 C(次)	4 D(倍)	盐酸小檗碱 提取量(mg/g)
1	1	1	1	1	33.27
2	1	2	2	2	54.17
3	1	3	3	3	57.25
4	2	1	2	3	51.29
5	2	2	3	1	47.83
6	2	3	1	2	44.69
7	3	1	3	2	59.91
8	3	2	1	3	57.73
9	3	3	2	1	50.07
I_j	144.69	144.47	135.69	131.17	
II_j	143.81	159.73	155.53	158.77	
III_j	167.71	152.01	164.99	166.27	
$\bar{I}_j$	48.23	48.06	45.23	43.72	
$\bar{II}_j$	47.94	53.24	51.84	54.94	
$\bar{III}_j$	55.90	50.67	55.00	55.42	
R_j	7.96	5.18	9.77	11.70	

2.3 不同溶剂提取效果的比较

2.3.1 回流提取:称取 15.0 g 黄连粗粉 2 份,分别以水、50%乙醇为溶剂,按正交设计筛选出的最佳工艺条件进行回流提取。

2.3.2 连续回流提取:称取 15.0 g 黄连粗粉 2 份,置于索氏提取器中,分别以水、50%乙醇为溶剂,加热连续回流提取至浸出液接近无色(6 h)。水作溶剂时,索氏提取器适当减压,使与乙醇回流速度基本相同。

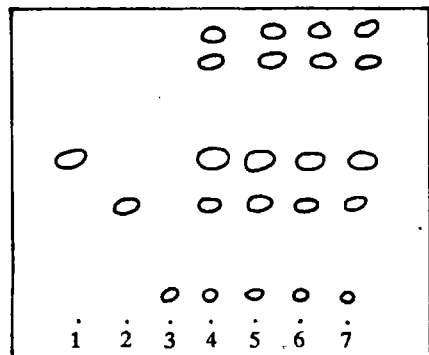
2.3.3 结果比较:测定上述各提取液中盐酸小檗碱量,结果见表 3。可以看出,相同提取方式两种溶剂提取量无明显差异。

表 3 不同提取方法的盐酸小檗碱提取量(mg/g)

提取方式	回流提取	回流提取	连续回流提取	连续回流提取
溶剂	水	50%乙醇	水	50%乙醇
盐酸小檗碱	57.73	62.60	65.67	68.46

另将上述提取液各取适量点于同一硅胶 G 薄层板上,以苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(6:3:1.5:1.5:0.5)为展开剂,浓氨水平衡 15 min,展开,取出,晾干。置紫外

光灯(365 nm)下检视(见图1)。可见水、醇提取液的成分种类基本一致。黄连所含5种主要生物碱均存在。



1-盐酸小檗碱 2-盐酸巴马汀 3-盐酸药根碱
4-水回流 5-50%醇回流 6-水连续回流 7-50%醇连续回流

图1 不同提取液 TLC 图

3 小结与讨论

3.1 实验结果表明:回流提取或连续回流提取,水和50%乙醇提取黄连有效成分的效果

基本相同。因此,用水代替50%乙醇作溶剂,既可保证提取的质量,又能降低成本。

3.2 比较回流和连续回流两种提取方式,后者可多收得7.94 mg/g的小檗碱,但受热长达6 h,实际生产中还会更长。盐酸小檗碱性质很稳定,但黄连中其他生物碱在长的受热时间内会分解较多^[6]。故可根据不同的目的,选择适宜的提取方式。

3.3 在操作中应注意,盐酸小檗碱易溶于热水,在冷水中溶解度很小,提取液除杂质应趁热过滤,以免盐酸小檗碱析出滤掉。

参考文献

- 1 阴健,等. 中药现代研究与临床应用(一). 北京:学苑出版社,1994:569
 - 2 中华人民共和国药典. 1995版(一部):610
 - 3 王杰,等. 中国药学杂志,1994;29(8):490
 - 4 肖崇厚,等. 中药化学. 上海:上海科技出版社,1987:102
 - 5 郭平,等. 华西医科大学学报,1991;22(1):90
 - 6 钱捷,等. 北京中医学院学报,1993;16(6):20
- (1997-10-20 收稿)

Study on the Extraction Process of Root of Chinese Goldthread (*Coptis chinensis*)

Gong Tao, Sun Bing, Ouyang Xuemei, et al (Pharmaceutical Factory, West China University of Medical Science, Chengdu 610041)

Abstract Based upon the fact that the main active principle alkaloids in root of *Coptis chinensis* are easily soluble in hot water, optimum water extraction conditions were explored by orthogonal tests in comparison with the conventional 50% ethanol extraction process. Results proved that the two methods gave very similar results, suggesting that water could be used to extract root of *C. chinensis*.

Key words *Coptis chinensis* berberine hydrochloride Extraction process

薄层扫描法测定益肾胶囊中大黄素

天津医科大学药学院(300070) 李惠芬* 张学敏

摘要 应用薄层扫描法对益肾胶囊中大黄素进行了定性定量方法研究,对实验条件进行优选,排除了干扰,结果满意,加样回收率为98.66%,RSD=1.04%。

关键词 益肾胶囊 大黄素 薄层扫描法

益肾胶囊是由大黄、附片等多味药材组成,大黄在处方中是主药之一,具有泻热毒、破积滞、行瘀血的功能,其泻下作用的主要成

分为蒽醌类苷及苷元,因此以大黄素作为大黄制剂的测定指标,应用双波长薄层扫描法测定了益肾胶囊中大黄素的含量。

* Address: Li Huifen, College of Pharmacy, Tianjin University of Medical Sciences, Tianjin