

粉防己中非酚性生物碱的提取与分离

李建萍, 邱丽芝, 许 和
(天津市职工医学院, 天津 300052)

粉防己是防己科千金藤植物粉防己 *Stephania tetrandra* S. Moore 的根, 含有粉防己碱、粉防己诺林碱、轮环藤酚碱, 具有解热镇痛、风湿止痛、利尿消肿之功效。本实验对粉防己总碱中非酚性碱进行了研究, 采用 Al_2O_3 层析方法正向分离非酚性粉防己碱与粉防己诺林碱, 得到较好的结果。

1 仪器与药品

旋转蒸发器 RE-52(上海亚荣生化仪器厂), 硅胶 G(青岛海洋化工厂), 粉防己(市售, 由天津中医药大学中药系鉴定), 粉防己碱对照品、粉防己诺林碱对照品购自中国药品生物制品检定所。

2 方法与结果

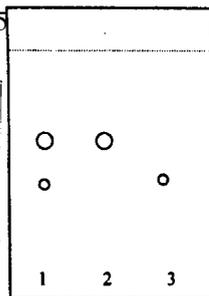
2.1 粉防己中非酚性生物碱的提取: 称取粉防己粗粉 200 g, 置索氏提取器中, 加 95% 乙醇回流提取 4 h, 减压回收乙醇浓缩至糖状, 加 1% HCl 200 mL 搅拌, 放置, 减压过滤, 移至分液漏斗中, 150 mL 氯仿, 用氨水调 pH=9~10 萃取 4 次, 每次 80 mL, 用 Drangedoff 试剂检验萃取完全, 合并氯仿液, 用 2% NaOH 液萃取 2 次, 每次 50 mL, 用水洗至中性, 减压回收氯仿, 残留物抽松, 得到非酚性生物碱的抽松物。

2.2 非酚性生物碱的分离

2.2.1 柱层析分离的条件: 取 20 g Al_2O_3 湿法装柱 (15 cm×2 cm), 取 50 mg 抽松物与 2 g Al_2O_3 拌样加入柱顶, 以环己烷-丙酮 2:1 为洗脱剂, 流速 5 mL/min 收集各组分流, 回收溶剂, 以 TLC 法检验, 合并分流, 回收溶剂至干, 用丙酮重结晶 2 次, 可得到浅黄色粉防己碱结晶和很微量的粉防己诺林碱结晶。

到浅黄色粉防己碱结晶和很微量的粉防己诺林碱结晶。

2.2.2 薄层层析: 取硅胶 G 1.5 g 加入 0.5% CMC-Na 4.5 mL, 制成板规格 15 cm×10 cm, 厚 0.5 mm, 105℃活化 30 min, 将抽松物样品、粉防己碱、粉防己诺林碱用丙酮溶解, 取样品溶液与对照品溶液各 2 μL 点于同一块硅胶 G 板上行展开, 以氯仿-丙酮 (1:1) 为展开剂, 展开前用氨气饱和 15 min, 展距 12 cm, 晾干, 用碘化铋钾试剂显色, 结果 (图 1) 样品的斑点颜色与位置与对照品一致。



1 抽松物样品
2 粉防己对照品
3 粉防己诺林碱对照品

图 1 TLC 图

3 讨论

3.1 调 pH=9~10 是除去水溶性的季铵碱盐, 用 2% NaOH 萃取系除去亲脂性生物碱等使杂质斑点减少。

3.2 Al_2O_3 对于粉防己碱及粉防己诺林碱分离效果较好, 其 Rf 值适中, 展开后放置 10 min 以显色剂喷湿润效果为最好且稳定。

参考文献:

- [1] 陈永庆, 陈 蕾, 朱霁虹, 等. 薄层扫描法测定痛立克注射液中延胡乙素、粉防己碱和粉防己诺林碱的含量 [J]. 药物分析杂志, 2001, 21(1): 28-29.
- [2] 倪 龙, 马双成, 曾晓英, 等. 薄层扫描法测定止痛饮胶囊中粉防己碱的含量 [J]. 中草药, 1994, 25(5): 245.
- [3] 中国药典 [S]. 1995年版. 一部.

收稿日期: 2001-11-06

欢迎订阅《中草药》杂志 1996年增刊

1996年第 27卷增刊为“第一届中药新药研究与开发信息交流会”会议论文集, 特邀了国内知名专家、中青年学科带头人就中药新药研究的方向、法规及如何与国际接轨等热点问题撰文阐述, 并有反映国内中药植化、药理、分析、制剂、药林、临床方面的新理论、新方法、新成果的科研论文和有关综述性文章 128篇, 共 320页 (约 60万字), 定价 50元, 另加包装费、邮费 5元。凡订阅者请向我部索取订单: 300193 天津市鞍山西道 308号《中草药》杂志编辑部, Tel: 022-27474913 Fax: 022-23006821