

doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2021.16.010

《中国药典》药品检验标准中2种常用树脂规范应用探讨

王琦, 曾志坚, 何上儿

(广东省江门市药品检验所, 广东 江门 529030)

摘要:目的 了解大孔吸附树脂和离子交换树脂在药品检验标准中的应用情况。方法 对2015年版和2020年版《中国药典(一部)》药品检验标准中树脂的使用情况进行归纳、总结,分析存在的问题。结果 《中国药典》相关检验标准中存在树脂的名称使用不规范、树脂预处理方式不明确、吸附和洗脱参数不详细等问题。结论 药品标准中需进一步规范树脂的使用,以提高标准的可行性。

关键词:《中国药典》;检验标准;大孔吸附树脂;离子交换树脂;使用规范

中图分类号:R92

文献标志码:A

文章编号:1006-4931(2021)16-0037-03

Application of Two Common Resins in Drug Inspection Standards in the Chinese Pharmacopoeia

WANG Qi, ZENG Zhijian, HE Shang'er

(Jiangmen Institute for Drug Control, Jiangmen, Guangdong, China 529030)

Abstract: Objective To understand the application of macroporous adsorption resin and ion-exchange resin in drug inspection standards. **Methods** The application of resin in the drug inspection standards in the Chinese Pharmacopoeia (2015 Edition and 2020 Edition, Volume I) was summarized and the existing problems were analyzed. **Results** There were some problems in the relevant inspection standards in the Chinese Pharmacopoeia, such as improper use of the name of the resin, unclear resin pretreatment methods, and inadequate adsorption and elution parameters. **Conclusion** The application of resin should be further standardized in the drug standards to improve the feasibility of standards.

Key words: Chinese Pharmacopoeia; inspection standards; macroporous adsorption resin; ion-exchange resin; usage standards

大孔吸附树脂属非离子型高分子聚合物,兼有吸附性和筛选性,是将吸附作用和筛选作用相结合的分离材料^[1]。离子交换树脂自20世纪50年代开始生产和应用,属带有活性基团的网状结构高分子化合物,具有交换、选择、吸附、催化等功能^[2]。《中国药典(一部)》中药材及中成药的检验标准中部分项目将上述2种树脂用于化学成分的提取分离。树脂在提取分离纯化技术中受到了极大重视,可解决中药提取分离中存在的诸多问题,加快中药产业现代化进程。但在药品检验实践工作中发现,部分标准中树脂的使用存在问题,减弱了检验标准的可操作性,影响检验结果特别是含量测定的准确性。在此对《中国药典(一部)》中使用树脂的情况进行了归纳与总结,分析存在的问题,以促进药品标准中树脂的规范使用,提高标准的可行性。现报道如下。

1 使用情况

1.1 大孔吸附树脂

2015年版《中国药典(一部)》^[3]中,有125个品种、130个检验项目使用。其中涉及鉴别、含量测定的项目分别为108个和22个;明确使用型号的有6种,有1个品种未写明使用树脂的型号。2020年版《中国药典(一部)》^[4]中,有132个品种、147个检验项目使用,其中涉及鉴别含量测定的项目分别为127个和20个;明确使用型号的有6种,有2个品种未写明使用树脂的型号。

2020年版《中国药典》在树脂的使用上比2015年版《中国药典》有所增加,均以D101大孔吸附树脂的使用最多。详见表1。

表1 大孔吸附树脂在2版《中国药典》检验标准中的使用情况(个)

Tab.1 Application of macroporous adsorption resin in the inspection standard in two editions of Chinese Pharmacopoeia(Pc.)

型号	树脂结构	极性	2015年版			2020年版		
			品种	鉴别项	含量测定项	品种	鉴别项	含量测定项
D101	聚苯乙烯型	非极性	113	98	20	118	118	15
AB-8	聚苯乙烯型	弱极性	4	3	1	4	3	1
DA-201	聚苯乙烯型	极性	1	1	0	1	1	0
ADS-8	聚苯乙烯型	非极性	3	3	0	3	0	3
HP-20	聚苯乙烯基苯	非极性	1	1	0	2	2	0
GDX-201	聚苯乙烯型	非极性	1	0	1	0	0	0
大孔吸附树脂	不清楚	不清楚	1	1	0	2	2	0
D101-DA201(1:1)			1	1	0	2	1	1

1.2 离子交换树脂

2015年版《中国药典》中共有16个品种、17个检验项目使用,2020年版《中国药典》中共有19个品种、19个检验项目使用。其中732钠型强酸性阳离子交换树脂和强酸性阳离子交换树脂均用于盐酸水苏碱的提取分离;941离子交换树脂为阴离子交换树脂,用于人参皂苷的提取分离。详见表2。

表2 离子交换树脂在2版《中国药典》检验标准中的使用情况(个)
Tab. 2 Application of ion-exchange resin in the inspection standard in two editions of Chinese Pharmacopoeia (Pc.)

型号	2015年版			2020年版		
	品种	鉴别项	含量测定项	品种	鉴别项	含量测定项
732 钠型强酸性阳离子交换树脂	9	6	4	9	7	2
732 氢型阳离子交换树脂	4	4	0	5	5	0
941 离子交换树脂(阴离子)	1	1	0	1	1	0
强酸性阳离子交换树脂	1	1	0	3	2	1
磺酸型阳离子交换树脂	1	1	0	1	1	0

2 存在的问题

2.1 树脂的名称使用不规范

目前,国内常用的大孔吸附树脂按其极性大小可分为非极性树脂(D101, LX-11, LX-68等)、弱极性树脂(LSA-21, LX-28, LSA-10等)、极性树脂(XDA-8, LX-17, LSA-7等)等。不同型号树脂的比表面积、平均孔径、分离选择性均有不同,故不同型号的大孔吸附树脂适用的有效成分的分离也不同^[4]。郑亚杰等^[5]考察了AB-8, DM301, D101, SP825这4种不同种类的大孔吸附树脂对山楂中总黄酮的静态吸附量,以及解吸率和吸附速率,结果以AB-8的吸附与洗脱效果最佳。刘锡建等^[6]比较了AB-8, X-5等7种大孔吸附树脂精制沙棘总黄酮的效果,结果以X-5树脂效果最佳。

大孔吸附树脂的使用要根据实际需要选择合适的型号。2015年版、2020年版《中国药典》标准中分别有1个和2个品种的检验标准项目中仅写使用大孔吸附树脂,无明确型号,在实际检验工作中无法确定使用树脂的种类,影响了标准的可行性。加之国产大孔吸附树脂型号较多,无统一的命名标准,均为生产单位自行命名,导致型号繁多而混乱,无规律可循^[5-7]。故迫切需要建立树脂的命名系统和基本规范,以保证其质量和正确使用。

分析还发现,离子交换树脂名称较混乱。对于离子交换树脂的分类、命名及型号等,我国已于2009年2月1日起开始实施最新的标准《离子交换树脂命名系统和基本规范》(GB/T1631-2008)。如732型强阳离子交换树脂化学品中文名应为001×7(732#)阳离子交换树脂。《中国药典》标准中使用的5种离子交换树脂均未使用规范名称,故药品依标检验使用时存在一定混乱,建议在检验标准中使用规范的化学品中文名。

2.2 树脂的预处理方式不明确

树脂的预处理对树脂的分离提取效果影响很大。新树脂中常含有未聚合好的低聚合物和未参加聚合反应的物质,当树脂与水、酸、碱或其他溶液接触时,上述物质就会转入溶液中影响出水水质,除这些有机物外,还可能含有铁、铜、铅等无机杂质,因此新树脂在使用前应

进行预处理。检验过程中发现,732钠型强酸性阳离子交换树脂是否进行前处理,会对含量测定结果产生较大影响。王雪梅等^[8]也研究了732钠型强阳离子交换树脂的预处理对含量测定的影响,发现增加树脂的预处理,在益母草膏洗脱过程中能提高盐酸水苏碱被保留下来的量,提高样品最终检测含量。刘恩荔等^[9]考察了6种大孔吸附树脂对金银花中总有机酸的分离纯化效果,指出树脂需进行预处理,以95%乙醇浸泡24h,充分溶胀,乙醇洗至流出液加适量水无白色浑浊,再用蒸馏水洗至无醇味。

2015年版《中国药典》中仅7个鉴别项写明了使用的大孔吸附树脂需预处理,其中6个给出了各不相同的预处理方法;离子交换树脂有5个鉴别项写明了需预处理,其中仅1个给出了预处理方法。2020年版《中国药典》中有7个鉴别项、1个含量测定项写明了使用的大孔吸附树脂需预处理,其中7个给出了各不相同的预处理方法;离子交换树脂有5个鉴别项写明了需预处理,仅1个给出了预处理方法。可见,树脂的预处理问题尚未得到足够重视。建议药品标准中特别是含量测定标准中应写明树脂的预处理步骤。

2.3 树脂的吸附及洗脱参数不详细

树脂对中草药化学成分的吸附分离受诸多因素影响,如被分离成分性质、上样溶剂性质、洗脱剂性质、吸附流速、洗脱流速等^[10]。对同一质量浓度的银杏黄酮溶液,用D140树脂进行吸附,吸附流速分别为1, 2, 3 BV/h,其吸附率分别为56.14%, 53.79%, 51.97%^[11]。对同一质量浓度的金银花提取液,用HPD100树脂进行吸附,调节提取液pH分别为1.0, 3.0, 7.0,结果当pH为1.0时,大孔吸附树脂对总有机酸的吸附量最大^[9]。

《中国药典》检验标准中多对树脂柱的内径和高度进行了规定,但也有标准中未给出树脂柱内径和高度的详细数据(如国公酒),基本无对其他影响参数详细的规定。树脂吸附及洗脱参数对检验结果特别是对含量测定结果准确性的影响^[8]较大,建议在检验标准中细化树脂吸附及洗脱参数。

3 小结

分析可知,大孔吸附树脂和离子交换树脂广泛用于中药材及中成药的检验中。但在使用中存在树脂的名称使用不规范、预处理方式不明确、吸附和洗脱参数不详细等问题,影响了检验结果的准确性及复现性,给药品依标检验带来了一定困扰。希望在标准制修订时有针对性地进行改进,提高标准的可行性。

参考文献

- [1] 李平华,王兴文. 大孔吸附树脂在中药有效成分分离纯化中的研究进展[J]. 云南中医学院学报, 2003, 26(3): 43-46.