

肺毒清颗粒中有效成分的含量测定及转移率考察

刘涛¹, 郭晓恒², 吴春梅¹, 黄志强¹, 徐玉玲^{3*}

(1. 成都大学生物产业学院, 成都 610106;
2. 成都大学医护学院, 成都 610106; 3. 成都大学实验技术中心, 成都 610106)

[摘要] **目的:**建立肺毒清处方中有效成分的含量测定方法,并考察其含量与转移率的相关性。**方法:**按不同方法计算药材中有效成分的含量和提取转移率,包括取过筛后药材细粉测定和根据过筛药材细粉及未过筛后纤维中有效成分的含量及其在药材中所占比例,计算有效成分含量。**结果:**根据药材标准测得的有效成分含量不一定能真正反映其在药材中真实含量,并可能会影响有效成分的提取转移率。**结论:**计算药材中有效成分提取转移率时,应根据药材中有效成分的“真实含量”进行计算。

[关键词] 提取转移率; 黄芩苷; 栀子苷; 苦参总碱

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)10-0054-03

[doi] 10.11653/syfy2013100054

Content Determination and Transfer Rate Investigation of Effective Component from FDQ Particles

LIU Tao¹, GUO Xiao-heng², WU Chun-mei¹, HUANG Zhi-qiang¹, XU Yu-ling^{3*}

(1. Faculty of Biotechnology Industry, Chengdu University, Chengdu 610106, China;
2. Medical and Nursing School, Chengdu University, Chengdu 610106, China;
3. Experimental Technology Center, Chengdu University, Chengdu 610106, China)

[Abstract] **Objective:** To establish content determination method for effective component from FDQ particles, and investigate correlation of the content and transfer rate. **Method:** Content and transfer rate of effective component in herbs were calculated by different methods, including determination of sieving medicinal powder and in accordance with percentage of effective component in sifted medicinal powder and unsifted fiber, then calculated the content of effective component. **Result:** The content of effective component could not reflect its real value in herbs, which was determined by the standard method, and it may affect the transfer rate of effective component. **Conclusion:** when calculate transfer rate of effective component, we must rely on the real content of effective component in Chinese medicines.

[Key words] transfer rate; baicalin; gardenoside; total matrine

中药、天然药物的提取纯化工工艺研究是指根据临床用药和制剂要求,用适宜溶剂和方法从净药材中富集有效物质、除去杂质的过程^[1]。有效成分提取、纯化的主要评价指标包括得率、纯度及转移率。其中有效成分的转移率是指提取液中有效成分含量

与原药材中有效成分含量的比值,其是新药工艺研究中一项重要指标。一般而言,中成药生产中按既定的工艺进行提取,有效成分转移率一般较为固定,但也有一些偏差较大,给中成药的生产带来了一定困扰,笔者曾提出对一些药材质量标准中增加提取

[收稿日期] 20121210(011)

[基金项目] 成都市科技局高校院所应用成果转化项目(12DXYB020JH-002)

[第一作者] 刘涛,博士,研究员级高级工程师,从事中成药新药开发及再评价研究, Tel:028-61302236, E-mail:liutao0578@sina.com

[通讯作者] * 徐玉玲,本科,高级工程师,从事中成药质量研究及管理, Tel:028-61302236, E-mail:xuyuling19750818@sina.com

转移率检查项以控制原药材质量,但尚未找到个别药材提取转移率不稳定的原因^[2]。

肺毒清(FDQ)颗粒由木蝴蝶、栀子及苦参组成,具有清热解毒、止咳化痰的功效。近来,笔者在研究FDQ提取工艺的过程中发现,由于药材的性质特点,在粉碎过程中会形成不同的物理性质部位,造成各成分含量不一定相同,因此,依据相关药材标准测定的有效成分含量,可能会对其转移率影响较大,本实验选用FDQ颗粒为研究对象,旨在考察其有效成分含量与转移率的相关性,为相关药物的生产提供实验依据。

1 材料

P2300型高效液相色谱仪(伊力特),FA2004型电子天平(上海精科实业有限公司),FW100型杯式粉碎机(北京科伟永兴仪器有限公司)。栀子苷、黄芩苷、苦参碱(均购自中国生物制品检定所,批号分别为110749-200714,10715-200212,110805-200306),甲醇、乙腈为色谱纯,水为娃哈哈纯净水,

其他试剂均为分析纯。栀子、苦参、木蝴蝶(均购于荷花池药材市场,批号分别为20120312,20120312,20120312,经成都大学刘涛研究员级高级工程师鉴定,符合《中国药典》2010年版的相关要求)。

2 方法与结果

2.1 药材中有效成分的含量测定

2.1.1 苦参总碱 苦参中有效成分的含量测定方法包括滴定法^[3]、薄层扫描法^[4]、紫外分光光度法^[5]及HPLC^[6],本试验选择简便易行的滴定法。

取苦参药材20g,精密称定,粉碎,过筛,收集过筛后的全部药材细粉与未过筛的全部粗纤维,精密称定,取药材细粉及纤维适量^[7],分别按方法1(取过筛后药材细粉测定,计算有效成分含量)和方法2(根据过筛药材细粉及未过筛后纤维中有效成分的含量及其在药材中所占比例,计算有效成分含量)进行测定,见表1。结果表明苦参过筛与未过筛的药粉中苦参总碱含量接近。

表1 苦参粉碎后各部位质量及苦参总碱含量的测定

No.	称样量/g	质量/g		苦参总碱质量分数/%			
		细粉	纤维	细粉	纤维	方法1	方法2
1	20.1763	10.6775	9.4988	52.92	47.08	3.36	3.51
2	20.0782	10.2884	9.7898	51.24	48.76	3.52	3.51
3	20.0359	9.9947	10.0412	49.88	50.12	3.78	3.51

注:药材含量=(细粉质量×细粉中有效成分百分含量+纤维质量×纤维中有效成分百分含量)/药材质量×100%(下同)。

精密量取提取液适量(相当于原药材约1g)于烧杯中,加10%氢氧化钠溶液调pH10~11,以三氯甲烷进行四段萃取(用量分别为滤液体积的1,0.5,0.5,0.5倍),合并三氯甲烷层。精密量取合并液10mL,置水浴上蒸干,残渣加95%乙醇(对甲基红指示液显中性)3mL使溶解,蒸干,残渣加石油醚5mL使溶解。精密加硫酸滴定液20mL,摇匀,置水浴上加热使残渣完全溶解并除尽石油醚,放冷。加

新沸过的冷水30mL与甲基红指示液4滴,用氢氧化钠滴定液滴定至黄色^[8]。

2.1.2 栀子苷 取药材20g,精密称定,粉碎,过筛,收集过筛后的全部药材细粉与未过筛的全部粗粉末,分别精密称定质量,并按《中国药典》2010年版一部栀子项下方法测定,见表2。结果表明栀子过筛与未过筛的药粉中栀子苷含量相差较大。

表2 栀子药材粉碎后各部位质量及栀子苷含量的测定

No.	称样量/g	质量/g		栀子苷质量分数/%			
		细粉	纤维	细粉	纤维	方法1	方法2
1	20.3793	12.4696	7.9097	61.19	38.81	4.22	3.29
2	20.0054	11.9672	8.0382	59.82	40.18	3.97	3.24
3	20.0810	12.4690	8.1063	59.63	40.37	4.01	3.20

取提取液,用75%乙醇适当稀释后,按《中国药典》2010年版一部栀子项下方法测定。

2.1.3 黄芩苷 取木蝴蝶20g,精密称定,粉碎,过筛,混合均匀,分别取药材细粉与粗纤维,精密称定,

表 3 木蝴蝶药材粉碎后各部位质量及黄芩苷含量的测定

No.	称样量/g	质量/g		黄芩苷质量分数/%			
		细粉	纤维	细粉	纤维	方法 1	方法 2
1	20.710 4	8.128 8	12.581 6	39.25	60.75	1.97	1.44
2	20.378 3	7.641 9	12.736 4	37.50	62.50	2.06	1.42
3	20.012 4	7.706 8	12.305 6	38.51	61.49	2.00	1.43

取药材细粉及纤维适量,按文献方法测定^[9-10],见表 3。结果表明木蝴蝶过筛与未过筛的药粉中黄芩苷含量相差较大。

取提取液,加入 75% 乙醇适当稀释后,按文献方法测定^[8-9]。

2.2 提取工艺

2.2.1 木蝴蝶、苦参 分别称取木蝴蝶、苦参 60, 120 g,加 75% 乙醇提取 3 次,每次 1.5 h,合并提取液,计算苦参总碱、黄芩苷含量,结合原药材含量测定,计算苦参总碱及黄芩苷提取转移率。结果方法 1 中苦参总碱转移率分别为 84.40%, 83.78%, 85.58%;方法 2 中依次为 85.36%, 84.73%, 86.55%。方法 1 中黄芩苷转移率依次为 62.69%, 61.94%, 62.27%;方法 2 中则分别为 88.12%, 87.06%, 87.52%。说明 2 种计算方法对苦参药材中苦参碱的转移率影响不大;而对木蝴蝶药材中黄芩苷的转移率则影响较大。

2.2.2 梔子 取梔子 100 g,加水 1.2 L 提取 3 次,每次 1 h,合并提取液,分别测定梔子苷质量浓度,结果方法 1 中梔子苷提取转移率分别为 73.46%, 73.80%, 75.67%;方法 2 中依次为 90.69%, 91.11%, 93.42%。说明 2 种计算方法对梔子中梔子苷的提取转移率影响较大。

3 讨论

试验结果表明,在按照相关标准测定药材中有效成分或指标性成分含量时,应注意药材不同粉碎部位中有效成分或指标性成分含量可能不一样,不能仅以该含量代表药材或饮片整体的含量去计算转移率以评定提取工艺是否合理。由于中药材及饮片

的特殊性,一般而言,药材标准中规定应将其粉碎过筛后测定其含量,但药材过筛后的药粉与未过筛的药粉含量可能一致,也可能有差别,故按照标准测定有效成分含量并不代表药材或饮片整体中含量。

[参考文献]

[1] 国家食品药品监督管理局注册司. 中药、天然药物提取、纯化研究技术指导研究[S]. 2005.

[2] 刘涛,万德光,王永香,等. HPLC 法测定金银花药材中绿原酸的转移率[J]. 南京中医药大学学报,2008, 24(5):350.

[3] 闵庆璐,王巍,鞠成国,等. HPLC 测定丹黄祛瘀片中苦参碱和氧化苦参碱的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(1):60.

[4] 胥爱丽,毕晓黎,张建军,等. 重参消炎胶囊质量标准研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2009,15(12):13.

[5] 刘志才,毕鸿亮. 应用紫外分光光度法测定苦参总碱的含量[J]. 黑龙江医药,2001,14(3):174.

[6] 陈大中,赵润琴. 高效液相色谱法测定艾愈片中苦参碱和氧化苦参碱含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2008,14(3):20.

[7] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:化学工业出版社,1995:176.

[8] 刘涛,李娟,徐玉玲,等. 苦参提取工艺研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(20):58.

[9] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:282.

[10] 刘凡,何美英. HPLC 法测定木蝴蝶中黄芩苷的含量 [J]. 湖南中医药导报,2002,8(6):365.

[责任编辑 全燕]