

进口血竭药材与国产血竭指纹图谱的比较研究

宋雪英(杭州市第二人民医院药剂科,杭州 310015)

摘要:目的 研究比较进口血竭药材与国产血竭药材的指纹图谱。为血竭药材质量控制提供有效的方法。方法 利用 HPLC 指纹图谱技术研究,比较两者之间指纹图谱差别。结果 测定了 6 批国产血竭及 1 批进口血竭的指纹图谱,两者指纹图谱差别明显。结论 建立 HPLC 法测定血竭药材的指纹图谱,为血竭药材质量控制提供依据。

关键词:进口血竭;国产血竭;液相指纹图谱

中图分类号:R931.5 文献标识码:A 文章编号:1007-7693(2007)04-0291-03

Study to Compare Fingerprinting of Foreign Resina Draconis Crude Drugs with that of Native Ones

SONG Xue-ying(*Department of Pharmacy, Hangzhou Second People's Hospital, Hangzhou 310015, China*)

ABSTRACT: OBJECTIVE To compare fingerprinting of foreign resina draconis crude drugs with that of native ones, to study the quality control of resina draconis crude drugs. **METHODS** To study the differences of the two kinds of drugs using HPLC fingerprinting method. **RESULTS** We determined the fingerprintings of six lots of native resina draconis and a lot of foreign one. there are apparent differences between them. **CONCLUSION** HPLC method should be set to determine fingerprinting of resina draconis crude drug and to help the quality control of the drug.

KEY WORDS: foreign resina draconis; native resina draconsi; fingerprinting

作者简介:宋雪英,女,副主任中药师 Tel: (0571)88303663 E-mail: sxy5866@163.com

血竭, 又称进口血竭, 为棕榈科植物麒麟竭 *Daem onorops draco* Bl. 果实中渗出的树脂加工品。别名血竭花, 始载于“唐本草”。其成分多含黄酮类衍生物, 如: 血竭素、血竭红素等。主产于印度尼西亚的加里曼丹、苏门答腊、马来亚等地^[1]。具有活血散瘀、定痛止血、敛疮生肌等功效。我国传统上多使用进口血竭。为改变进口依赖, 降低医疗费用。从上世纪 70 年代开始, 我国重点在西南地区进行血竭资源调查。在云南、广西发现了一些植物, 其所产树脂有类似进口血竭的作用, 所提取的树脂称为龙血竭, 又称国产血竭, 为百合科剑叶龙血树 *Dranaena cochinchinensis* (Lour.) S. C. Chen 的含脂木材经提取得到的树脂。其主要成分为挥发油、黄酮类及酚类、强心苷等^[2]。现主产于广西、云南。我国对国产血竭研究已涉及基原考证、生药学、化学成分、含量测定、药理、临床应用和植物生理学等方面, 已经有一定的深度和广度, 在理论上和实践上都有很重要的意义^[3], 为国产血竭的被认可和广泛使用提供了极好的科学依据。

国产血竭虽有类似进口血竭的药理作用, 但在其成分上与进口血竭有着很大的差别, 中国药典收载了进口血竭的质量标准, 对于进口血竭及国产血竭的质量控制, 规定性状检查、薄层色谱、紫外光谱、醇不溶物、炽灼残渣、含量测定等项目的检测, 尚未有指纹图谱的测定^[4]。本文研究建立了进口血竭及国产血竭的指纹图谱的测定方法, 进行方法学的考察, 并比较进口血竭及不同厂家国产血竭的指纹图谱区别, 对其中成分进行初步的解析, 为其质量控制提供一新的方法。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

Agilent 1100 高效液相色谱仪, DAD 检测器, 含在线脱气机、二元高压泵自动进样器。色谱柱为 phenomenex luna C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm)。

1.2 试剂

甲醇为色谱纯, 水为超纯水, 三氟乙酸 (TAF) 等试剂为分析纯。

1.3 药品

对照品: 龙血素 A, 批号: 111660 - 200402, 龙血素 B 批号: 111558 - 200303 (供含量测定用, 中国药品生物制品检定所)。

进口血竭: 中国生物制品检定所, 血竭 (麒麟竭) 对照药材, 批号: 120906 - 200609。国产血竭: 四个厂家 6 个批号: 广西中医学院制药厂, 芒果牌, 批号 20050818; 中国医学科学院版纳名盛制药厂, 束龙牌, 批号: 050701, 050704; 中外合作湖南云龙制药有限公司, 龙王牌, 批号 050412; 西双版纳版纳药业有限责任公司, 版纳牌, 批号: 050402, 050903。

2 试验方法

2.1 供试品溶液的制备

取血竭药材, 研细, 取约 0.5 g, 加 80% 甲醇超声提取 30 min, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液。

2.2 对照品溶液的制备

取龙血素 A, 龙血素 B 对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1 mL 约含 0.2 mg 的溶液, 即得。

2.3 色谱条件

流动相为 0.1% 的 TAF 和甲醇梯度洗脱; 洗脱顺序为:

时间/min	A% (0.1% TAF)	B% (甲醇)
0	85	15
50	10	90
60	10	90

流速为 1 mL · min⁻¹; 检测波长为 285 nm。

2.4 指纹图谱测定及方法学考察

取国产血竭 (批号: 050701) 样品对测定方法进行了方法学考察。

2.4.1 精密度试验 取同一供试品溶液, 连续进样 6 次, 结果主要组分峰面积的 RSD 小于 3.0%, 结果表明精密度良好。

2.4.2 稳定性试验 取同一供试品溶液, 分别于 0, 3, 6, 9, 12, 18 h 进样测定, 结果主要组分峰面积的 RSD 小于 3.0%, 结果表明样品在 18 h 内稳定。

2.4.3 重复性试验 取同一批号龙血竭药材 6 份, 依法测定, 结果主要组分相对峰面积的 RSD 小于 3.0%, 结果表明方法重复性符合要求。

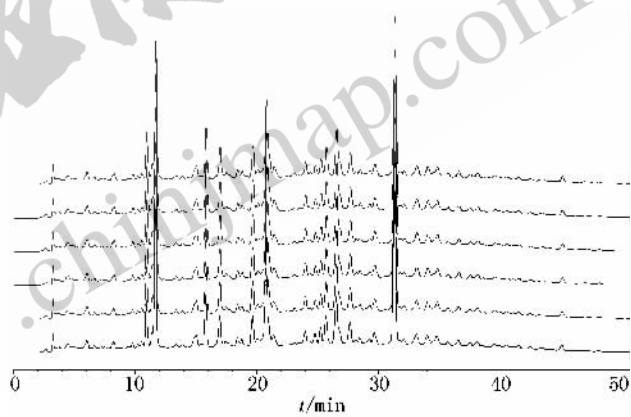


图 1 重复性考察结果

Fig 1 Repeated investigating results

经过以上方法学考察, 说明该方法能够准确的测定血竭药材的指纹图谱。

3 结果

3.1 国产血竭各厂家、批次间的指纹图谱的比较

对不同批次国产血竭 (四个厂家 6 批龙血竭) 进行指纹图谱测定分析, 以与龙血素 A、龙血素 B 峰为参照, 明确国产血竭指纹图谱的特征峰, 除 050918 批号龙血竭与其他厂家的龙血竭在成分及各成分的含量上有明显差别外, 其他三个厂家的 5 个批次龙血竭药材指纹图谱均相似, 可以以此制定国产血竭 (龙血竭) 的指纹图谱标准。

3.2 进口血竭与国产血竭指纹图谱的比较

对进口血竭与国产血竭的指纹图谱测定结果, 可以看出, 进口血竭与国产血竭在所含成分上有很大的差别, 以此指纹图谱方法可以对国产血竭及进口血竭进行鉴别分析。

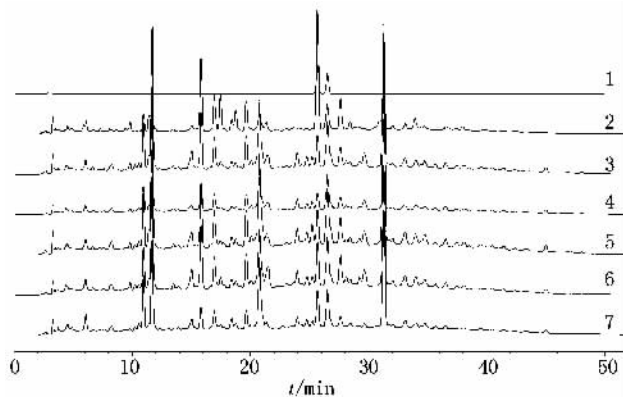


图2 6批国产血竭指纹图谱图

1. 龙血素 A、龙血素对照品溶液; 2. 20050818; 3. 050701; 4. 050704; 5. 050412; 6. 050402; 7. 050903

Fig 2 Finger printings of six groups of native sanguis draxonis

1. Sanguis draxonis A, control sample of sanguis draxonis; 2. 20050818; 3. 050701; 4. 050704; 5. 050412; 6. 050402; 7. 050903

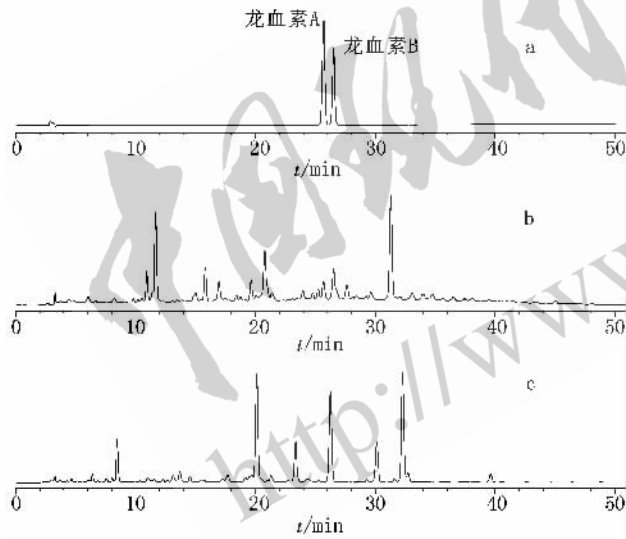


图3 国产血竭与进口血竭指纹图谱比较

a. 对照品溶液; b. 龙血竭(国产血竭)供试品溶液; c. 血竭(进口血竭)供试品溶液

Fig 3 The finger printing comparison of native and imported sanguis draxonis

a. Control sample; b. Experimental sample of (native) sanguis draxonis; c. Experimental sample of (imported) sanguis draxonis

4 讨论

4.1 根据龙血竭中主要有效成分——黄酮类成分龙血素 A、龙血素 B 的最大吸收来确定波长为 285nm, 此波长可以最大程度的体现龙血竭药材中的主要成分的色谱峰, 在此波长及该色谱条件下所反映的色谱指纹峰较多, 能够较全面的反映龙血竭药材的成分。

4.2 根据对 6 批国产血竭及进口血竭的指纹图谱测定, 确定了进口血竭及国产血竭的特征色谱峰, 经方法学考察表明该指纹图谱的测定方法的重现性及准确性均较好, 该方法可行, 可以作为进口血竭及国产血竭又一有效的质量控制方法。

4.3 通过比较了国产血竭四个厂家 6 个批号指纹图谱的差别, 其中三个厂家的 5 个批号的指纹图谱相似性较好, 可以看出目前国内市场上国产血竭的质量较稳定、均一。同时该指纹图谱的方法可以作为鉴别真伪血竭和控制使用国产血竭质量的有效质控方法。

4.4 通过比较进口血竭和国产血竭的指纹图谱, 国产血竭指纹图谱中没有血竭素和血竭红素的特征谱峰, 可以明显看出两者成分上的明显差别, 其中有效成分也不相同, 因此对该指纹图谱还有待进一步进行其中各色谱峰的定位研究, 明确其中的成分, 从物质基础角度进行分析两者间的差别。需要进一步系统的研究以替代购进口血竭的应用^[5]。为病人治疗降低医疗费用, 为临床用药提供有效的理论依据。

参考文献

- [1] Pharmaceutical Department, Chinese Scientific Medical Institute. Traditional Chinese Medical Drugs' Memory(中药志)[M]. Beijing: People's Health Press, 1960(3):560.
- [2] WANG X F, LU W J, CHEN J Y. Study of ensate leaf dracorhodin chemical ingredient: Measure of the structure of ensate leaf dracorhodin A and B[J]. Guangxi Traditional Chinese Medical Journal(广西中医药), 1993, 16(1):38.
- [3] LU H, TENG J B, WU H E. Studying abstracts of native Sanguis Draxonis[J]. Chinese traditional folk medical Journal(中国民族民间医药杂志), 2003, 64(2):264.
- [4] Ch. P(2005) Vol I (中国药典 2005 年版. 一部)[S]. 2005: 96.
- [5] XIA P F. Studying progress of Sanguis Draxonis[J]. Hebei Chinese Traditional Medical Journal(河北中医药学报), 2006, 21(1):40.