

大孔吸附树脂分离肿节风中异秦皮啉部位的质量评价^{*}

★ 何行真^{**} (江中集团 南昌 330096)

★ 徐国良 (江西中医学院现代中药制剂教育部重点实验室 南昌 330004)

★ 肖兵华 陈奇^{***} (江西中医学院 南昌 330004)

摘要:目的:对大孔吸附树脂分离肿节风的异秦皮啉部位进行质量评价。方法:采用 HPLC 测定肿节风及香豆素部位的异秦皮啉含量。结果:香豆素部位的异秦皮啉含量为 2.59%, 固体回收率为 11.2%, 异秦皮啉的回收率为 95%, 异秦皮啉的纯化倍数为 7.4。结论:12-1 大孔吸附树脂能较好地分离肿节风的异秦皮啉部位。

关键词:肿节风;大孔吸附树脂;异秦皮啉;质量评价

中图分类号:R 282.5 **文献标识码:**A

Quality Evaluation of Isofraxitin Part in Sarcandra Glabra Extract Separated by Macroporous Adsorptive Resin

HE Xing-zhen¹, XU Guo-liang², XIAO Bin-hua³, CHEN Qi³

1. JiangZhong Group, Nanchang 330077

2. Key Laboratory of Modern Preparation of TCM, Jiangxi University of TCM, Nanchang 330004

3. Jiangxi University of TCM, Nanchang 330006

Abstract: Objective: Evaluate the quality of isofraxitin part in Sarcandra glabra extract separated by macroporous adsorptive resin. Methods: Determination of isofraxitin in isofraxitin part and Sarcandra glabra extract with Macroporous adsorptive resin. Results: The content of isofraxitin was 2.59%, the recovery rate of solid was 11.2%, the recovery rate of isofraxitin was 95%, the purification fold of isofraxitin was 7.4. Conclusion: The isofraxitin part could be separated by macroporous adsorptive resin 12-1.

Key Words: Sarcandra glabra; Macroporous adsorptive resin; Isofraxitin; Quality evaluation

单味肿节风研制成血康口服液新药,功能为活血化瘀、消肿散结、凉血止血,临床用于血热妄行之皮肤紫斑、原发性及继发性血小板减少性紫癜的治疗。由于疗效确切,已收入《中国药典》。《中国药典》(1995 年版)以总黄酮化合物(以芦丁为对照品)作为血康口服液检测指标。为更好地控制其质量,我们采用大孔吸附树脂分离技术对肿节风总浸膏的异秦皮啉进行分离,得到异秦皮啉部位并对其进行质量评价。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂 肿节风总浸膏(江中药业股份有限公司提供,批号:0304001)。异秦皮啉(中国药品生物制品检定所)。水为双蒸水,乙腈为色谱纯,洗脱用乙醇为食用级,其它试剂均为分析纯。12-1 大孔吸附树脂(上海树脂厂)。

1.2 仪器 HL-2 恒流泵(上海精科实业有限公

司);Waters 600E 型泵,Waters 486UV/Vis 检测器;EChrom98 色谱工作站,大连依利特科学仪器有限公司,7725i 进样阀(20 μ l);AB204-N 型 1/10 万电子分析天平(METTLER TOLEDO);HHS 型电子恒温不锈钢水浴锅(上海医疗器械五厂);SHZ-D 型旋转蒸发仪(河南省巩义市黄峪豫华仪器厂);2K-82B 型真空干燥箱(上海市实验仪器总厂)。

1.3 树脂的预处理 各树脂用乙醇浸泡 24h,充分溶胀,装柱,用 95%乙醇洗至流出液与等体积水混合无白色浑浊现象,再用蒸馏水洗至无醇。

1.4 香豆素部位的分离 取一定量的肿节风总浸膏,用水稀释后,再用恒流泵泵入 12-1 大孔吸附树脂柱进行吸附。用水洗柱,水洗后用 70%乙醇洗脱,收集洗脱液,回收乙醇,干燥得固形物即为香豆素部位。

1.5 异秦皮啉含量测定

* 基金项目:国家自然科学基金资助项目(No. 30260122);江西省自然科学基金资助项目(0640161)。

** 作者简介:何行真(1963~),男,硕士,副主任中药师,研究方向:中药质量控制。Tel:0791-8164128

*** 通讯作者:陈奇, Tel:0791-6825769, E-mail: chenqi606@263.net

1.5.1 色谱条件 Agilent C₁₈(4.6 mm×250 mm, 5 μm)色谱柱;乙腈-0.1%磷酸溶液(20:80)为流动相;检测波长 344 nm,流速 1 ml/min,柱温为室温。理论塔板数按异秦皮啶峰计算应不低于 1 200。

1.5.2 供试品溶液的制备 精密称取总提取物 20 mg,置 25 ml 容量瓶中,加水 10 ml,超声处理(功率 300 W,25 kHz)10min,转移至分液漏斗中,加乙酸乙酯提取 5 次,每次 10 ml,合并乙酸乙酯提取液,蒸干,残渣加甲醇溶解,转移至 25 ml 的容量瓶中,用甲醇定容,摇匀,用 0.22 μm 微孔滤膜过滤,作为样品溶液。

1.5.3 对照品溶液的制备 精密称取异秦皮啶对照品适量,加入甲醇制成每 1 ml 含 4 μg 的溶液,即得。

1.5.4 样品的含量测定 取对照品溶液和样品溶液各 20 μl 注入高效液相色谱仪,以对照峰面积为参照,样品溶液可适当稀释使对照峰面积与样品峰面积相当,通过峰面积的换算,计算样品的异秦皮啶含量。

2 结果

2.1 大孔吸附树脂分离肿节风

肿节风浸膏及分离香豆素部位色谱图见图 1、图 2。

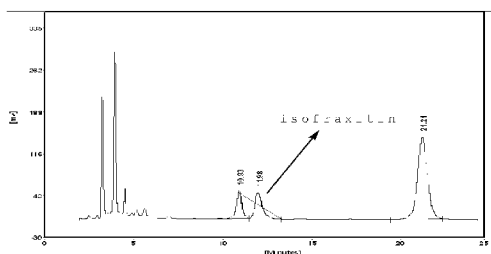


图 1 肿节风浸膏色谱图

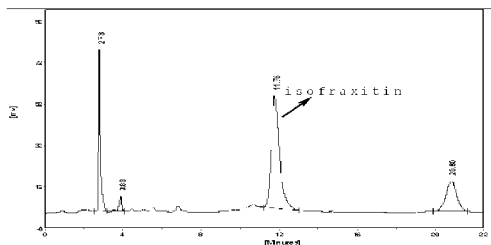


图 2 香豆素部位色谱图

从肿节风浸膏及分离的香豆素部位色谱图可以看出:异秦皮啶集中在香豆素部位,故将该部位以香豆素部位命名。

2.2 异秦皮啶含量测定

按 1.5.4 项下测定肿节风干浸膏及香豆素部位的异秦皮啶含量。结果肿节风干浸膏的异秦皮啶含量为 0.349%,香豆素部位异秦皮啶含量为 2.59%。

2.3 肿节风及香豆素部位的结果分析

肿节风总浸膏的固体含量、异秦皮啶含量分别为 0.67 g/ml、0.349%。大孔吸附树脂分离的香豆素部位的结果分析见表 1。

表 1 大孔吸附树脂分离的香豆素部位异秦皮啶含量

	固体质量 /g	固体回收率 (%)	异秦皮啶含量 (%)	异秦皮啶 总回收率	纯化倍数
肿节风干浸膏	67		0.35		
香豆素部位	7.5	11.2	2.59	95%	7.4

3 讨论

肿节风的全草含有酚类、鞣质、黄酮苷、香豆素和内酯^[1]。在肿节风制剂含量测定项的指标选择上,不同的品种有着不同的测定指标;有时对于某一制剂而言,其原料和产品的测定指标也不尽相同。以复方草珊瑚片为例:该制剂是以肿节风浸膏为原料生产出的单味药片剂,其原料质量标准的含量测定项是测定反丁烯二酸的含量,而成品则是测定片剂中异秦皮啶的含量;此外,肿节风药材的含量测定指标又是异秦皮啶。肿节风注射剂的情况也与之类似。肿节风注射剂质量标准是以反丁烯二酸作为定量指标,而其生产原料肿节风的含量测定指标则是异秦皮啶。以这种质量标准控制生产,显然不利于保证产品质量的稳定^[2]。

为了探讨肿节风治疗血小板减少性紫癜的有效部位,解决《中国药典》有关肿节风治疗血小板减少性紫癜药品质量标准的问题。本实验用大孔吸附树脂将肿节风浸膏进行分离得到香豆素部位。大孔吸附树脂分离中药提取物,回收率高。表 3 数据显示,异秦皮啶的回收率为 95%,保证了有效成分在分离过程中不被丢失,或少有丢失。为肿节风治疗血小板减少性紫癜的有效部位的药理研究提供了药物保证。本实验采用 12-1 大孔吸附树脂成功地将肿节风中的香豆素成分异秦皮啶进行了分离,异秦皮啶在香豆素部位中的纯化倍数为 7.4 倍。

参考文献

- [1]The Searching Panel of Herba Sarandrae in Guixi Sanitary Bureau JiangXi Provine. The study of Herba Sarandrae[J]. Chin Tradit Herb Drugs(中草药),1972,(6):41
- [2]王钢力,陈道峰,林瑞超.肿节风的化学成分及其制剂质量控制研究进展[J].中草药,34(8):附 12-14

(收稿日期:2007-05-22)