



A-隐丹参酮-PVP 物理混合物 B-隐丹参酮-PVP 固体分散体
C-隐丹参酮-PEG 物理混合物 D-隐丹参酮-PEG 固体分散体
A-cryptotanshinone-PVP physical mixture B-cryptotanshinone-PVP solid dispersion
C-cryptotanshinone-PEG physical mixture D-cryptotanshinone-PEG solid dispersion

图 4 隐丹参酮固体分散体的显微镜图

Fig. 4 Microgram of cryptotanshinone solid dispersion

丹参酮-PVP 固体分散体呈圆整的球状, 粒径约为 45~70 μm, 隐丹参酮以 5 μm 左右的微细晶体均匀分散在水溶性的 PVP 载体当中, 因此可以显著地提高隐丹参酮的溶出度。从图 D 可见, 由于隐丹参酮-PEG 固体分散体是由熔融法制备后经粉碎而得, 因此呈现不规则的块状, 其粒径约为 100 μm, 在光学显微镜下可以清楚地看到隐丹参酮的橙色微晶分散在无色透明的载体当中, 隐丹参酮晶体的粒径在 10~20 μm, 比隐丹参酮-PVP 固体分散体中的隐丹参酮晶粒略大, 可能是造成 PEG 固体分散体的溶出度比 PVP 固体分散体的溶出度略低的原因。

3 讨论

3.1 固体分散技术是 20 世纪 60 年代 Sekiguchi 首

先提出的制剂技术, 其基本原理是利用水溶性或亲水性载体将难溶性药物制成固体分散体, 以增加其在水中的溶解度。固体分散体可使难溶性药物具有高度分散性和高度润湿性, 可以加速药物的溶出和吸收, 从而提高药物的生物利用度^[4]。固体分散体的制备方法有溶剂法、熔融法、研磨法、喷雾干燥法等。本实验选用熔融法的典型载体 PEG 和溶剂法的典型载体 PVP 来制备固体分散体, 并比较它们对提高隐丹参酮溶出度的效果。一般来说, 固体分散体中载体(如本实验中的 PVP 或 PEG)的用量增加, 药物的溶出度也随之增加, 但载体用量过多会给后续的制剂工艺带来不便, 且会使得最后的制剂成品重量过大, 因此, 综合考虑这些因素, 确定药物与载体的比例为 1 : 4。

3.2 本实验制备的隐丹参酮-PVP 固体分散体和隐丹参酮-PEG 固体分散体均能显著提高隐丹参酮的溶出度, 通过差热分析确证形成了固体分散体。隐丹参酮以微晶形式分散在载体当中, 由于隐丹参酮分散在 PVP 载体和 PEG 载体中的粒径和状态不同, 导致隐丹参酮-PVP 固体分散体比隐丹参酮-PEG 固体分散体具有更高的溶出度。

References:

[1] Liang Y, Yang Y M, Yuan S L, et al. Progress of tanshinone's pharmacology and clinical application [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2000, 31 (4): 304-307.
[2] Shi N Y, Dong H M, Huang H J, et al. Pharmacology and clinical application of tanshinone [J]. *J Chin Phys* (中国医师杂志), 2001, 2 (3): 150-151.
[3] Ke X, Ping Q N, Shi A M, et al. The formation and solubilization of cefuroxime axetil solid dispersion [J]. *Chin Pharm J* (中国药学杂志), 2001, 36 (2): 106-108.
[4] Lu B. *New Techniques and New Dosage Forms of Drugs* (药物新剂型与新技术) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1998.

丹皮酚 β-环糊精包合物的制备工艺研究

廖正根^{1,2}, 平其能^{1*}, 邹红², 仲艳²

(1. 中国药科大学 药剂学教研室, 江苏 南京 210009; 2. 江苏康缘药业股份有限公司, 江苏 连云港 222001)

摘要:目的 建立丹皮酚 β-环糊精包合物的制备工艺。方法 以包合物收得率和包合率为指标, 采用正交试验优选 β-环糊精包合丹皮酚的条件, 在此条件下, 采用 3 种不同的包合工艺制备丹皮酚环糊精包合物, 并对 pH 和 HPMC 对包合的影响进行了研究。结果 1 份丹皮酚用 6 份量的乙醇溶解后, 以每小时 1/30 V 的速度加入 45 ℃ 10 份量 β-环糊精的饱和溶液中, 搅拌包合至包合物形成, 包合率可达 80%, 包合物收率可达 75% 以上; 不同 pH、HPMC 下, 丹皮酚相溶解曲线呈 A_L 型, 不同的 pH 和 HPMC 条件下包合稳定常数差异较大。结论 采用优化的饱

收稿日期: 2004-10-28

基金项目: 国家高技术产业发展项目计划(计高技[2001]2170号)

作者简介: 廖正根(1967—), 男, 博士研究生, 研究方向: 药物新剂型与新技术。Tel: (0518) 5521945 E-mail: lyzlyg@263.net

* 通讯作者 平其能 Tel: (025) 83271299 E-mail: pingqn@cpu.edu.cn

和溶液法及工艺条件制备包合物,包合率与收率高、工艺简单、设备要求不高,适用于工业化生产。pH 2.5、0.5% HPMC 条件可进一步增强药物与环糊精的包合作用。

关键词:丹皮酚;β-环糊精;包合物

中图分类号:R284.2

文献标识码:B

文章编号:0253-2670(2005)06-0842-05

Preparation technology of paeonol-β-cyclodextrin inclusion compound

LIAO Zheng-gen^{1,2}, PING Qi-neng¹, ZOU Hong², ZHONG Yan²

(1. Department of Pharmacy, China Pharmaceutical University, Nanjing 210009, China;

2. Jiangsu Kanion Pharmaceutical Co., Ltd., Lianyungang 222001, China)

Abstract: Objective To set up the preparing technology of paeonol-β-cyclodextrin (β-CD) inclusion compound. **Methods** The inclusion conditions were optimized by using the orthogonal test for the compound formation of paeonol-β-CD, taking the rate of recovery and inclusion as the criteria. Three different including methods or equipments were adopted and compared with the documentary method. The effect of pH and HPMC on the inclusion of paeonol with β-CD was investigated. **Results** The inclusion rate and recovery rate were more than 80% and 75%, respectively following the optimized saturated solution method, i. e. resolving 1 part of paeonol in 6 parts of absolute alcohol, then slowly adding the solution into the saturated solution containing 10 parts of β-CD in 1/30 V/h at 45 °C, keeping stirring until the inclusion compound formation. An A_L-type phase solubility curve was obtained. The difference of apparent stability constant is significant under different pH values and different HPMC contents. **Conclusion** The technology and procedure are relative simple and high efficient, which are applied for the industrialization. HPMC (0.05%) in pH 2.5 is shown to increase the inclusion of paeonol with β-CD.

Key words: paeonol; β-cyclodextrin (β-CD); inclusion compound

丹皮酚为牡丹皮、徐长卿的主要有效成分之一,具有易挥发、水溶性差和对胃肠道黏膜具有刺激性的特性,为了降低其挥发性、增大水溶性、提高稳定性和生物利用度,文献报道将丹皮酚磺化成盐^[1],也有报道用超声波法制备丹皮酚-β-CD 包合物^[2],但包合率不高。为提高包合率和收率,本实验对影响包合的诸因素进行了考察,经筛选优化得到了较佳的包合工艺。

1 仪器与试剂

HJ—5 型多功能搅拌机(常州国华电器有限公司);KQ—250DB 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);QM—2SP20 型球磨机(南京大学仪器厂);Agilent 1100 系列高效液相色谱仪;CHA—S 恒温振荡器(常州国华电器有限公司);牡丹皮(购于连云港市医药采购供应站,经鉴定为毛茛科植物牡丹 *Paeonia suffruticosa* Andr. 的干燥根皮;丹皮酚对照品(批号 0708-9003,购于中国药品生物制品检定所,质量分数>99%);β-环糊精(广东省郁南县永光味精实业有限公司,质量分数>98%);羟丙基甲基纤维素 K4M(进口分装,上海昌为医药辅料技术有限公司赠送),其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 丹皮酚的提取:将牡丹皮药材打成粗粉过 10 目筛,加水润湿 1.5 h 后,用流通蒸气蒸馏,收集 7

倍量馏出液,冷藏静置,析出结晶后滤过,滤液重蒸馏,收集 3 倍量馏出液,冷藏静置,析出结晶后滤过,合并两次结晶为所提丹皮酚结晶,HPLC 法测定丹皮酚质量分数为 94.7%。

2.2 包合物中丹皮酚的测定

2.2.1 色谱条件:色谱柱:钻石 ODS Lichrospher 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:55%乙腈溶液;体积流量:1.0 mL/min;柱温:30 °C;检测波长:274 nm。

2.2.2 标准曲线的建立:精密称取丹皮酚对照品 3 mg,置 25 mL 量瓶中,加乙醇溶解并加至刻度,摇匀,作为对照品储备液。分别精密吸取上述溶液 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、6.0 mL 置 10 mL 量瓶中,加乙醇稀释至刻度,摇匀,进样,测定。以质量浓度对面积作线性回归,得回归方程为 $Y = 47.607 X - 9.5199$, $r = 0.9999$,线性范围 6~72 μg/mL。

2.2.3 回收率试验:称取 β-CD 约 3 mg,精密加入丹皮酚对照品储备液 2 mL,置 15 mL 具塞离心管中,精密加入 8 mL 无水乙醇,混匀,密封,超声 20 min (250 W、40 kHz)后放置过夜,次日离心(5 000 r/min),精密取上清液进样,测定,计算得丹皮酚回收率为 101.1%,RSD 为 1.93% ($n=3$)。

2.2.4 样品的测定:取丹皮酚包合物 1 g,研成粉末,精密称取 5 mg,置 15 mL 具塞离心管中,精密加

入 10 mL 无水乙醇,其余操作同 2.2.3。

2.3 饱和溶液-机械搅拌制备丹皮酚包合物

2.3.1 分散溶剂量对包合的影响:β-CD 与丹皮酚按 10:1 的比例,称取丹皮酚适量,分别按 1:2、1:4、1:6、1:8 的质量体积比取无水乙醇分散,以每小时 1/30 V(V 为配制的饱和 β-CD 溶液的体积,下同)的速度加入到 45 °C 饱和 β-CD 溶液中,固定转速为 900 r/min,搅拌包合 1.5 h,置冰箱内冷藏 24 h 析晶,滤过,并用少量纯化水洗涤后,再用适量醋酸乙酯洗涤 3 次后,50 °C 热风吹干,得白色疏松状包合物粉末,测定各项指标。结果见表 1。

表 1 分散溶剂量对包合的影响 ($\bar{x} \pm s, n=5$)

Table 1 Influences of dispersing solvent's quantities to inclusion ($\bar{x} \pm s, n=5$)

丹皮酚:乙醇	包合物收率/%	包合率/%	包合物中丹皮酚/%	包合物中丹皮酚:β-CD 摩尔比
1:2	74.8±2.7	73.6±2.3	8.5±0.3	(0.64±0.03):1
1:4	75.8±2.3	77.0±1.8	8.8±0.2	(0.66±0.02):1
1:6	78.7±2.3	81.4±1.1	8.9±0.2	(0.67±0.02):1
1:8	73.3±2.6	73.7±2.1	8.7±0.3	(0.65±0.02):1

所得数据经 Excel 单因素方差分析表明 4 个水平总体均数的差别具有统计学意义。结果表明乙醇用量为丹皮酚的 6 倍量时,最利于丹皮酚的包合,过高或过低都对包合有不良影响,故确定丹皮酚与无水乙醇的质量体积比为 1:6。

2.3.2 包合工艺的正交优选:参考文献,选择投料比、反应温度、包合时间 3 个对结果影响较大的因素

为考察对象,每一因素各取 3 个水平,见表 2。选用 $L_9(3^4)$ 正交设计安排试验,以包合物收率和包合率为考察指标,确定最佳制备工艺。为在统一标准下加权评分,两项指标最佳的分别定为 30 分和 70 分,最差的定为 0 分,规定包合物收率最好的 9 号试验 86.80% 为 30 分,最差的 3 号试验 59.29% 为 0 分,每降低 1% 则减去 $30/(86.80-59.29)=1.09$ 分;同法推出包合率每降低 1% 则减去 2.24 分,故总评分为 $[30-1.09 \times (86.80-Y_1)] + [70-2.24 \times (78.40-Y_2)]$ 。最后将两个指标分值之和作为该试验的分值,并进行方差分析,结果见表 3、4。丹皮酚与 β-CD 的投料比对包合有显著性影响,其余两因素对以包合物收率和包合率为基础的综合考察指标无显著影响。以包合物中丹皮酚包合率为指标的方差分析结果表明:丹皮酚与 β-CD 的投料比与反应温度对其有显著影响,综合 3 个指标分析结果,确定最佳工艺为 $A_1B_2C_3$ 。即丹皮酚与 β-CD 的比例为 1:10,45 °C 包合 1.5 h。

2.4 饱和溶液-超声法:除电动搅拌改为超声外,其余操作均按 2.3.1 进行包合。

表 2 因素水平表

Table 2 Factors and levels

水平	因素		
	A 反应温度/°C	B 包合时间/h	C β-CD:丹皮酚/(g·g ⁻¹)
1	45	1	6:1
2	60	1.5	8:1
3	75	2	10:1

表 3 正交试验设计结果

Table 3 Orthogonal design and results

试验号	A	B	C	D(空白)	回收率 Y_1	包合率 Y_2	包合率评分	综合评分 Y
1	1	1	1	1	77.2	57.25	22.62	42.16
2	1	2	2	2	72.51	76.89	66.62	81.04
3	1	3	3	3	59.29	78.40	70	70.01
4	2	1	2	3	77.69	59.46	27.57	47.64
5	2	2	3	1	73.09	75.24	62.92	77.98
6	2	3	1	2	76.19	47.09	0	18.30
7	3	1	3	2	84.56	75.56	63.64	91.20
8	3	2	1	3	85.38	55.26	18.17	46.62
9	3	3	2	1	86.80	63.09	35.71	65.71
综合评分								
K_1	193.2	181.0	107.1	185.8				
K_2	143.9	205.6	194.4	190.5				
K_3	203.5	154.0	239.2	164.3				
包合率评分								
K_1	159.2	113.8	40.7	121.3				
K_2	90.4	147.7	129.9	130.1				
K_3	117.5	105.6	196.6	115.7				

2.5 球磨法:将 β-CD 加入球磨缸内,加入 2 倍量蒸馏水,然后按 2.3 项下方法加入丹皮酚无水乙醇溶液,在 50 r/min 转速下,操作 1.5 h,50 °C 真空干

燥,其余操作同 2.3.1。

2.6 文献法:按照文献方法^[2],取 1 g 丹皮酚,用 24 mL 40% 乙醇溶解后,加入 8 g β-CD,超声处理 40

min,其余操作同 2.3.1。以上几种方法制备包合物的结果见表 5。

表 4 方差分析

Table 4 Variance analysis

方差来源	离差平方和	自由度	方差	F 值	显著性	
综合评分	A	676.4	2	338.2	5.17	
	B	444.4	2	222.2	3.40	
	C	3 009.2	2	1 504.6	23.0	$P < 0.05$
	D	130.8	2	65.4		
包合率评分	A	802.5	2	401.3	22.9	$P < 0.05$
	B	332.3	2	116.2	9.5	
	C	4 079.3	2	2 038.6	116.2	$P < 0.01$
	D	35.1	2	17.5		

$F_{0.05}(2,2)=19.0$ $F_{0.01}(2,2)=99.0$

表 5 4 种不同方法制备丹皮酚 β -CD 包合物结果比较 ($\bar{x} \pm s, n=3$)

Table 5 Comparison of paeonol β -CD inclusion compounds made by four different methods ($\bar{x} \pm s, n=3$)

制备方法	包合物收率/%	包合率/%	丹皮酚/%	包合物丹皮酚与 β -CD 摩尔比
搅拌法	78.4 \pm 1.6	82.0 \pm 2.0	9.0 \pm 0.2	(0.68 \pm 0.02):1
超声法	70.2 \pm 1.8	59.0 \pm 1.1	7.3 \pm 0.3	(0.54 \pm 0.02):1
球磨法		60.2 \pm 1.3	5.2 \pm 0.1	(0.38 \pm 0.01):1
文献法 ^[2]	92.2 \pm 1.1	36.7 \pm 1.6	3.4 \pm 0.1	(0.24 \pm 0.01):1

所得数据经 Excel 单因素方差分析表明 4 种制备方法总体均数的差别具有统计学意义,运用饱和溶液-机械搅拌法制得的包合物包合率和丹皮酚最高,故选择饱和溶液-机械搅拌法。

2.7 pH 与高分子材料对包合的影响

2.7.1 pH 对包合率的影响:取 pH 2.5、5、6、8、8 的磷酸盐缓冲液,加入不同量的 β -CD 制成不同浓度的溶液(分别为 0、1、2、4、8、10、12 mmol/L)。取上述 β -CD 溶液各 10 mL 于 25 mL 锥形瓶中,均加入过量的丹皮酚,37 $^{\circ}$ C 振荡 24 h(100 次/min)至达溶出平衡。滤过,取续滤液 1 mL 置 25 mL 量瓶中,加无水乙醇至刻度,超声 20 min,HPLC 法测定丹皮酚。以 β -CD 浓度为横坐标(X),丹皮酚浓度为纵坐标(Y),进行线性回归,根据回归方程计算表观稳定常数,结果见表 6。

表 6 不同 pH 下丹皮酚的表现稳定常数

Table 6 Stability constants of paeonol at different pH values

pH	线性方程	r	$K_c/(L \cdot mol^{-1})$
2.5	$Y=0.429 X+0.002 1$	0.988 2	357.8
5.8	$Y=0.402 1 X+0.003 9$	0.987 3	210.2
6.8	$Y=0.359 1 X+0.003 3$	0.991 0	169.8
7.8	$Y=0.430 2 X+0.003 3$	0.998 4	228.8

$K_c = \text{斜率}/S_0(1 - \text{斜率})$,其中斜率为回归方程的斜率, S_0 为丹皮酚在该 pH 值下的溶解度

2.7.2 高分子材料对包合率的影响:分别用 0、0.05%、0.1%、0.15% HPMC 溶液配制不同浓度的 β -CD 溶液(分别为 0、1、2、4、8、10、12 mmol/L)。除 37 $^{\circ}$ C 振荡 48 h(100 次/min)至达溶出平衡外,其余操作同 2.7.1,进行线性回归,根据回归方程计算表观稳定常数,结果见表 7。

表 7 不同 HPMC 浓度下丹皮酚的表现稳定常数

Table 7 Stability constants of paeonol at different HPMC concentrations

HPMC	线性方程	r	$K_c/(L \cdot mol^{-1})$
0	$Y=0.42 X+0.003 8$	0.998 6	191
0.05	$Y=0.505 6 X+0.003 9$	0.974 5	262
0.1	$Y=0.454 5 X+0.003 7$	0.997 5	225
0.15	$Y=0.488 8 X+0.003 7$	0.997 2	258

3 讨论

3.1 丹皮酚水溶性较差,如将丹皮酚粉碎后直接加入 β -CD 溶液中,则易析出丹皮酚结晶,使包合难以进行。为使包合易于进行,需要将丹皮酚溶于一定的溶剂中使成分子状态存在。由于丹皮酚溶于乙醇、乙醚、丙酮、氯仿、苯和二硫化碳,考虑到乙醚易燃易爆,除乙醇、乙醚外的其余溶剂有一定毒性,为防止将这些溶剂带入成品,故用乙醇作为分散溶剂。

3.2 本实验采用丹皮酚的量作为包合率的考核指标,测定方法采用 HPLC 法,方法简便、灵敏、准确、重现性好。按文献报道的方法制备的丹皮酚包合物采用本实验的分析方法测定的丹皮酚包合率与文献报道差异较大,可能是两者分析方法不同,也可能是以较高体积分数乙醇溶液作为包合介质对包合不利,文献报道^[3],由于乙醇具有较强的极性,对包合物具有破坏作用。本实验中也发现:随着分散丹皮酚的乙醇量的增大,包合率也增大,当分散丹皮酚的乙醇量增大到 8 倍量丹皮酚的量时(此时乙醇与水的比约为 1:10),包合率出现下降。

3.3 在供试品溶液的制备中,以乙醇为溶剂可将包合物完全破坏,从而使丹皮酚完全游离出来,实验证明,超声 20 min 能将丹皮酚完全提出,这与文献报道^[4]的须在超声后再浸泡几个小时不一致,其原因可能是不同的包合物对乙醇破坏的抵抗力有差异。

3.4 本实验除对包合的一般影响因素投料比、反应温度、包合时间等对丹皮酚包合进行了考察外,也较详细地考察了 pH、HPMC 对包合的影响,实验结果表明:根据 Higuchi 等的分类在不同的 pH 条件、不同的 HPMC 浓度下,丹皮酚的相溶解度曲线均呈 A_L 型,由此可判定 β -CD 对丹皮酚以 1:1 摩尔比例进行包合。

3.5 在 pH 2.5~6.8, 稳定常数随 pH 的升高而降低, 在 pH 6.8 升到 pH 7.8 时, 稳定常数由 170 L/mol 升到 229 L/mol 表明两者在较酸性溶液和偏碱性溶液中包合作用较强, 根据实验结果, 宜选择 pH 2.5 的条件进行包合, 丹皮酚为弱酸性化合物, 随 pH 的升高, 丹皮酚的解离程度越大, 因而包合作用越弱。pH 6.8 升到 pH 7.8 时, 包合作用增加, 可能是存在其他包合机制, 有待进一步探讨。

3.6 β -CD 能与许多化合物进行包合作用, 但由于包合少量药物常需使用大量的 β -CD, 包合效率并不高, 因此在药物 β -CD 包合物的形成过程中, 常使用条件不同的添加剂, 本实验考察了水溶性的高聚物 HPMC 对包合的影响, 结果表明: 加入 0.05%~0.15% HPMC 均能使稳定常数有较大幅度的提高, 导致平衡相溶解曲线向左上方移动, 表明加入一定量的 HPMC 可使丹皮酚与 β -CD 的包合作用增强, 与文献报道一致^[5]。0.05% HPMC 能使稳定常数提高 37%, 且使溶液黏度改变不大, 故宜选择加入 0.05% HPMC 以增加包合率。

3.7 按照优化条件, 本实验对常用的 3 种包合方法进行比较, 结果表明: 丹皮酚 β -CD 包合物的制备以电动搅拌法为优, 其包合率为 82%, 丹皮酚的质量分数为 9.0%; 在 pH 2.5、加入 0.05% HPMC 条件下, 按优化条件制备 3 批包合物, 平均包合率为 91%, 丹皮酚的质量分数为 10.9%, 未完全包合的原因可能是部分丹皮酚在包合过程中挥发损失所致。

References:

- [1] Shu J Q, Wu C. Selection of optimum sulfonating conditions of paeonol by orthogonal test [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1995, 17 (9): 6-8.
- [2] Zang C, Gao J, Lin H W, et al. Study on preparation procedure of including compound of β -cyclodextrin with paeonol the orthogonal design [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1996, 18 (11): 1-3.
- [3] Pitha J, Hoshino J. Effect of ethanol on formation of inclusion complexes of hydroxypropyl cyclodextrins with testosterone or with methyl orange [J]. *Int J Pharm*, 1992, 80: 243-251.
- [4] Song H T, Guo T, Yan X T, et al. Studies on the preparation of cinnamon oil- β -cyclodextrin inclusion complex [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药) 2000, 31 (11): 818-820.
- [5] Loftsson T, Friorisksdottir H, Thorisdottir S, et al. The effect of hydroxypropyl methylcellulose on the release of dexamethasone from aqueous 2-hydroxypropyl- β -cyclodextrin formulations [J]. *Int J Pharm*, 1994, 104: 181-184.

大孔吸附树脂富集小蓟中咖啡酸酯类成分的研究

许 浚¹, 张铁军¹, 龚苏晓¹, 黄晓君², 薛 艳¹

(1. 天津药物研究院, 天津 300193; 2. 天津中医学院, 天津 300193)

摘要:目的 通过对 23 种大孔吸附树脂筛选, 寻找适用于纯化小蓟中咖啡酸酯类成分的大孔吸附树脂, 为从小蓟中工业化生产咖啡酸酯类成分提供依据。方法 采用 23 种大孔吸附树脂对小蓟提取物进行吸附纯化, 以总咖啡酸酯收率和纯度作为指标综合评价。结果 23 种吸附树脂中, 以树脂 HPD-100 吸附洗脱的总咖啡酸酯的收率最高为 87.6%、纯度为 52.2%。结论 HPD-100 树脂综合性能良好, 适用于小蓟中咖啡酸酯类成分的纯化。

关键词:小蓟; 咖啡酸酯类; 大孔吸附树脂; 纯化

中图分类号:R284.2; R286.02

文献标识码:B

文章编号:0253-2670(2005)06-0846-03

Enrichment of caffeate in *Cirsium setosum* by macroporous adsorption resins

XU Jun¹, ZHANG Tie-jun¹, GONG Su-xiao¹, HUANG Xiao-jun², XUE Yan¹

(1. Tianjin Institute of Pharmaceutical Research, Tianjin 300193, China; 2. Tianjin University of Traditional Chinese Medicine, Tianjin 300193, China)

Abstract; Objective To search for the method used in enriching caffeates in *Cirsium setosum* by macroporous adsorption resin, 23 types of macroporous adsorption resin were optimized, which could provide the industrial production of caffeates with the theory basis. **Methods** The adsorption and elution ratios, product purity and yield, as total indices, were comprehensively evaluated by 23 types of macroporous adsorption resin in enriching the extracts in *C. setosum*. **Results** The product purity and yield of caffeates by the HPD-100 type macroporous adsorption resin were the highest and up to 52.2% and 87.6%. **Conclusion** The HPD-100 type macroporous adsorption resin shows better comprehensive