

草珊瑚干燥工艺的研究

★ 雷丹 王文凯* (江西中医学院药学院 南昌 330006)

摘要:目的:考察草珊瑚炮制过程中不同的干燥条件对草珊瑚主要药效成分的影响,为草珊瑚的饮片生产提供参考依据。方法:利用高效液相色谱法测定草珊瑚中异嗪皮啶化合物的含量。结果:表明不同干燥条件对异嗪皮啶含量有明显影响。结论:草珊瑚药材干燥条件为数显鼓风电热干燥箱 40℃干燥 4 小时。

关键词:草珊瑚;干燥;异嗪皮啶

中图分类号:TQ 028.6⁺72 **文献标识码:**A

草珊瑚为金粟兰科(Chloranthaceae)草珊瑚属植物草珊瑚 *Sarcandra glabra*(Thunb.) Nakai 的干燥全草,民间称为肿节风、九节茶、接骨木、驳骨茶、骨风消等,为多年生常绿草本

或亚灌木,是临床常用中药之一,具有显著的抗炎、抗肿瘤作用,应用范围较广。现代药理研究表明,草珊瑚具有抑制肿瘤、广谱抗菌、抑制免疫、抗疲劳、延长寿命、抗寒冷、治疗

¹H-NMR(400 MHz, CDCl₃), (δ): 5.30(1H, t, H-12), 4.21(1H, d, J_{1,2} = 9.8 Hz, gal H-1), 4.22(1H, br s, H-3), 3.80(1H, J_{4,3} = 3.1 Hz, J_{4,5} = 5.3 Hz, gal H-4), 3.72(2H, m, gal H-6), 3.58(1H, td, J_{5,4} = 5.3 Hz, gal H-5), 3.56(1H, dd, J_{3,2} = 9.8 Hz, J_{3,4} = 3.1 Hz, gal H-3), 3.43(1H, t, J_{2,1} = J_{2,3} = 9.8 Hz, gal H-2), 3.33, 3.30, 2.89, 2.64(4H, s, large, 4 × OH), 1.36(3H, s, CH₃-23), 1.15(3H, s, CH₃-27), 1.00(3H, s, CH₃-26), 0.91(3H, s, CH₃-25), 0.88(3H, s, CH₃-30), 0.87(3H, s, CH₃-29), 0.81(3H, s, CH₃-28)。

¹³C-NMR(400MHz, CDCl₃), (δ): 183.15(C24), 145.16(C13), 121.77(C12), 103.94(gal C1), 79.77(C3), 76.06(gal C5), 71.79(gal C2), 74.22(gal C3), 70.24(gal C4), 62.67(gal C6), 43.63(C4), 49.15(C5), 46.80(C18), 47.41(C9), 46.73(C19), 41.91(C14), 40.01(C8), 7.13(C22), 37.61(C10), 34.77(C21), 32.75(C7), 33.66(C1), 32.56(C17), 33.40(C30), 31.22(C20), 28.44(C28), 26.99(C15), 26.21(C16), 23.87(C2),

25.95(C27), 23.64(C11), 23.68(C29), 24.12(C23), 19.69(C6), 16.75(C26), 13.11(C25)。

参考文献

- [1] Ghosh J, Myers CE. Central role of arachidonate 5-lipoxygenase in the regulation of cell growth and apoptosis in human prostate cancer cells [J]. Adv Exp Med Biol, 1999, 469: 577-582.
- [2] Anderson KM, Seed T, Vos M, et al. 5-Lipoxygenase inhibitors reduce PC-3 cell proliferation and initiate nonnecrotic cell death [J]. Prostate, 1998, 37(3): 161-173.
- [3] Ammon HPT, Safahi H, Mack T, et al. Mechanism of anti-inflammatory actions of curcumin and boswellic acids [J]. Ethnopharmacol, 1993, 38(2-3): 113-119.
- [4] Zhang X, Simmons CG, Corey DR. Liver cell specific targeting of peptide nucleic acid oligomers [J]. Bioorg Med Chem Lett, 2001, 11: 1269-1272.
- [5] 管昌田, 钟裕国, 梁正路, 等. 半乳糖基干扰素的合成及其肝靶向性研究 [J]. 中华核医学杂志, 1996, 16(1): 58-59.
- [6] Wang Yifeng, Zhang Lina, Li Yunqiao, et al. Correlation of structure to antitumor activities of five derivatives of a β-glucan from *Poria cocos sclerotium* [J]. Carbohydr Res, 2004, 339(15): 2567-2574.

(收稿日期: 2008-11-24 责任编辑: 曹征)

* 通讯作者: 王文凯(1957-), 男, 汉族, 教授, 研究方向: 中药制剂, Tel: 0791-7118995。

胃溃疡和镇痛等作用^[2]。临床报道,草珊瑚用于治疗肺炎、阑尾炎、蜂窝组织炎、风湿痹痛、跌打损伤扁桃腺炎、胃肠炎、口腔炎以及外伤感染等效果显著^[1]。影响草珊瑚临床药效的因素是多方面的,但炮制中干燥工艺是重要的影响因素之一,因此我们以草珊瑚中异嗪皮啶含量为指标,考察了干燥工艺对草珊瑚中主要药效成分的影响,为草珊瑚饮片的生产提供参考依据。

1 仪器与试剂

1.1 材料 实验用草珊瑚药材 2008 年购于广西百色地区,为干燥品。

1.2 试剂 异嗪皮啶对照品(中国药品生物制品检定所,供含量测定用);乙腈为色谱纯,水为纯水,其他试剂均为分析纯。

1.3 仪器 DIONEX 高效液相色谱仪(美国戴安);111 型二两装高速中药粉碎机(浙江瑞安);Talent 系列电子分析天平(北京赛多利斯);GZX-9240 ME 数显鼓风干燥箱(上海博迅);KQ-250B 型超声波清洗器(江苏昆山)。

2 方法与结果

2.1 样品制备 取草珊瑚生药材适量,润透,切 10 mm 短段,分为 9 份,以干燥时间、干燥温度、干燥方法为考察因素,以异嗪皮啶含量为指标,利用 $L_9(3^4)$ 正交表优选出最佳干燥工艺。因素水平见表 1。

表 1 草珊瑚干燥工艺的因素水平表

水平	因素		
	A = 干燥温度(°C)	B = 干燥时间(min)	C = 干燥方法
1	40	90	数显鼓风干燥箱
2	50	180	远红外烘箱
3	60	240	数显鼓风干燥箱

2.2 异嗪皮啶含量测定^[3]

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取异嗪皮啶对照品适量,加甲醇制成每 1 ml 含 4.8 μ g 的溶液,即得。

2.2.2 供试品溶液的制备 取本品粉末(过 40 目而不过 60 目筛)约 0.4 g,精密称定,置 100 ml 量瓶中,加水 90 ml,静置过夜,超声处理 1.5 小时,取出,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 25 ml,浓缩至近干,加水约 5 ml 溶解并转移至分液漏斗中,用乙酸乙酯萃取 5 次,每次 10 ml,合并乙酸乙酯液,蒸干,残渣加甲醇溶解并转移至 10 ml 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

2.2.3 色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.1% 磷酸溶液(20:80)为流动相;检测波长为 344 nm;进样量:20 μ l。理论塔板数按异嗪皮啶峰计算不低于 1 200。

2.2.4 测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 20 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。

正交实验结果见表 2,比较 R 值可以看出影响程度为 $A > C > B$ 。方差分析(表 3)结果表明: A 因素温度对实验结果有极显著意义, C 因素干燥方式对实验结果有显著意义,此两项为主要因素, B 因素时间对实验结果无统计学意义,为

次要因素。

表 2 草珊瑚干燥工艺的正交设计结果

试验号	列号				异嗪皮啶含量(%)
	A	B	C	X	
1	1	1	1	1	0.0676
2	1	2	2	2	0.0694
3	1	3	3	3	0.0924
4	2	1	2	3	0.0239
5	2	2	3	1	0.0510
6	2	3	1	2	0.0401
7	3	1	3	2	0.0415
8	3	2	1	3	0.0374
9	3	3	2	1	0.0231
K_1	0.076	0.044	0.048	0.047	
K_2	0.038	0.053	0.039	0.050	
K_3	0.034	0.052	0.062	0.051	
R	0.042	0.009	0.023	0.004	

表 3 方差分析表

方差来源	离均差平方和	自由度	均方	F 值	显著性
A	0.0033	2	0.0016	124.0101	$P < 0.01$
B	0.0001	2	0.0001	4.755	$P > 0.05$
C	0.0008	2	0.0004	29.8594	$P < 0.05$
X*	0	2	0		
误差 e	0	2	0		

从以上数据分析可得干燥工艺的最佳组合为 $A_1B_3C_3$,即 40 °C 温度下,于数显鼓风干燥箱中干燥 240 分钟。

3 工艺验证

按照优化工艺制备样品三份进行实验验证结果见表 4。

表 4 工艺验证实验结果

实验号	1	2	3
异嗪皮啶含量(%)	0.0867	0.0969	0.0905

结果表明正交设计筛选出的草珊瑚干燥工艺合理,且稳定可行。

4 小结与讨论

中药饮片的干燥工艺对饮片的质量有着不同程度的影响,如果干燥方法不当,会引起药效成分的流失,降低药效,因此必须对饮片的干燥工艺进行研究。

本实验以干燥温度、干燥时间、干燥方式为考察因素,用正交设计对草珊瑚的干燥工艺进行了考察。实验结果表明干燥温度对实验有极显著意义,干燥方式对实验有显著意义,干燥时间对实验影响不大。从而得出草珊瑚最佳干燥工艺为:数显鼓风电热干燥箱 40 °C 下干燥 240 min 为佳。

参考文献

- [1] 温秀清. 肿节风的临床应用进展[J]. 医学信息, 2005, 18(5): 538.
- [2] 应国清, 陆红娅, 王鸿, 等. 中药肿节风的研究进展[J]. 上海中医药杂志, 2007, 41(6): 86.
- [3] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 2005 年版(一部)[S]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 155.

(收稿日期: 2008-12-04 责任编辑: 查青林)