

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: T Q 461 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、时间。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 °C 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 L₉(3⁴) 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, A 2B 2C 2 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。