

关系良好。

2.6 精密度试验:精密吸取对照品溶液 10 μ L,重复进样 6次,分别测定峰面积值,计算得 $RSD=1.53\%$ 。

2.7 重现性试验:取同一批次样品,按既定方法配制,得样品溶液 5份,进样测定,计算得 $RSD=2.06\%$ 。

2.8 稳定性试验:取样品溶液 1份,每隔 24 h 进样测定 1次,连续进样 5次,测定峰面积值,其 $RSD=1.25\%$ 。

2.9 加样回收率试验:取同一已知含量的山楂叶样品粉末,精密称取 5份,分别准确加入不同浓度的对照品溶液,各份均以样品测定项下方法测定,计算得平均回收率为 98.47%, $RSD=2.15\%$ ($n=5$)。

2.10 样品测定:取本公司生产的山楂叶提取物样品按样品溶液配制项下配制样品溶液,取 10 μ L注入高效液相色谱仪,计算吸收峰面积,外标法计算牡荆素含量,见表 1

表 1 山楂叶中牡荆素含量 ($n=5$)

批号	牡荆素含量 (mg/g)	$RSD(\%)$
20010528	8.705	1.93
20011025	7.912	1.41

3 讨论

3.1 在试验过程中,对流动相的选择,发现本体系的分离效果好,方法简便,易于试验操作。

3.2 本方法可以作为山楂叶中牡荆素含量的测定标准。

3.3 目前国外部分公司以牡荆素作为山楂叶提取物的主要指标,其含量要求 2%左右;国内以生产 2%牡荆素为指标的山楂叶提取物厂家的产品,经笔者试验发现牡荆素含量远远未达到其指标要求

参考文献:

[1] 杨利平,王春霖,王水利,等.山楂叶提取物对家兔血小板聚集和大鼠实验性心肌缺血的影响[J].中草药,1993,24(9):482-483.

[2] 江苏新医学院.中药大辞典[M].上海:上海科学技术出版社,1986.

[3] 中国科学院上海药物研究所.中草药有效成分提取与分离[M].第二版.上海:上海科学技术出版社,1983.

淫羊藿苷工业化生产工艺的研究

韩泽民,黄仁泉,代维正*

(西安高科实业股份公司天诚生物医药工程分公司,陕西 西安 710075)

淫羊藿苷来源于小檗科 (Berberidaceae)淫羊藿属 (*Epimedium*)植物,是一种 8异戊烯基黄酮苷类化合物,具有多种生理活性^[1]。国内外对淫羊藿苷研究报道的较多^[1~5],但以淫羊藿苷为指标的淫羊藿提取物生产工艺报道较少。本实验采用 HPLC检测方法,以淫羊藿苷为指标,对淫羊藿提取物生产工艺进行了研究

1 仪器与材料

日本岛津 LC-10A液相色谱仪,SPD-10A紫外检测器,KQ-250型超声清洗器(昆山市淀山湖检测仪器厂生产),DM 130大孔吸附树脂(山东鲁抗药业有限公司),双重蒸馏水,乙腈(色谱纯,二级),其他试剂为工业纯

淫羊藿药材经公司研究所鉴定,为 *E. brevicornu Maxim.*。淫羊藿苷对照品由中国药品生物制品检定所提供

2 实验部分

2.1 检测方法 (HPLC)^[6]:色谱柱:Zorbax SB-C₁₈ (150 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m);柱温:25 $^{\circ}$ C;流动相:甲醇-水-磷酸 (60:40:1);流速:1.0 mL/min;检测波长:270 nm;进样量:10 μ L;灵敏度:0.01 AUFS

2.2 提取

2.2.1 提取溶剂选择:根据文献报道^[6,7],分别取 50 g 淫羊藿干燥原料(粉碎料,地上部分,包括茎叶),乙醇或水各提取 3次 (1 h 次) 提取液分别浓缩烘干,干物质 HPLC检测,结果见表 1

表 1 乙醇提取与水提取效果的对比 (%)

溶剂	提取物产率	提取物淫羊藿苷含量	折原料中淫羊藿苷含量
乙醇	25.3	4.9	1.24
水	32.5	3.8	1.22

结果表明:乙醇提取效果与水提效果没有明显差异,因此工业化生产应用水提取更为可行。

* 收稿日期: 2001-11-26
作者简介:韩泽民 (1974-),男,吉林省临江市人,助理工程师,1998年毕业于吉林农业大学药用植物专业,现就职于西安高科实业股份公司天诚生物医药工程分公司,研究方向为天然植物有效成分的标准化提取分离和中药同代化应用工程。Tel (029) 8311380-111 Fax (029) 8318458 E-mail hzm8202002@yahoo.com.cn

2.2.2 提取:取淫羊藿干燥原料(地上部分,包括茎叶)4 kg,20倍量的水煎煮 4次,每次为 1 h 合并提取液,放凉沉降 12 h,取上清液减压浓缩至液重与原料重相同,放凉后备用。

2.3 分离精制

工艺路线:提取液→DM 130大孔吸附树脂吸附→蒸馏水洗脱杂质→低醇洗脱杂质→高醇洗脱有效成分→树脂再生。

2.3.1 洗脱剂醇度的筛选:在试验大孔树脂吸附乙醇洗脱过程中,采用了不同浓度的乙醇进行梯度洗脱。洗脱液分别浓缩烘干,对干物质进行 HPLC 检测。结果见表 2

表 2 不同浓度乙醇洗脱液的干物质及其中淫羊藿苷的测定(%)

乙醇浓度	干物质得率	淫羊藿苷含量
0(水)	7.0	0.12
20	2.2	2.12
35	1.5	8.18
45	0.8	40.03
55	1.2	59.71
60	0.9	47.79
70	0.6	2.10
80	0	0

结果表明:应用 DM 130大孔吸附树脂吸附,乙醇洗脱是可行的。综合 45%、55%、60%乙醇度洗脱,有效成分回收率为 87.4%。

2.3.2 生产实验结果:根据表 2中的实验结果,我们对生产工艺稍作调整,得到的洗脱液的干物质得率及其中淫羊藿苷含量见表 3

表 3 生产试验工艺结果(%)

乙醇浓度	干物质得率	淫羊藿苷含量
0(水)	8.0	0.11
40	2.5	8.32
60	2.2	52.30
80	2.0	2.5

结果表明:60%乙醇洗脱液部分占到总有效成分的 76.7%。该部分烘干粉碎,乙酸乙酯热溶后析晶,用 60%乙醇反复结晶,得淫羊藿苷精制品

3 结论

大孔吸附树脂已广泛应用于中药、食品、饮料等行业,工业应用技术已很成熟。本研究应用了 DM 130大孔吸附树脂进行淫羊藿提取物生产工艺的开发研究,取得了操作性强、过程易控制的生产工艺。该工艺已应用到实际生产中,已得到合格的淫羊藿提取物产品。

参考文献:

[1] 李文奎,林新,等.近年来国内淫羊藿甙研究概况[J].西北药学杂志,1995,10(3):138-141.

[2] 李文奎,张如意,肖培根.淫羊藿属药用植物研究进展[J].国外医药·植物药分册,1999,8(4):147-152.

[3] 郭宝林,肖培根.淫羊藿属药用植物的质量评价和资源开发前景[J].天然产物研究与开发,1996,8(1):74-78.

[4] 刘信顺,杨滨.淫羊藿属植物的化学成分[J].中草药,1990,21(9):36-40.

[5] 阎文玫,符颖.心叶淫羊藿黄酮类化学成分研究[J].中国中药杂志,1998,23(12):735-736.

[6] 王玉萍,郭宝林.仙灵骨葆胶囊中总黄酮及淫羊藿苷的含量测定[J].中草药,2000,31(10):741-742.

[7] 赵小寻,聂其霞.不同方法精制淫羊藿水提液对淫羊藿苷含量的影响[J].中国实验方剂学杂志,2000,6(6):3-5.

[8] 徐根旺,许保军.淫羊藿黄酮甙的分离[J].中草药,1986,17(8):10.

HPLC法测定病毒清液中绿原酸的含量

刘晓松¹,李丽华¹,姜平川²,韦洪^{2*}

(1. 广西出入境检验检疫局技术中心,广西南宁 530021; 2. 广西中医药研究所,广西南宁 530022)

病毒清液由金银花、连翘、柴胡等药味经适宜加工、提取制成的中成药口服制剂,具有辛凉解表、清热解毒的功效,主治风热感冒、咽喉疼痛、咳嗽黄痰等症。金银花是该药组方中的君药,其主要有效成分为绿原酸。近年来该药品有一定数量出口到东南亚等地,通过检测该药品中的绿原酸含量,对出口产品的质量控制和真伪鉴别具有很现实的意义。目前,绿原酸已广泛作为金银花及其制剂的质控指标,测定

的方法有分光光度法^[1]、薄层扫描法^[2]、HPLC法^[3]等。对于病毒清液,其成品中含有琼脂和大量蔗糖,化学成分复杂,测定的前处理要求较高。本实验建立了将其先加酸处理,再用醋酸乙酯提取制备溶液的 HPLC法。经实验证明,该方法准确、简便快速,是较理想的测定方法。

1 仪器与试剂

1.1 仪器:Agilent 1100型高效液相色谱仪,配自

* 收稿日期:2001-09-28