

结果的影响,结果见图 2

综上萃取的最佳条件为:压力 41 364 Pa;温度 60℃;改性剂 0.2 mL乙醇;动态萃取体积 4 mL;静态萃取时间 4 min

3.2 对样品的水解,经试验:10 mL的萃取液加入 1.5 mL 25% 盐酸液水解 30 min,水解完全

3.3 在我们所测的样品中,未发现异鼠李素的存在

3.4 采用本法测定银杏叶粗提取物中黄酮苷的含量,方法简便,快速,重现性好

3.5 文献报道^[7]在测定槲皮素和山柰素时有拖尾现象,本文的色谱条件两者分离度好,峰形对称,杂质无干扰

参考文献

- 1 Beek T A. J Chromatogr, 1991, 543-375.
- 2 Hasler A, et al. J Chromatogr, 1992, 605(1): 41
- 3 栗晓黎,等. 药物分析杂志, 1998, 18(3): 186
- 4 Chester T L, et al. Anal Chem, 1994, 66 106
- 5 Jerry W K. J Chromatogr Sci, 1990, 28(1): 9
- 6 Sanagi M M, et al. J Chromatogr Sci, 1993, 31(1): 20
- 7 谢大年,等. 色谱, 1994, 12(5): 384

(1999-02-04收稿)

纤维素酶在黄连提取工艺中的应用

黑龙江省医药工业研究所(哈尔滨 150040) 马桔云* 赵晶岩 姜颖** 于喜水

摘要 用黄连提取小檗碱之前,经纤维素酶进行酶解,可以提高小檗碱的收率,从而考察是否可将纤维素酶用于其它中药材的提取中,达到提高有效成分收率的目的

关键词 纤维素酶 酶解 盐酸小檗碱

近年来,纤维素酶在国外各个领域得到广泛应用,例如:食品工业,饮料工业,制取各种糖类以及提取天然产物等。然而我国的工业化用酶目前仍不普遍。大部分的中药材的细胞壁是由纤维素构成的,植物的有效成分往往被包裹在细胞壁内;纤维素则是由β-D-葡萄糖以 1,4β-葡萄糖苷键连接,用纤维素酶酶解可以破坏β-D-葡萄糖键,使植物细胞壁破坏,有利于对有效成分的提取。根据这个原理,我们选用黄连提取小檗碱,对其加酶组和未加酶组进行对有效成分小檗碱提取的影响

1 实验材料和药品

纤维素酶粗品(活力单位 2 000 U/g)海林万力达集团公司提供;盐酸小檗碱对照品中国药品生物制品检定所提供;黄连为黑龙江省药材站购进,经黑龙江省医药工业研究所生药鉴定室王有志副主任药师鉴定为毛茛科植物黄连 *Coptis chinensis* Franch.的根茎;日本岛津 CS-930双波长薄层扫描仪

2 实验方法与结果

2.1 黄连中小檗碱提取工艺^[1]:黄连粗粉 50 g(酶解) $\xrightarrow[\text{pH5 } 40^{\circ}\text{C 水浴恒温 } 90 \text{ min}]{\text{3倍量的水浸泡, } 0.3\% \text{ H}_2\text{SO}_4}$ 置渗漉筒中

$\xrightarrow[\text{收集渗漉液 } 500 \text{ mL}]{0.3\% \text{ H}_2\text{SO}_4 \text{ 渗漉}}$ 渗漉液 $\xrightarrow[\text{沉淀,抽滤}]{\text{用石灰乳调 pH } 10 \sim 12}$ 滤液 $\xrightarrow[\text{搅拌充分溶解,静置 } 24 \text{ h,得粗品 } 60^{\circ}\text{C 烘干}]{\text{用浓 HCl 调 pH } \sim 2 \text{ 加精制食盐使含盐量达到 } 7\%}$ 干燥粗品

2.2 黄连中小檗碱的酶提取工艺:

此工艺比原工艺多了一步酶解实验,即每克生药 10 U 的量(0.25 g)加入纤维素酶,充分搅拌,其它工艺同原工艺 2.1

2.3 薄层层析:将加酶粗提取物甲醇溶液(1),未加酶粗提取物甲醇溶液(2),盐酸小檗碱甲醇溶液(3),于硅胶 G 薄层板上展开,取出,晾干,紫外灯下观察比较。

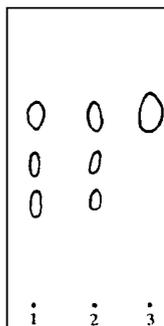


图 1 层析图

展开剂:正丁醇-冰醋酸-水(7:1:2),展距 10 cm 层析结果见图 1

2.4 收率与提取结果的比较:对不同工艺提取物进行含量测定^[2],结果见表 1

3 小结与讨论^[2]

从纤维素酶提取黄连有效成分小檗碱实验中,可以初步看出,在纤维素酶的作用下,小檗碱提取量大大提高,由 t 检验可以看出 P < 0.01,两种工艺提

* Address: Ma Juyun, Heilongjiang Institute of Pharmaceutical Industry, Harbin

马桔云 女,1984年毕业于黑龙江中医学院,医学学士,副主任药师,黑龙江医药工业研究所植化研究室主任。主要从事中药的开发与新药的研究。参与多个新药的研究,在《中成药》《中国中药杂志》《黑龙江医药》等学术刊物上发表论文 20余篇。

** 黑龙江完达山制药厂

表 1 加酶与未加酶提取小檗碱含量 (%)

	加酶法	未加酶法	P
I	3.633	2.107	
II	3.663	2.079	
III	4.965	3.020	
IV	4.424	2.415	
V	4.483	2.953	
VI	4.2336	2.5148	<0.01

取方法对比,有极显著差异。新工艺只是比原工艺多了一步向其中加入了 0.25 g 纤维素酶,其它各步都是完全平行进行的,因此可以否认由于实验不平行

引起的提取量的差异。通过薄层层析可以看出加酶组提取的成分与未加酶组提取的成分一致,说明酶的加入对所提有效成分没有影响,因此考虑是否将它用于黄连提取的工业化中,能否将其用于其它天然产物的提取,需考虑酶的浓度、底物的浓度、温度、酸碱度、抑制剂和激动剂等对提取物有何影响,有待进一步深入探讨。

参考文献

- 1 唐得时主编. 中药化学. 北京: 人民卫生出版社, 1996 38
- 2 李红,等. 中草药, 1994, 25(3): 6

(1999-6-25 收稿)

胃炎康胶囊质量标准研究

江西省药品检验所(南昌 330046) 钟瑞建* 叶久之
江西婺源制药厂 喻俞俊

摘要 制订胃炎康胶囊质量标准,对白芍、桂枝进行了薄层色谱鉴别,用薄层扫描法测定了盐酸小檗碱的含量,结果:平均回收率 98.6% ($RSD=1.9\%$, $n=6$),标准曲线 $r=0.9998$ 重复性 $RSD=2.05\%$ ($n=6$),同板精密度 $RSD=1.62\%$ ($n=6$)。方法稳定、可靠,可作为该制剂的质量控制方法之一。

关键词 盐酸小檗碱 含量测定 白芍 桂枝 薄层色谱鉴别

胃炎康胶囊由白芍、黄连、桂枝、高良姜、甘草、柴胡组成,功能为舒肝和胃,缓急止痛。主治胃脘疼痛,呕恶泛酸,用于十二指肠溃疡,胆汁返流性胃炎,慢性胃炎等,收载于卫生部颁标准。为了有效地控制其质量,我们对白芍、桂枝进行薄层色谱鉴别,用薄层色谱法测定了小檗碱的含量。

1 仪器与试药

CS-930双波长薄层扫描仪(日本岛津),SPU-1自动喷雾显色仪(日本岛津),PBQ-1薄层自动铺板器(重庆),CQ-250超声波清洗仪,微量毛细管(美国 Drummond公司)

白芍对照药材、桂皮醛、盐酸小檗碱对照品均为中国药品生物制品检定所提供;胃炎康胶囊为江西婺源制药厂生产,批号为:980307,980312,980407,980410,980411,980821,980824,980826;硅胶为青岛海洋化工厂出品,其它试剂均为分析纯

2 薄层鉴别

2.1 白芍鉴别:取本品 3粒内容物,加无水乙醇 30 mL,超声处理 30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 1 mL使溶解,作为供试品溶液。另取白芍对照药材

1 g,同法制成对照药材溶液。再按处方取不含白芍的其它药材,按本品工艺及上述供试品制备方法,制成阴性对照溶液。吸取上述供试品和阴性对照溶液各 $5\mu\text{L}$,对照药材溶液 $2\mu\text{L}$,分别点于同一以羧甲基纤维素钠制成的硅胶 H薄层板上,以甲苯-醋酸乙酯-甲酸(5:4:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 2% 三氯化铁乙醇溶液,热风吹至斑点显色清晰。供试品色谱中在与对照药材色谱相应的位置上,显相同的紫色斑点, R_f 值约 0.62,而阴性对照无干扰,见图 1-A

2.2 桂枝鉴别:取本品 10粒,倾出内容物,研细,加乙醇 10 mL超声处理 15 min,滤过,滤液作为供试品溶液。另取桂皮醛对照品,加乙醇制成每 1 mL含 1 mg的溶液,作为对照品溶液。另按处方取不含桂枝的其它药材,按本品工艺及上述供试品溶液制备方法,制成阴性对照溶液。吸取上述供试品和阴性对照溶液各 $10\mu\text{L}$,对照品溶液 $2\mu\text{L}$,分别点于同一以羧甲基纤维素钠制成的硅胶 G薄层板上,以石油醚($60^\circ\text{C}\sim 90^\circ\text{C}$)醋酸乙酯(17:3)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以二硝基苯胍乙醇试液。供试品色谱

* Address: Zhong Ruijian, Jiangxi Institute for Drug Control, Nanchang