

3.1 提取溶媒,以氯仿的提取效果较佳;提取方法,以索氏提取效果较佳;提取时间,回流 8 h可取得较高的收得率

3.2 曾试用中国药典^[2]荧光扫描法,但结果色谱峰图基线噪声很大,改用紫外光区对蛇床子素进行光谱扫描,所得光谱图最大吸收峰和谷底吸收峰分别为 λ_s = 325 nm和 λ_R = 271 nm,且基线噪声较小。同时两

种扫描法所获的回归方程相关系数为: 荧光扫描法 r = 0. 994,紫外双波长反射扫描法 r = 0. 998,考虑以上两个因素,最后选取紫外反射双波长扫描法

参考文献:

[1] 孙丰年. 中药辞海 [M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1997.

[2] 中国药典 [S]. 一部. 2000.

抗病毒口服液 中连翘苷的含量测定

张庆伟¹,王润岭¹,李惠芬¹,李军燕²
(1. 天津医科大学,天津 300203 2 中国中医研究院,北京 100070)

中图分类号: R927. 2 文献标识码: B 文章编号: 0253- 2670(2001) 09- 0804- 02

抗病毒口服液临床上用于治疗病毒性感冒,疗效确切,应用广泛。作为其中主要成份的连翘是处方中的主药,其所含连翘苷的含量的 高低,直接影响着抗病毒口服液的疗效。为此,本文采用 HPLC法测定抗病毒口服液中连翘苷的含量,监控其质量,获得满意结果

1 仪器于试药

仪器: Waters 高效液相色谱仪,含 515 溶剂输送泵,2487 型紫外检测器,Anastar 色谱工作站。

试药: 抗病毒口服液 (天津飞鹰制药有限公司提供),连翘苷对照品 (中国药品生物制品检定所提供),乙腈、甲醇均为色谱纯;大孔树脂 (D101,南开大学高分子所提供)

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Kromasil C₁₈柱 (4. 6 mm× 200 mm, 5 μ m);流动相: 乙腈-水 (30∶ 70),流速: 1. 0 mL/min,检测波长: 277 nm;柱温: 25 $^{\circ}$ C,进样量: 20 μ L

2.2 标准曲线制备: 精密称取连翘苷对照品 (于 105 $^{\circ}$ C 干燥 2 h) 5 mg 置 50 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,作为对照溶液。精密量取该溶液 0. 5, 1. 0, 2. 0, 3. 0, 4. 0 mL 分别置 25 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度。分别进样 20 μ L,得色谱图,计算连翘苷回归方程: $C= 7. 126 \times 10^{-6}A+ 0. 207, r= 0. 999\ 9$,连翘苷在 2. 0~ 16. 0 μ g/mL 范围内呈线性。

2.3 阴性溶液的制备: 同样品溶液方法制备阴性对

照溶液,按样品色谱条件测定,无干扰

2.4 样品的测定: 精密量取抗病毒口服液 25 mL 置分液漏斗中,用乙酸乙酯振摇提取 5 次,每次 20 mL。合并乙酸乙酯液,回收乙酸乙酯并蒸发至干,残留物溶于 60% 乙醇 5 mL 中,加于已处理好的大孔树脂柱 (1 cm× 20 cm),先用 30% 乙醇溶液 100 mL 冲洗,弃去洗液,然后用 60% 乙醇溶液 120 mL 洗脱,收集洗脱液,浓缩至干。残留物溶于少量甲醇并移入 10 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,进样 20 μ L,得色谱图,由回归方程计算连翘苷的含量。样品测定结果见表 1

表 1 3批样品测定结果					
批号	连翘苷的含量 (μ g/mL)			平均值	RSD
	1	2	3	(%)	(%)
20000901	5. 60	5. 65	5. 46	5. 57	1. 77
20000902	4. 96	4. 90	4. 85	4. 90	1. 12
20000903	5. 16	5. 09	5. 23	5. 16	1. 36

2.5 重复性实验: 同时提取抗病毒口服液 (20000902 批) 5 份,按上述方法制备样品溶液,分别进样,测定。计算出连翘苷的含量为 4. 81 μ g/mL, $RSD= 1. 49\%$ 。

2.6 加样加收率的测定: 精密量取抗病毒口服液 7 份,其中一份作为对照,另 6 份分别加入不同量的对照溶液,按样品测定方法操作,计算回收率为 98. 3%, $RSD= 1. 64\%$ 。

3 讨论

3.1 提取中用到的 30% 乙醇溶液,其浓度应准确,

(20) 收稿日期: 2001-02-18

浓度偏大时会使回收率降低,浓度偏小时样品溶液中杂质较多。

3.2 流动相我们曾采用甲醇-水系统,但分离结果不好,改用乙腈-水(30:70)系统后,得到改善,连翘苷的保留时间为17 min左右,峰形窄且对称。

3.3 实验中应保持柱温的基本恒定,否则影响实验结果的重现性。

参考文献:

[1] 中国药典[S].一部.2000.

[2] 聂东东,杨立娟,宋维秋,等. HPLC测定双黄连制剂中连翘苷的含量[J]. 中国药房,2000,11(6): 275.

昆明山海棠浸膏提取工艺

刘保珍,禹小平

(株洲市制药三厂,湖南 株洲 412000)

中图分类号: TQ461

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)09-0805-01

昆明山海棠根经醇提浓缩后制成的干浸膏,具有祛风除湿、舒筋活络、清热解毒之功效,用于类风湿性关节炎、红斑狼疮。本文采用正交试验法,以测定干浸膏生物碱含量为评价指标,对昆明山海棠浸膏提取进行优选考察。

1 实验材料

昆明山海棠根(湖南隆回药材公司);浸提所用乙醇为药用规格,所用试剂均为分析纯。

2 方法和结果

2.1 提取工艺:取昆明山海棠根,切成碎块,用50%乙醇浸泡1 h,每次规定乙醇用量、提取次数、合并滤液,减压回收乙醇,浓缩成稠膏,减压干燥成干浸膏。

2.2 含量测定:取本品7 g,精密称定,置200 mL锥形瓶中,加适量硅藻土混匀,加乙醇70 mL回流40 min,放冷,滤过,滤渣再加乙醇50 mL回流30 min,滤过,合并滤液,蒸干。残渣加盐酸溶液(1→100)30 mL,加热搅拌溶解,放冷,过滤,残渣用盐酸溶液提取3次,合并滤液于分液漏斗中,加40%氨试液使成碱性,用乙醚振摇提取4次,合并乙醚液用滤纸滤过,置蒸发器中,用低温水浴蒸去乙醚,残渣中加少许无水乙醇,蒸干,在100℃干燥至恒重,称重,计算即得。

2.3 正交设计:试验选择50%乙醇用量、提取次数、提取时间3因素,每因素3水平,以生物碱含量为指标,用 $L_9(3^4)$ 正交表安排试验。见表1、2。

3 结果与讨论

3.1 由表R值可知,B、C是影响提取效果的重要

因素,A为次要的,综合各因素K值和直接比较,A₂B₂C₂条件较好,加乙醇量定为3倍,重复最佳条件试验,生物碱含量0.728%,故确定工艺为加50%乙醇提取两次,每次1 h,首次加4倍量,第2次3倍量。

表1 因素水平表

水平	50%乙醇(倍)	提取时间(h)	提取次数
	A	B	C
1	2	0.5	1
2	3	1	2
3	4	1.5	3

表2 正交试验表

组号	A	B	C	生物碱 (%)
1	1	1	1	0.672
2	1	2	2	0.519
3	1	3	3	0.583
4	2	1	3	0.471
5	2	2	2	0.721
6	2	3	1	0.417
7	3	1	3	0.503
8	3	2	1	0.705
9	3	3	2	0.607
K ₁	0.591	0.549	0.598	
K ₂	0.536	0.648	0.616	
K ₃	0.605	0.536	0.519	
R	0.069	0.112	0.097	R _B > R _C > R _A

3.2 昆明山海棠片含量是以生物碱量为含量检验依据,由于中药提取成分复杂,提取时间长,生物碱量提高的同时其它物质提取量增加,造成生物碱相对含量下降,出现质量问题,在提取时间确定上应综合考虑。