

大孔吸附树脂分离、纯化返魂草有效成分的工艺研究[△]

张宏梅*, 崔佰吉, 李景华, 冯宪敏[#](吉林医药学院药学院, 吉林 吉林 132013)

中图分类号 R284.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2015)31-4402-04

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2015.31.27

摘要 目的:优化采用大孔吸附树脂分离、纯化返魂草有效成分的工艺。方法:以返魂草中有效成分绿原酸和金丝桃苷的吸附量、解析量等为考察指标,通过静态吸附选择适合的大孔吸附树脂型号;以绿原酸和金丝桃苷的洗脱量等为指标,采用动态吸附法确定最大上样量、水洗量、洗脱剂乙醇的体积分数及收集量等最优的分离、纯化条件。结果:7种型号树脂中以HPD100树脂纯化性能最好;在上样液质量浓度为6 mg/ml、上样速度为2 ml/min时,以最大上样量为3倍柱体积(BV)、水洗量为2.5 BV、60%乙醇洗脱并收集3 BV为最优条件。纯化后提取物中绿原酸和金丝桃苷含量由0.90、0.18 mg/g增加到7.26、1.04 mg/g;验证试验中各指标的RSD均 $\leq 3.0\%$ ($n=3$)。结论:建立的以HPD100大孔吸附树脂分离、纯化返魂草中有效成分的工艺稳定、高效。

关键词 大孔吸附树脂;返魂草;绿原酸;金丝桃苷;分离;纯化

Study on Isolation and Purification Technology of Active Components of *Senecio cannabinifolius* with Macroporous Adsorption Resin

ZHANG Hong-mei, CUI Bai-ji, LI Jing-hua, FENG Xian-min (College of Pharmacy, Jilin Medical University, Jilin Jilin 132013, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To optimize the isolation and purification technology of active components of *Senecio cannabinifolius* with macroporous adsorption resin. METHODS: The type of macroporous adsorption resin was selected with static adsorption using adsorption capacity and resolution rate of chlorogenic acid and hyperoside as index. The isolation and purification condition was optimized with dynamic adsorption using the elution volume of chlorogenic acid and hyperoside as index, such as maximal sample size, rinse water quantity, volume fraction and collective volume of eluant ethanol. RESULTS: Among 7 kinds of resin, HPD100 had the best purification property; the optimal purification technology was as follows as mass concentration of sample 6 mg/ml, the speed of sample loading 2 ml/min, maximal sample size 3 times of column volume (BV), rinse water quantity of 2.5 BV, 60% ethanol as eluting reagent. The contents of chlorogenic acid and hyperoside were increased from 0.90, 0.18 mg/g to 7.26, 1.04 mg/g after purification. RSD of each index were all $\leq 3.0\%$ ($n=3$) in validation test. CONCLUSIONS: The isolation and purification technology of active components of *S. cannabinifolius* with HPD100 macroporous adsorption resin is stable and effective.

KEYWORDS Macroporous adsorption resin; *Senecio cannabinifolius*; Chlorogenic acid; Hyperoside; Isolation; Purification

返魂草为菊科千里光属植物返魂草(*Senecio cannabinifolius* Less.)的干燥全草,通常以全草入药,具有理气化痰、清热消肿、止血镇痛等功效^[1-3]。返魂草主要生长在长白山地区,常用于感染性危重症患者的救治,其单方制剂返魂草颗粒在临床上广泛应用,主要用于治疗肺内感染、气管及支气管炎,效果良好^[4-6]。返魂草中酚酸、黄酮类成分具有显著的抗炎、抗病毒功效,是其发挥药效作用的主要活性成分^[7-10]。大孔吸附树脂技术是近年来发展起来的分离、纯化技术,具有物理化学稳定性高、操作简单、选择性好、再生处理方便、大生产可操作性强等优点,广泛用于医药行业特别是中药有效成分的分离纯化^[11]。本研究采用大孔吸附树脂对返魂草有效成分进行分离纯化,分别以绿原酸和金丝桃苷作为酚酸、黄酮类有效成分的考察指标,确定其分离纯化条件,为返魂草药材的合理应用提供试验依据。

[△] 基金项目:吉林省教育厅“十二五”科学技术研究项目(No.吉教科合字[2014]第549号)

* 讲师,硕士。研究方向:中药新剂型与新技术。E-mail: 33134016@qq.com

[#] 通信作者:副教授,博士。研究方向:病原与分子生物学。电话:0432-64560462。E-mail: fengxianmin28@163.com

1 材料

1.1 仪器

LC-20AT型高效液相色谱仪(日本岛津公司);CAP225D型电子天平(德国赛多利斯公司);KQ-250DE型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);Scientz-12SN型冷冻干燥机(宁波生物科技股份有限公司);THZ-D型台式恒温振荡器(太仓市实验设备厂)。

1.2 药材、药品、对照品、试剂与树脂

返魂草购于(2013年10月12日)吉林市宝恩大药房,经吉林医药学院李景华副教授鉴定为菊科千里光属植物返魂草(*Senecio cannabinifolius* Less.);绿原酸对照品(中国食品药品检定研究院,批号:110753-201314,纯度:99.6%);金丝桃苷对照品(上海原叶生物科技有限公司,批号:RA0430FA14,纯度:99.2%);乙腈为色谱纯,水为超纯水;AB-8、D101、ADS-17、HPD100、HPD300、HPD450、HPD600大孔吸附树脂(沧州宝恩化工有限公司)。

2 方法与结果

2.1 绿原酸、金丝桃苷含量测定方法^[12-13]

2.1.1 色谱条件 色谱柱:Wonda SilTM C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈(A)-0.4%磷酸水溶液(B),梯度洗脱(0→

25→50→52→60 min, 90%→80%→75%→90%→90% B); 流速: 1.0 ml/min; 检测波长: 325 nm (绿原酸), 355 nm (金丝桃苷); 柱温: 30 °C; 进样量: 20 μl。

2.1.2 混合对照品溶液的制备 精密称取绿原酸、金丝桃苷对照品适量, 置于 25 ml 量瓶中, 加甲醇适量溶解并定容至刻度, 混匀, 即得混合对照品贮备溶液 (含绿原酸 14.60 μg/ml、金丝桃苷 3.00 μg/ml); 取混合对照品贮备溶液 5 ml, 置于 10 ml 量瓶中, 加甲醇定容至刻度, 混匀, 即得混合对照品溶液。

2.1.3 供试品溶液的制备 精密称取返魂草提取物 0.2 g, 置于 25 ml 量瓶中, 加甲醇 20 ml, 超声 (250 W, 40 kHz) 提取 30 min, 放冷至室温, 甲醇定容至刻度, 混匀, 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 即得。

2.1.4 线性关系考察 精密吸取混合对照品贮备溶液 1.25、2.5、5、7.5、10 ml, 分别置于 10 ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 混匀, 微孔滤膜过滤。取续滤液, 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 以峰面积(y)和进样质量浓度(x)回归得方程, 绿原酸: $y = 2586.9x + 14993 (r = 0.9994)$, 金丝桃苷: $y = 2405.3x + 2660.4 (r = 0.9996)$, 表明绿原酸、金丝桃苷的检测质量浓度线性范围分别为 1.82~14.60、0.38~3.00 μg/ml。

2.1.5 专属性和灵敏度试验 取混合对照品溶液、供试品溶液及阴性溶液 (甲醇) 分别进样, 记录色谱图。结果, 各对照品色谱峰分离良好, 供试品各成分的色谱峰与相邻的色谱峰分离良好, 且 2 个成分在相应的位置上未见其他成分的干扰, 表明本方法专属性良好。

将混合对照品溶液逐级稀释, 进样测定。结果绿原酸、金丝桃苷的定量限分别为 0.32、0.33 μg/ml。

2.1.6 稳定性、精密性、重复性、准确度试验 取同一供试品溶液分别在制备后 0、2、4、6、8、12、24 h 进样, 观察色谱峰的变化情况, 结果表明绿原酸和金丝桃苷在 24 h 内稳定性良好, RSD 分别为 0.82%、1.14% (n=7); 取同一供试品溶液连续进样 6 次, 结果绿原酸和金丝桃苷峰面积的 RSD 分别为 0.54%、0.88% (n=6), 表明精密性良好; 平行制备 6 份供试品溶液进行测定, 观察绿原酸和金丝桃苷色谱峰面积的变化, 结果二者峰面积的 RSD 分别为 1.21%、1.33% (n=6), 表明本方法的重复性良好; 采取加样回收法进行准确度试验, 平行 6 份, 结果绿原酸和金丝桃苷平均回收率分别为 98.54%、97.76%, RSD 分别为 1.07%、1.16% (n=6)。

上述各项结果表明, 本方法可用于返魂草提取物中绿原酸和金丝桃苷的含量测定。

2.2 大孔吸附树脂纯化返魂草有效成分

2.2.1 大孔树脂预处理 取各型号的大孔吸附树脂, 用 95% 乙醇浸泡 24 h, 使其充分溶胀, 湿法装柱。95% 乙醇洗脱树脂至洗脱液经紫外 200~500 nm 扫描无吸收 (吸光度值不大于 0.03), 然后用蒸馏水洗脱至无醇味, 浸泡在蒸馏水中备用。

2.2.2 上样液的制备 称取返魂草粗粉适量, 15 倍量水煎煮 2 次, 每次 2 h, 收集水提取液, 残渣加 20 倍量 60% 乙醇加热回流提取 3 次, 每次 3 h, 收集乙醇提取液, 水提取液和乙醇提取液混合, 浓缩, 干燥, 得提取物粉末 (含绿原酸 0.90 mg/g, 金丝桃苷 0.18 mg/g)。根据不同上样液质量浓度, 称取适量的提取物粉末, 加水混匀制成溶液, 即得。

2.2.3 大孔树脂静态吸附考察优选树脂型号 称取经预处理的大孔吸附树脂各 6 g, 置于 100 ml 具塞三角瓶中, 分别精密加入 25 ml 的 6 mg/ml 上样液 (含绿原酸 5.40 μg/ml, 金丝桃苷 1.08

μg/ml), 置于恒温振荡器内, 设置温度为 25 °C、转速为 80 r/min, 室温振荡 12 h, 静止 1 h, 取上清液、过滤, 取续滤液, 得静态吸附平衡溶液。按“2.1”项下方法测定有效成分的质量浓度, 并计算静态吸附平衡浓度及静态吸附率。

将上述各静态吸附树脂滤出, 去除吸附液, 树脂中加入 60% 乙醇 50 ml, 将具塞三角瓶置于恒温振荡器内, 设置温度为 25 °C、转速为 80 r/min, 室温振荡 12 h, 静止 1 h, 取上清液过滤, 取续滤液, 得静态解析液。按“2.1”项下方法测定解析液中有效成分的质量浓度, 计算静态解析率。各计算公式如下: 吸附量 = (静态吸附液中有有效成分质量浓度 - 静态平衡液中有有效成分质量浓度) × 溶液体积 / 树脂质量; 吸附率 = (静态吸附液中有有效成分质量浓度 × 溶液体积 - 静态平衡液中有有效成分质量浓度 × 溶液体积) / 静态吸附液中有有效成分质量浓度 × 溶液体积 × 100%; 解析量 = 静态解析液中有有效成分质量浓度 × 静态解析液体积 / 树脂质量; 解析率 = 静态解析液中有有效成分质量浓度 × 静态解析液体积 / 树脂吸附量 × 100%。

各树脂的吸附与解析性能指标测定结果见表 1。

表 1 各树脂的吸附与解析性能指标测定结果

Tab 1 Determination results of adsorption and desorption capacity indexes of various resins

树脂型号	吸附量, mg/g		吸附率, %		解析量, mg/g		解吸率, %	
	绿原酸	金丝桃苷	绿原酸	金丝桃苷	绿原酸	金丝桃苷	绿原酸	金丝桃苷
AB-8	0.021	0.004	91.9	96.3	0.020	0.004	98.4	84.6
D101	0.021	0.004	94.1	88.9	0.014	0.004	65.4	91.7
ADS-17	0.017	0.003	77.0	63.0	0.007	0.002	38.5	52.9
HPD100	0.022	0.004	96.3	92.6	0.020	0.004	91.5	96.0
HPD300	0.020	0.004	88.1	81.5	0.006	0.003	27.7	86.4
HPD450	0.017	0.003	75.6	66.7	0.007	0.001	43.1	38.9
HPD600	0.019	0.003	84.4	74.1	0.011	0.002	57.0	60.0

由表 1 可见, 以 HPD100 树脂的吸附与解析性能最好, 故以下试验选择其为分离纯化树脂。

2.2.4 最大上样量考察 取处理好的树脂, 按照经高比 1:7 湿法装柱 (柱内直径为 1.94 cm, 柱高约 13.5 cm, 柱体积约为 40 cm³, 下同), 取 6 mg/ml 上样液连续、动态上样, 上样平均速度为 2 ml/min。每 20 ml 收集 1 管, 共收集 14 管, 标记样品编号, 按照“2.1”方法测定有效成分的质量浓度, 并以取样号对泄漏百分率 (取样液中有有效成分质量浓度 / 吸附液中有有效成分质量浓度 × 100%) 绘制泄漏曲线, 见图 1。

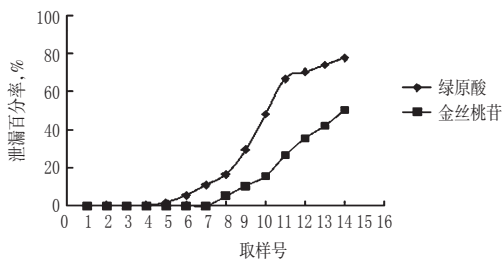


图 1 泄漏曲线

Fig 1 Leakage curves

由图 1 可知, 从 5 号样时绿原酸开始泄漏, 8 号样时金丝桃苷开始泄漏。综合考虑, 为保证酚酸类和黄酮类成分都能够更好地吸附, 最终选择上样体积为 6 号样即 3 倍柱体积 (BV) 作为最大上样量。

2.2.5 水洗除杂的水量考察 按照经高比 1:7 湿法制备树脂柱, 取 6 mg/ml 的上样液 3 BV 依法上样, 用水 (蒸馏水) 洗脱,

每10 ml收集1管,共收集20管(标记为1~20号)。分别取2、4、6、8、10、12、14、16、18、20号管样品,按照“2.1”项下方法测定洗脱液中有效成分含量,绘制洗脱曲线,见图2。

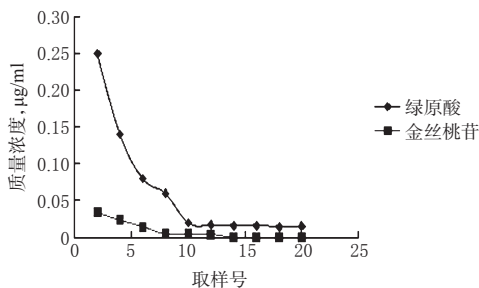


图2 水洗脱曲线

Fig 2 Elution curves of the water

由图2可知,自10号(2.5 BV)样品液开始,绿原酸质量浓度趋于0.02 µg/ml,金丝桃苷质量浓度趋于0.005 µg/ml,并都达到稳定状态,停留在树脂外部吸附不完全的成分和水溶性杂质洗脱趋于稳定,再增加洗脱液的用量,洗脱液中金丝桃苷含量没有明显变化,但是以绿原酸为代表成分的酚酸类成分有少量持续的流失,所以选择水洗除杂的用量(水洗量)为2.5 BV。

2.2.6 洗脱溶剂体积分数考察 按上述所确定的条件装柱、上样、蒸馏水洗脱除杂,平行准备1、2、3、4号树脂柱,分别用20%、40%、60%、80%乙醇洗脱,洗脱速度2 ml/min。分别收集洗脱液60 ml,并测定绿原酸、金丝桃苷质量浓度,结果各体积分数乙醇洗脱后洗脱液中的绿原酸质量浓度为0.015 7、0.024 2、0.028 2、0.028 2 mg/ml,金丝桃苷质量浓度分别为0.000 7、0.003 1、0.009 6、0.010 4 mg/ml。可知,随着乙醇体积分数的增大,以绿原酸为代表的酚酸类成分和以金丝桃苷为代表的黄酮类成分被洗脱的量越来越多,且在乙醇体积分数为60%、80%时达到峰值,二者变化不明显。综合考虑,选择洗脱剂乙醇的体积分数为60%。

2.2.7 洗脱剂用量考察 预处理后的树脂装柱,依法上样,蒸馏水洗脱除杂。用60%乙醇洗脱,洗脱速度2 ml/min。每10 ml收集1管,共收集20管(标记为1~20号)。测定不同标号洗脱液中绿原酸、金丝桃苷质量浓度,以有效成分累计质量浓度绘制洗脱曲线。结果洗脱体积为120 ml(3 BV)时,大部分有效成分被洗脱,故最终确定洗脱体积为3 BV。乙醇洗脱曲线见图3。

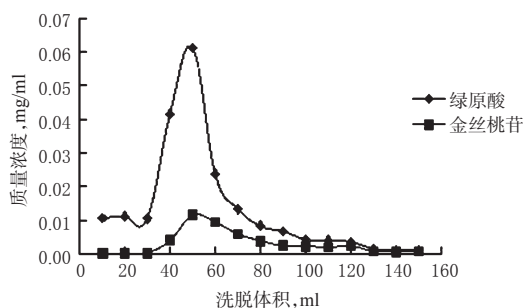


图3 乙醇洗脱曲线

Fig 3 Elution curves of ethanol

2.2.8 纯化程度比较 取“2.2.7”项下1~12号样品混合均匀,浓缩回收乙醇,冷冻干燥,得纯化样品粉末,测定样品中绿原酸、金丝桃苷质量浓度。结果绿原酸和金丝桃苷的含量分别

为7.26、1.04 mg/g,与未纯化样品(0.90、0.18 mg/g)进行含量对比。结果表明纯化效果明显,有效成分含量明显提高。

2.2.9 工艺验证 取预处理树脂3份,按1:7径高比湿法装柱,6 mg/ml(返魂草提取物)质量浓度上样3 BV,速度为2 ml/min;2.5 BV水洗脱除杂,60%乙醇洗脱,收集洗脱液3 BV,冷冻干燥,得粉末。依法测定冻干粉末中有效成分的含量,结果为绿原酸7.41、7.35、7.22 mg/g(RSD=1.3%,n=3),金丝桃苷1.14、1.21、1.17 mg/g(RSD=3.0%,n=3)。

3 讨论

返魂草中含有多种有效成分,目前市场上的成方制剂肺宁颗粒、肺宁片等单方制剂主要是以返魂草水提物,即酚酸类成分为主要代表物质,但返魂草中黄酮类成分也具有抗炎、抗病毒的作用。“肺宁颗粒二次开发”的试验也证明,含有酚酸类和黄酮类共同成分的提取物具有良好的药理作用^[4]。在本课题返魂草提取的过程中,笔者进行了酚酸类成分和黄酮类成分的共同提取,进而以酚酸类、黄酮类代表物质绿原酸、金丝桃苷对整个提取物纯化过程中有效成分含量进行了监测,兼顾了酚酸类和黄酮类有效成分的整体纯化,为返魂草制剂的合理、高效利用提供了试验基础。

预试验过程中考察了质量浓度为4、6、8、10 mg/ml的上样液进行上样的效果。操作过程中发现若样品质量浓度过低,使用等量树脂时则需要更多的样品进行吸附;但样品质量浓度过高,往往存在大量固体物质在样品柱的上方蓄积的现象,不利于大孔吸附树脂进行有效的选择性吸附。故最终选择上样液质量浓度为6 mg/ml,使在保证样品顺利通过树脂柱的前提下,又能防止固体物质在柱头蓄积。

大孔吸附树脂在中草药有效成分的分离纯化等方面的应用越来越广泛,技术成熟度越来越高,但不同型号的大孔吸附树脂对不同类别的中草药有效成分的纯化应用也存在一定差异。D101/HPD100/HPD300为非极性树脂,其中D101树脂在中草药的分离纯化中应用最为广泛,而HPD100和HPD300树脂在皂苷和黄酮类成分的分离方面应用较广泛;AB-8型树脂为弱极性树脂,也是广泛用于中草药纯化的树脂,尤其对黄酮类成分分离、纯化效果良好;HPD450和ADS-17树脂同为中等极性树脂,对黄酮类成分均有一定的效果,差别在于ADS-17中含有氢键,对于多酚类物质具有一定的纯化作用;HPD600为极性树脂,主要应用于黄酮类成分的分离。笔者选择多种不同极性的树脂,充分考察返魂草有效成分在各种极性条件下的分离情况,以便寻求效果较好的纯化树脂。试验结果表明,各种树脂对返魂草提取物的纯化具有一定的差异,本试验选取的HPD100树脂可有效纯化返魂草提取物中有效成分。

参考文献

- [1] 郑慧敏,王晓波,袭荣刚,等.返魂草干粉吸入剂的含量测定及体外肺沉积率考察[J].解放军药学报,2011,27(4):325.
- [2] 林莉,杜惠莲,李琦.返魂草提取物对胃溃疡大鼠胃黏膜炎症反应的调节作用[J].中华中医药学刊,2010,28(6):1298.
- [3] 牛天增,孟月娟,林华,等.多指标综合研究返魂草提取物的提取工艺[J].东北师大学报:自然科学版,2009,41(4):116.
- [4] 张贵友,王炳信,韩雪,等.白山地区返魂草产业发展现状及建议[J].特种经济动植物,2012,15(8):35.

大孔树脂纯化莲房总黄酮的工艺研究[△]

郑淑霞^{1,2*}, 易 骏³, 吴锦忠¹, 谭春江¹, 吴建国¹, 陈建忠², 吴岩斌^{1#}(1.福建中医药大学中西医结合研究院,福州 350122; 2.福建中医药大学药学院,福州 350122; 3.福建教育学院理科部,福州 350001)

中图分类号 R284.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2015)31-4405-04

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2015.31.28

摘要 目的:研究莲房总黄酮的大孔树脂纯化工艺。方法:以莲房总黄酮的吸附率和解析率为指标,通过静态吸附-解吸试验筛选出最优大孔树脂型号;以总黄酮吸附率等为指标,采用单因素试验考察上样液总黄酮质量浓度、吸附时间、吸附流速、上样量、水洗脱用量、洗脱剂体积分数及其用量等因素对莲房总黄酮纯化工艺的影响,并进行验证试验。结果:10种树脂型号中,以HPD-400型大孔树脂对莲房总黄酮的吸附和解吸效果最优;优选的分离纯化条件为上样液总黄酮质量浓度7.00 mg/ml,吸附时间3 h,吸附流速3倍柱体积(BV)/h,上样量8 BV,水洗脱用量6 BV,50%乙醇洗脱用量4 BV;验证试验显示,纯化后莲房总黄酮的质量分数分别为63.88%、62.50%和63.44%(RSD=1.11%,*n*=3)。结论:HPD-400型大孔树脂可用于纯化莲房中的总黄酮,且建立的分离纯化工艺稳定、可行。

关键词 莲房;总黄酮;大孔树脂;纯化工艺

Study on Purification Technology of Total Flavonoids from Nelumbinis receptaculum by Macroporous Resin
ZHENG Shu-xia^{1,2}, YI Jun³, WU Jin-zhong¹, TAN Chun-jiang¹, WU Jian-guo¹, CHEN Jian-zhong², WU Yan-bin¹(1. Institute of Integrated Traditional and Western Medicine, Fujian University of TCM, Fuzhou 350122, China; 2. College of Pharmacy, Fujian University of TCM, Fuzhou 350122, China; 3. Science Department, Fujian Institute of Education, Fuzhou 350001, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To study the purification technology of total flavonoids from Nelumbinis receptaculum by macroporous resin. METHODS: Using adsorption rate and desorption rate of total flavonoids from Nelumbinis receptaculum as index, the type of macroporous resin was selected by static adsorption-desorption tests; With adsorption rate of total flavonoids as index, single factor test was used to investigate the effects of the concentration of total flavonoids, adsorption time, adsorption speed, drug-loading amount, water amount, volume fraction and amount of eluant and other factors on the purification technology. The optimal technology was validated. RESULTS: Among 10 kinds of resin, HPD-400 macroporous resin was found to have the best adsorption and desorption effects. The optimal purification conditions was as follows as the concentration of total flavonoids 7.00 mg/ml, adsorption time of 3 h, flow rate for sampling of 3 column volume (BV)/h, drug-loading amount of 8 BV, water amount of 6 BV, 50% ethanol elution amount of 4 BV. In validation test, mass fraction of total flavonoids from purified Nelumbinis receptaculum were 63.88%, 62.50% and 63.44% (RSD=1.11%, *n*=3). CONCLUSIONS: HPD-400 macroporous resin could purify total flavonoids from purified Nelumbinis receptaculum, and established purification technology is stable and practical.

KEYWORDS Nelumbinis receptaculum; Total flavonoids; Macroporous resin; Purification technology

- [5] 李恩国,冯晓娟,林凤霞.返魂草林地栽培技术[J].吉林林业科技,2011,40(6):58.
- [6] 李克秀,张江.返魂草药材的鉴别研究现状[J].中国实用医药,2014,9(7):252.
- [7] 傅钰,范红艳,杨颖杰,等.返魂草提取物的药理作用研究进展[J].吉林医药学院学报,2014,35(4):294.
- [8] 赵光云,王晓波,裘荣刚,等.返魂草素Ⅱ对小鼠全氟异丁烯吸入性急性肺损伤的预防作用[J].解放军药学报,2013,29(1):13.
- [9] 孙佳丹,王晓波,姜爽,等.返魂草素Ⅱ对全氟异丁烯致大鼠吸入性急性肺损伤的预防作用[J].国际药学研究杂志,2014,41(4):444.
- [10] 代春敏,曹柏营,昌友权.返魂草对人体免疫作用的试验研究[J].吉林农业大学学报,2010,32(3):299.
- [11] 程新梅.大孔吸附树脂分离技术在中药制药工业中的应用[J].中国药房,2008,19(18):1431.
- [12] 赵春芳,李庆杰,王莲萍,等.返魂草的高效液相色谱法指纹图谱研究及成分分析[J].分析化学,2013,41(1):133.
- [13] 马鸿雁,杨莉,王长虹,等. HPLC法同时测定返魂草颗粒中6种活性成分[J].中成药,2012,34(8):1496.
- [14] 侯宝.肺宁颗粒二次开发[D].长春:吉林大学生命科学学院,2012.

△基金项目:福建省科技厅社会发展重点项目(No.2013Y0058); 2013—2015年度福建省中医科研项目(No.wzzy 201301)

* 硕士研究生。研究方向:中药活性成分及品质评价研究。E-mail:zhengsl1@sina.cn

通信作者:助理研究员,硕士。研究方向:中药活性成分及品质评价研究。电话:0591-22861166。E-mail:wxsq1@163.com

(收稿日期:2015-06-05 修回日期:2015-08-31)

(编辑:刘 萍)