

characteristic ginsenoside in ginseng (*Panax ginseng*) and American ginseng (*Panax quinquefolius*) by TLC-scanning [J]. *Tradit Chin Herb Drugs* (中草药), 1999, 30(7): 540-541.

[2] Chu K D, Huang Y, Ye J C, et al. Capsule of Tanluotong by

TLC [J]. *Strait Pharm J* (海峡药学), 2005, 17(6): 64-67.

[3] Tian H, Huang H X. Investigation on quality of Shengmai Oral Liquid [J]. *Res Pract Chin Med* (现代中药研究与实践), 2004, 18(3): 43-44.

金银花水提工艺中绿原酸变化的研究

段晓颖

(河南中医学院第一附属医院 中药制剂实验室, 河南 郑州 450000)

金银花是常用药材之一, 主要成分为绿原酸和异绿原酸。该两个成分易溶于水和乙醇^[1]。为降低生产成本, 本实验选用廉价易得的水为提取溶媒, 以绿原酸的提取量为指标, 采用正交试验法优选金银花的最佳水煎工艺, 并考察金银花水煎液在浓缩、醇沉、干燥过程中绿原酸的损失率, 为指导金银花生产提供依据。

1 仪器与试药

Waters 2695 型高效液相色谱仪(自动进样器, 四元泵, 2996 型二极管阵列检测器), Empower2 工作软件, Sartorius cp225D 型电子天平。

金银花药材购自安徽亳州, 经鉴定为忍冬 *Lonicera japonica* Thunb. 的干燥花蕾; 绿原酸对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 110753-200413); 乙腈为色谱纯, 水为超纯水, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 绿原酸的 HPLC 法测定^[2]

2.1.1 色谱条件: 色谱柱为 Agilent Zorbax Eclipse SB-C₁₈ 柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-0.4% 磷酸溶液(13: 87); 检测波长: 327 nm; 柱温: 室温; 体积流量: 1.0 mL/min。

2.1.2 对照品溶液制备: 精密称取绿原酸对照品 4.8 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得(0.096 mg/mL)。

2.1.3 供试品溶液的制备: 各精密吸取正交试验水煎液及醇沉液适量(约相当于金银花 50 mg), 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 即得; 精密称取稠浸膏及干浸膏适量(约相当于金银花 50 mg), 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇 20 mL, 超声处理 20

min, 放冷, 加甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 即得。

2.1.4 测定法: 分别精密吸取绿原酸对照品溶液和供试品溶液各 5 μL, 注入液相色谱仪, 进样测定, 即得。

2.2 金银花水提工艺的优选

2.2.1 因素水平的确定: 选取加水倍数(A)、煎煮时间(B)、煎煮次数(C)作为考察因素, 每因素设计 3 个水平, 见表 1。

表 1 因素与水平

Table 1 Factors and levels

水平	因 素		
	A/倍	B/h	C/次
1	8	1	1
2	10	1.5	2
3	12	2	3

2.2.2 正交试验结果与分析: 取金银花 9 份, 每份 100 g, 按照 L₉(3⁴) 正交试验表设计, 加水煎煮, 测定煎液中绿原酸的质量浓度, 计算其提取量, 并进行方差分析, 结果见表 2、3。结果表明, 因素 A(加水倍数)有显著性差异, A₃ > A₂ > A₁; 因素 C(煎煮次数)具有极显著性差异, C₃ > C₂ > C₁, 选择最高水平 A₃C₃; 因素 B(煎煮时间)无显著性差异, 从节约生产时间和能源的角度考虑, 选择最低水平 B₁。金银花最佳提取工艺为 A₃B₁C₃, 即加水 12 倍, 煎煮 3 次, 每次 1 h。

2.3 醇沉各工艺步骤中绿原酸变化的考察: 按金银花最佳提取工艺制备水煎液, 减压浓缩至相对密度为 1.15 的浸膏。将浸膏边加乙醇边搅拌, 使乙醇体积分数达 50%, 静置 24 h, 滤过, 得醇沉液。醇沉液减压回收乙醇, 并减压浓缩成相对密度为 1.30 的稠

收稿日期: 2007-01-17

基金项目: 河南省科技攻关项目(0524420029)

作者简介: 段晓颖(1966—), 女, 河南郑州人, 副主任药师, 副教授, 医学硕士, 硕士生导师, 研究方向为中药新技术与新药研究, 在该领域获省级和厅局级奖 8 项。Tel: (0371)66233639 Fax: (0371)66245142 E-mail: dxy5288828@sina.com

表 2 L₉(3⁴)正交试验结果

Table 2 Results of L₉(3⁴) orthogonal test

试验号	A	B	C	D(空白)	绿原酸提取量/(mg·g ⁻¹)
1	1	1	1	1	20.4
2	1	2	2	2	26.8
3	1	3	3	3	30.0
4	2	1	2	3	28.0
5	2	2	3	1	28.9
6	2	3	1	2	21.8
7	3	1	3	2	31.3
8	3	2	1	1	23.5
9	3	3	2	3	28.5
I	77.2	79.7	65.7	77.8	
II	78.7	79.2	83.3	79.9	
III	83.3	80.3	90.2	81.5	
R	6.1	1.1	24.5	3.7	

表 3 方差分析

Table 3 Analysis of variance

方差来源	离均差平方和	自由度	方差	F 值	显著性
A	6.74	2	3.37	5.35	
C	1.06×10 ²	2	53.0	84.13	P<0.01
误差(B+D)	2.51	4	0.63		

F_{0.01}(2,4)=18.00

膏。将稠膏减压干燥成干浸膏。各工艺步骤中绿原酸的变化见表 4。结果表明,绿原酸在醇沉和干燥的工艺步骤损失较多。醇沉过程中损失的主要原因是沉淀对绿原酸的包裹和吸附,而干燥过程中的损失原因是由绿原酸的化学性质决定的,绿原酸是奎宁酸和咖啡酸的酯,对热不稳定。本实验采用 80℃减压干燥约 14 h,干燥温度较高,时间较长,因此损失大。建议在含有金银花药材的中成药生产中慎用醇沉工艺,并应采用较低的干燥温度。

3 讨论

统计学规定,正交试验的方差分析中,对于安排

表 4 绿原酸在各工艺步骤中的变化

Table 4 Change of chlorogenic acid in various technology processes

组别	绿原酸/(mg·g ⁻¹)	绿原酸转移率/%	绿原酸损失率/%
药材	34.1		
水煎液	30.9	90.6	9.4
相对密度为 1.15 的浸膏	28.7	92.9	6.4
醇沉液	20.5	71.4	24.0
相对密度为 1.30 的稠浸膏	17.6	85.9	8.5
干浸膏	8.5	48.3	26.6

了因素的列,如果离均差平方和很小,可将其并入误差中^[3]。在本实验的方差分析表中,因素 B 的离均差平方和比误差项 D 小得多,因此将二者合并,作为实验误差进行方差分析。

文献报道的金银花的提取工艺有水提石灰乳法、稀醇提取法^[4]。水提石灰乳法是以氢氧化钙溶液和混悬液作为溶媒,具有碱性,可引起绿原酸的水解;稀醇提取法是以 40%乙醇为溶媒,绿原酸的提取率虽较高,但成本也同时提高。本实验以正交试验法优选出了金银花的最佳水提工艺,绿原酸的转移率可达 90%,表明该工艺不但经济实用,而且科学合理。

References:

- [1] Wang B Q. Study on Quality Standard and Standard Substance for Chinese Medicine Preparation (中成药质量标准于标准物质研究) [M]. Beijing: China Medico-Pharmaceutical Science and Technology Publishing House, 1994.
- [2] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2005.
- [3] Liu Y F. Mathematical Statistics Method (数理统计方法) [M]. Jinan: Shandong University Press, 1992.
- [4] Xu D Y, Sheng J R, Tan Y Z. Study on optimum extraction process and comparison for chlorogenic acid in *Flos Lonicerae* [J]. J Guangxi Normal Univ: Nat Sci (广西师范大学学报:自然科学版), 2003, 20(2): 18-19.

RP-HPLC 法测定生白芍免煎饮片中芍药苷

蒋国强¹,杨水新²,叶勇²

(1. 湖州市药品检验所,浙江 湖州 313000; 2. 湖州市中心医院,浙江 湖州 313000)

生白芍为毛茛科植物芍药 *Paeonia lactiflora* Pall. 的干燥根,具有平肝止痛、养血调经、敛阴止汗功效,用于头痛眩晕、胁痛、腹痛、四肢痉挛、血虚萎黄、月经不调、自汗、盗汗等病症。免煎饮片是中药饮片改革的一个新产物,服用方便,清洁卫生,便于储

存与携带,越来越受到中医界的认同和广大患者的欢迎。白芍主要含有芍药苷、芍药内酯苷、羟基芍药苷等苷类成分^[1~4]。因此本实验采用 RP-HPLC 法对生白芍免煎饮片中芍药苷的测定方法进行了研究,为全面控制生白芍免煎饮片的质量提供了可靠