

表 两种不同工艺制备的生脉饮口服液成分与水提液成分比较

样品成分	总固体%	总黄酮 (mg/ml)	总多糖 (mg/ml)	总有机酸 (mg/ml)
水提原液组成	31.5	0.123	2.45	33.7
水提醇沉法	19.1	0.094	1.21	29.9
超滤澄清法	29.0	0.116	2.30	32.3

右观察样品的稳定性。结果发现,新工艺制备的生脉饮口服液在 18 个月贮藏期内仍为澄清透明、无沉淀生成;而原工艺制备的生脉饮口服液放置 6 个月左右,开始有不同程度沉淀产生,并有乳光出现。

3 结论

3.1 研究结果表明:用外压式中空纤维超滤

器精制生脉饮口服液,具有生产周期短、经济效果高等优点。

3.2 采用超滤技术可提高中药制剂的有效成分含量。

3.3 超滤技术制备的生脉饮口服液经“加速试验”后,无明显影响澄清度的沉淀生成。

参考文献

- 1 高以烜.膜技术基础.北京:科学技术出版社,1989
- 2 邵刚.膜法水处理技术.北京:冶金工业出版社,1991
- 3 国家环保局.膜分离及其应用.北京:中国环境科学出版社,1991
- 4 汤雅池.中药通报,1987,12(8):24
- 5 曹瑞敏.中国中药杂志,1989,14(3):40

(1995-08-15 收稿)

Studies on the Use of Ultrafiltration in the Preparation of Shengmaiying Oral Liquid

Liu Hongqian, Qin Lingbo, Jia Jinfu

Experiments on the use of ultrafiltration in the preparation of Shengmaiying oral liquid were carried out in comparison with the conventional preparation procedure. Results showed that the product obtained had a better clarity and less impurities. It is postulated that such technique can be used in the purification of many oral liquid preparations of compounded herbal formulations with efficient removal of impurities while retaining the main active principles. The selection of ultrafiltration equipment, its optimum working pressure, temperature and filtration rate were discussed.

野芙蓉籽油中维生素 E 4 种活体含量的液相色谱分析

中国林科院森林生态环境研究所(北京 100091) 王文芝*

摘要 用正、反相色谱法对野芙蓉种籽油中维生素 E4 种活性结构 α -、 β -、 γ -、 δ -分离定量,并对维生素 E4 种活性结构体在正、反相色谱柱上的保留机理进行初步探讨。

关键词 野芙蓉 维生素 E 高效液相色谱 含量测定

野芙蓉(*Malva rotundifolia*)是一种野生植物,其果肉油及种籽油中含有大量维生

素 E 及多种其他天然活性物质。因此野芙蓉油有极高的药用及营养价值,当前市场上已

* Address: Wang Wenzhi, Institute of Forest Ecology Environment of Chinese Forestry Academy of Sciences, Beijing

有不少野芙蓉油为主要成分的医药保健品。

本文采用正、反相高效液相色谱法分离定量野芙蓉种籽油中维生素 E4 种活性结构体的含量,分析结果每百克野芙蓉种籽油中含维生素 E 达 40mg,而其中活性最高的 α -体占 40%以上。

本文对维生素 E4 种活性结构正、反相色谱分析结果进行比较,并对维生素 E4 种活性结构在正、反相色谱柱上的色谱行为进行了初步探讨。

1 仪器和试剂

Waters 244 型高效液相色谱仪, M510 泵, UV486 紫外检测器, U6K 通用进样器, M730 数据处理机。所用试剂均为优级纯,水重蒸,经 0.45μ 滤膜过滤。维生素 E α -、 β -、 γ -、 δ -4 种对照品,色谱纯(Merck 公司)。

2 样品制备

2.1 标准样品:精密称取维生素 E4 种活性体各 50ml 于容量瓶中,加 5ml 乙醚溶解并用甲醇定容,摇匀后吸取 1ml 于 10ml 容量瓶中用甲醇定容,摇匀备用。

2.2 油样制备:直接进样:精密称取野芙蓉种籽油 500mg 于 25ml 容量瓶中,加 5ml 乙醚溶解并用甲醇定容,摇匀后经 0.5μ 滤膜过滤后待分析。

皂化提取:称取野芙蓉种籽油 5g(称准至 0.001g)于 250ml 锥形瓶中,加 2mol/L 氢氧化钾-乙醇溶液 50ml,在沸水浴上回流,加水 50ml,冷却,将冷却液转至 250ml 分液漏斗中,用乙醚 150ml 萃取 3 次,合并乙醚相,回收乙醚,残渣用甲醇溶解并定容,摇匀待测。

3 测定

3.1 正相色谱法:色谱条件:柱为 μ -Bondapak-NH₂(0.4×30 cm),流动相为 95%正己烷-5%异丙醇,流速 1.0ml/min,检测器 UV290nm,0.1AUFS。

测定:精密吸取对照样品溶液 10 μ l 进样分析得色谱图 1-1,在同样条件下吸取样品溶液 10 μ l 进样分析,得到色谱图 1-I,外标

法定量。

3.2 反相色谱法:色谱条件,柱 Novapak C₁₈($0.4 \sim 15$ cm),流动相 99%甲醇-1%水,流速 0.7 ml/min,检测器 UV 290 nm,0.1AUFS。

测定:精密吸取对照样品液 10 μ l 进行分析,得到色谱图 2-1,在同一色谱条件下,吸取样品溶液 10 μ l 进行分析,得到色谱图 2-I,外标法定量。

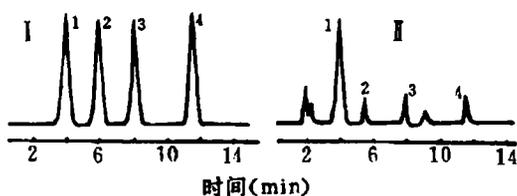


图 1 维生素 E4 种活性体正相色谱图

I-对照品 峰 1- α 、2- β 、3- γ 、4- δ

I-野芙蓉种籽油中维生素 E 峰同 I

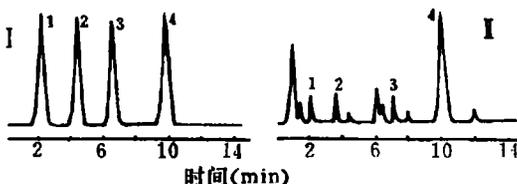


图 2 维生素 E4 种活性体反相色谱图

I-对照品 I-野芙蓉种籽油中维生素 E

峰号同图 1

4 结果与讨论

表列出正、反相色谱法得到野芙蓉种籽油中维生素 E4 种活性体含量,两种方法测定野芙蓉种籽油中的维生素含量。结构见图 3。

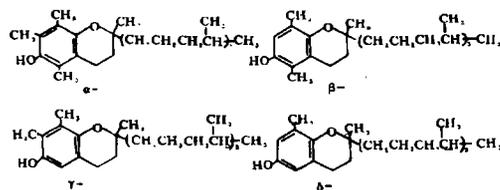


图 3 维生素 E4 种活性体结构

表 野芙蓉种子油中 VE 活体含量(mg/100g)

	α -	β -	γ -	δ -
正相色谱	18.44	6.28	4.32	9.15
反相色谱	19.62	7.14	4.88	7.22

从图中维生素 E4 种活性结构看,由于苯环上甲基个数及位置不同,分子极性不同,极性排列顺序为 $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \gamma \rightarrow \delta$ 依次增强。

从分子空间体积来看, $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \gamma \rightarrow \delta$ 依次变小。根据反相色谱原理,分子极性小,空间体积大的物质在色谱柱上保留值大,因此出峰顺序应是 $\delta \rightarrow \gamma \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ 。正相色谱的保留机理与反相色谱相反,其出峰顺序应是 $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \gamma \rightarrow \delta$ (图 1、图 2)。

Determination of the Content of Four Active Factors of Vitamine E in Oil of Running Mallow (*Malva rotundifolia*)

Wang Wenzhi

Analysis and determination of the content of four active factors of Vitamin E in *Malva rotundifolia* oil were carried out by normal and reverse phase HPLC. The retention mechanism on the normal and reverse phase columns of the four active factors was studied.

由于种子油中含有大量脂肪,直接溶解进样分析对于色谱柱污染较大,柱压易升高。为克服这一缺点,实验中试图采用皂化提取法,即先将油样皂化,去掉脂肪,再用乙醚从中提取不皂化物进行分析,分析结果是每 100g 种子油含 25mg 维生素 E,结果明显低于直接进样分析,主要是皂化过程中维生素 E 受到损失所致。

参 考 文 献

- 1 中国林科院分析中心. 现代实用仪器分析方法. 北京: 中国林业出版社, 1984
- 2 祁耀年, 等. 沙棘. 1995, 8: 1

高效液相色谱法测定复方制剂中阿魏酸和川芎嗪

北京医科大学

实验药厂(100083)
重点实验室

张立坤* 陈新旺
邹安庆

摘 要 用 RP-HPLC 同时测定复方制剂中阿魏酸和川芎嗪的含量,用 C_{18} 柱,甲醇-水(含 1% 冰醋酸)为流动相,检测波长 280nm,外标法定量。

关键词 HPLC 阿魏酸 川芎嗪 当归 川芎

《补阳还五汤》成方是由当归、川芎等数味药组成,具有活血化瘀的作用,其中当归、川芎的有效成分均含阿魏酸,川芎中含有川芎嗪,国内外文献均有报道用 HPLC 方法测定样品中的阿魏酸^[1~5]和川芎嗪^[6,7]的方法。为测定《补阳还五汤》方中有效成分的含量,本文研究同时测定复方制剂中的阿魏酸和川

芎嗪的含量,比分别单独测定要简便、省时。

1 实验方法与结果

1.1 仪器,试剂和药品:仪器:Varian 5500 高效液相色谱仪,DS651 数据处理仪,试剂均为分析纯,水为重蒸去离子水。

标准品:阿魏酸、盐酸川芎嗪(中国药品生物制品检定所);样品:医院药剂科提供。

* Address: Zhang Likun, Experimental Factory, Beijing Medical University, Beijing