

处测定吸收值(D)。根据对照品毫克数(Y)及吸收值D可得回归方程式 $Y=4.081\times 10^{-3}+0.5192D$, $r=0.9999(n=5)$ 。

2.2 样品溶液制备:取刺梨粗粉约5 g,精密称定,置索氏回流器中以乙醇回流提取4 h,滤过得醇液,小心于80℃恒温水浴蒸除乙醇至大约10 mL时,定量转移到25 mL容量瓶中,以乙醇定容备用。

2.3 样品总黄酮含量测定:精密吸取上述样品液0.1 mL置于具塞刻度试管中,加乙醇使成5 mL,摇匀后精密加入2.5% $AlCl_3$ 溶液3 mL及10% KAc溶液5 mL,摇匀后,室温放置40 min,于420 nm处

测定吸收值 $D_{\#}$ 。根据回归方程计算样品总黄酮含量,见表1。

表1 刺梨中总黄酮含量测定结果

样品称重(g)	样品吸收值(D)	样品含量(%)
$W_1=5.1826$	0.670	1.697
	0.667	1.690
	0.670	1.697
$W_2=5.1515$	0.660	1.683
	0.657	1.675
	0.660	1.683

(1998-03-31 收稿)

叶绿素铜钠盐制备工艺的改进

南京中医药大学文献所(210029) 尹 莲*

叶绿素衍生物制备成盐,具有特殊的稳定性和独特的功能^[1],耐光性好,色泽绿亮,食品、化工等行业用作着色剂;临床上治疗传染性肝炎等^[2]。

我国主要以蚕砂为原料提取叶绿素制备叶绿素铜钠盐。国内外制备叶绿素铜钠盐的工艺由于使用设备的规模和特点不同而有区别^[3],主要有两种典型工艺,一种是先皂化后铜代,另一种是先铜代后皂化。工艺中均将浸提和皂化工序分开进行。叶绿素不稳定,在浸提过程中,见光、受热时间长易被破坏。本文对现有制备叶绿素铜钠盐工艺进行了改进,将浸提和皂化工序合并,产品的纯度及得率得到满意的结果。

1 新工艺

1.1 工艺路线:蚕砂→浸提皂化→过滤浓缩→酸化铜化→置钙去杂→成盐干燥

a)浸提:1 kg 40目蚕砂粉末,加水软化,用95%乙醇2 500 mL浸没,加10% NaOH溶液,70℃左右的水浴浸提,抽滤,滤渣再浸提两次,合并滤液。

b)浓缩去杂:滤液在80℃左右水浴真空浓缩至原体积的一半,用等体积的石油醚萃取不皂化物,至石油醚层无色。

c)酸化置铜:取下层皂化液,加入10%硫酸铜溶液,调pH2~3,置沸水浴中,铜叶绿酸沉淀或漂浮

水面。

d)置钙去杂:将铜叶绿酸用热水洗涤,加入10% $Ca(OH)_2$ 溶液,调pH10~11,加热至60℃~80℃,搅拌20 min冷却过滤,沉淀用水洗涤4~5次,再用1%盐酸溶解沉淀,调pH为2~3,用水和30%~50%乙醇洗涤2~3次,得纯净的铜叶绿酸。

e)成盐:将纯净的铜叶绿酸用乙醇溶解,加入10%NaOH溶液,调pH11,过滤,水洗2~3次,真空干燥得墨绿色叶绿素铜钠盐粉末10.6 g。

1.2 理化指标检测:各项理化指标参照国家标准^[4]。

2 结果与分析

2.1 产品质量:将叶绿素铜钠盐产品与市售的样品紫外分光光谱图比较,最大吸收峰分别在4400~410 nm、620~630 nm处,说明样品组成基本一致,各项理化指标均达到国家标准(表1)。说明改进的新工艺方法可行。

2.2 产品纯度:见表1

新工艺用碱性乙醇溶液提取叶绿素时,木质素,纤维素及蛋白质等物质会随之浸出,因此,增加了置钙纯化工序,即利用铜叶绿酸与 Ca^{2+} 在碱性条件下生成不溶性的叶绿素铜钙,而在pH为2~3时又转变成铜叶绿酸这一特性,有效地去除杂质,制备

* 尹 莲 36岁,助研,硕士学位。原在南京生物化学制药所从事天然产物制备工艺的研究,1996年调入南京中医药大学文献所从事中草药化学成分文献工作。主要科研成果有:茶叶主要品质成分紫外光谱法的快速测定、茶叶品质的快速模糊综合评判、茶多酚制备工艺的优化、叶绿素及其多种衍生物的制备、壳聚糖的制备及其在果品上的保鲜等。目前参加《中华本草》等书的编写工作。

出高纯度的叶绿素铜钠盐^[5,6]。

表 1 原、新工艺叶绿素铜钠盐样品的理化指标和含量

样品	外观	性能	pH 值	吸光比 (E405A/E430A)	总铜(%)	游离铜(%)	硫酸灰分(%)
市售	墨绿色粉末	易溶于水	9.50	3.8	5.2	0.017	20
原	墨绿色粉末	易溶于水	9.62	3.7	5.0	0.017	21
新	墨绿色粉末	易溶于水	9.50	3.4	4.8	0.011	21

吸光度比值(E405A/E630A)能反映样品的纯度,在标准范围内,比值小,纯度则高。新工艺与原工艺相比,纯度有所提高(表 1),说明新工艺能有效地去除杂质,提高产品纯度。

2.3 产品得率:叶绿素不稳定,见光受热易被破坏,而皂化后成为叶绿素钠盐,在碱性条件下稳定,受热 80℃以上都不易被破坏,产品质量,得率保持稳定。

参考文献

1 中国蚕学会. 蚕业资源综合利用论文资料选集. 1990: 122
2 华南农学院蚕桑系. 化学通报, 1978, 6: 28
3 吕译伦, 等. 广州食品工业科技, 1991, 1: 4
4 GB 3262-82
5 CN 1063704 A
6 JP 昭 57-1077064

(1998-04-20 收稿)

影响酸枣仁糖浆澄清度的因素

山东北方制药股份有限公司(淄博 255033) 张春风* 王继华

酸枣仁糖浆源于《金匱要略》中的经典方酸枣仁汤,为卫生部药品标准(1992)中药成方制剂所收载,由酸枣仁、茯苓等中药组成,为治疗神经衰弱、虚烦不眠之要药。本品按部颁标准所载的方法制备,其澄清度达不到标准要求。我们在不改变工艺,保证质量的前提下,对影响酸枣仁糖浆澄清度的因进行了实验研究。

1 方法与结果

1.1 挥发油的提取:称取川芎 120 g,加水浸泡 1 h,用蒸馏法收集蒸馏液 360 mL,再重蒸至 1:1,冷藏。
1.2 中药的提取:按部标(1993 年卫生部药品标准中药成方制剂第五册)方法提取,合并煎煮液,粗滤,备用。
1.3 pH 值对糖浆澄清度的影响:取上述备用液,用 pH 计测溶液 pH 值后,调 pH 值 4.5、5.0、5.5、6.06、6.26、6.6、6.8、7.0、7.2,静置 4 h,取上清液,过滤,观察溶液的澄清情况,结果 pH6.8 以下混浊,以上澄清。
1.4 体积质量比对糖浆澄清度的影响:取备用液,分别浓缩至 1.01、1.03、1.05、1.06、1.07、1.08 静置 4 h,取上清液过滤,观察溶液的澄清情况,结果体积比 1.06 以下稍混,1.6 以上基本澄清。

1.5 静置时间对溶液澄清度的影响:取备用液,分成两份,分别静置 0、12、24 h,取上清液过滤,观察溶液澄清情况。结果 24 h 还稍混浊。
1.6 静置方法对溶液澄清度的影响:取备用液,分成两份,分别于室温、冰箱冷藏两种条件下储存 24 h 取上清液,过滤,观察溶液澄清情况,结果室温混浊,冷藏稍有混浊。

2 结果

影响澄清度的因素很多,但由实验结果可知,影响酸枣仁糖浆澄清度的主要因素有:1)pH 值对澄清度的影响:当溶液 pH 值调至 6.8~7.2 时,该糖浆的澄清度最佳,而低于 6.8 时,澄清度较差;2)当溶液浓缩至 1.06 时制成的成品澄清度好;3)静置时间对澄清度的影响:静置时间长(24 h),制成的成品澄清度好;4)静置方法对澄清度的影响:冰箱冷藏放置后制成的成品较室温放置制成的成品澄清好。因此,该糖浆的制备工艺为:将备用液浓缩至 1.06 左右时,调 pH 值至 6.8~7.2 之间,放入冰箱冷藏 24 h 以上,然后按部标工艺制备。

3 讨论

酸枣仁糖浆处方中药中含酸枣仁皂苷等含羟基、酚羟基的成分,用 NaOH 调 pH 值近中性,这些

* 张春风 女,工程师,执业药师,1990 年毕业于黑龙江中医药大学中药系,获学士学位,从事过三、四类新药研究,发表论文数篇。现任分公司质量部经理。