

壮药鹰不扑(虎刺槐木)的质量标准提升研究^Δ

赵湘培^{1,2*}, 粟洁莹¹, 许桃¹, 梁婧¹, 李燕婧², 杨梅^{1,3#}(1. 广西中医药大学附属国际壮医医院壮瑶药研究实验室, 南宁 530201; 2. 广西壮族自治区中医药研究院广西中药质量标准研究重点实验室, 南宁 530022; 3. 沈阳药科大学中药学院, 沈阳 117004)

中图分类号 R284;R917 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2025)21-2645-06
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2025.21.05



摘要 **目的** 提升壮药鹰不扑(虎刺槐木)的质量标准。**方法** 以23批鹰不扑(虎刺槐木)为研究对象, 观察其外观性状、粉末显微特征; 采用薄层色谱法对齐墩果酸与槐木皂苷A进行定性鉴别; 参照2020年版《中国药典》(四部)方法测定水分、总灰分、酸不溶性灰分及醇溶性浸出物含量; 通过《中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012版)》建立23批样品的超高效液相色谱(UPLC)指纹图谱, 并测定齐墩果酸与槐木皂苷A的含量。**结果** 药材粉末显微特征显著, 23批药材薄层色谱均能检出齐墩果酸与槐木皂苷A。23批样品中水分、总灰分、酸不溶性灰分和醇溶性浸出物含量范围分别为6.9%~10.4%、1.8%~6.8%、0.1%~1.9%和2.8%~8.4%。根据UPLC指纹图谱, 共获得15个共有峰, 并指认了其中9个共有峰。23批样品中齐墩果酸、槐木皂苷A的含量范围分别为0.86%~2.69%、0.16%~1.10%。**结论** 本研究新增了鹰不扑(虎刺槐木)药材的水分、总灰分、指纹图谱、薄层鉴别等项目; 初步拟定了水分含量不得过11.0%、总灰分含量不得过5.0%、酸不溶性灰分含量不得过2.5%、醇溶性浸出物含量不得低于4.0%以及齐墩果酸、槐木皂苷A的含量分别不得少于1.00%、0.45%(按干燥品计)的质量标准。
关键词 鹰不扑; 虎刺槐木; 质量标准; 齐墩果酸; 槐木皂苷A

Improvement of quality standards for Zhuang medicine Yingbupu (*Aralia armata*)
ZHAO Xiangpei^{1,2}, SU Jieying¹, XU Tao¹, LIANG Jing¹, LI Yanjing², YANG Mei^{1,3}(1. Zhuang and Yao Medicine Research Laboratory, the Affiliated International Zhuang Medicine Hospital of Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning 530201, China; 2. Key Laboratory of Guangxi Traditional Chinese Medicine Quality Standards, Guangxi Institute of Traditional Chinese Medicine, Nanning 530022, China; 3. School of Chinese Materia Medica, Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang 117004, China)

ABSTRACT **OBJECTIVE** To improve the quality standard of Zhuang medicine Yingbupu (*Aralia armata*). **METHODS** A total of 23 batches of Yingbupu (*A. armata*) were studied. Their macroscopic characteristics and powder microscopic features were observed. TLC was employed for the qualitative identification of oleanolic acid and araloside A. Items such as water content, total ash, acid-insoluble ash, and ethanol-soluble extract were determined according to the methods specified in the 2020 edition of the *Chinese Pharmacopoeia* (part IV). UPLC fingerprint was established for 23 batches of samples by using *Similarity Evaluation System for Chromatographic Fingerprints of Traditional Chinese Medicine (2012 edition)*, and the contents of oleanolic acid and araloside A were determined. **RESULTS** The powder microscopic characteristics of the medicinal material were distinctive. Oleanolic acid and araloside A were detected by TLC in all 23 batches. Among the 23 batches of samples, the content ranges of moisture, total ash, acid-insoluble ash, and ethanol-soluble extract were 6.9% to 10.4%, 1.8% to 6.8%, 0.1% to 1.9%, and 2.8% to 8.4%, respectively. Based on the UPLC fingerprint, a total of 15 common peaks were obtained, and 9 of these common peaks were identified. The content ranges of oleanolic acid and araloside A in the 23 batches of samples were 0.86% to 2.69% and 0.16% to 1.10%, respectively. **CONCLUSIONS** This study has added items such as moisture and total ash content fingerprint, TLC identification. A preliminary quality standard has been established for the medicinal material of Yingbupu (*A. armata*), stipulating

Δ 基金项目 国家自然科学基金青年科学基金项目(No.82405011); 广西自然科学基金项目(No.2022GXNSFBA035568); 广西中药质量标准研究重点实验室开放课题(No. 桂中重开201508); 国家中医药管理局高水平中医药重点学科建设项目-少数民族药学(壮药学)(No. zyyzdxk-2023165)
* 第一作者 副研究员, 博士。研究方向: 民族药物物质基础及作用机制。E-mail: zhaoxiangpei@126.com
通信作者 高级工程师, 博士研究生。研究方向: 民族药物物质基础及制剂。E-mail: yangmei20200803@163.com

that the moisture content should not exceed 11.0%, the total ash content should not exceed 5.0%, the acid-insoluble ash content should not exceed 2.5%, the ethanol-soluble extract content should not be less than 4.0%, and the contents of oleanolic acid and araloside A should not be less than 1.00% and 0.45% (calculated by a dried basis), respectively.
KEYWORDS Yingbupu; *Aralia armata*; quality standards; oleanolic acid; araloside A

鹰不扑是广西壮族地区传统的民间药物,来源于五加科植物虎刺楸木 *Aralia armata* (Wall.) Seem. 或黄毛楸木 *Aralia decaisneana* Hance 的干燥根。其味苦、辣,性平,具有调和谷道、通畅水道的作用,主要功效为散瘀消肿、祛风利湿,传统用于治疗跌打损伤、风湿痹痛、肾炎、水肿、黄疸、痢疾、带下等病症^[1-3]。

目前,关于鹰不扑的基础研究较为匮乏。《广西中药材标准》(1990年版)、《广西壮族自治区中药饮片炮制规范》(2022年版)和《广西壮族自治区壮药质量标准第二卷》(2011年版)已收录鹰不扑,前2个标准/规范收录了黄毛楸木和虎刺楸木2个基原的鹰不扑,第3个标准仅收录了黄毛楸木基原的鹰不扑。与虎刺楸木基原的鹰不扑相比,《广西壮族自治区壮药质量标准第二卷》(2011年版)对黄毛楸木基原鹰不扑的质量标准要求更加详细,相关文献^[4]也对其开展了研究,功能主治外,涉及显微鉴别、薄层鉴别、检查(水分、总灰分、酸不溶性灰分)、浸出物等质量控制项目。而虎刺楸木基原鹰不扑的质量标准目前仅涵盖性状、性味和功能主治,未涉及显微鉴别、薄层鉴别、水分、总灰分、酸不溶性灰分等其他质控项目,尤其在含量测定方面尚未见相关文献报道。鉴于虎刺楸木和黄毛楸木基原鹰不扑在药理作用上的差异^[5-6],本研究选择虎刺楸木基原鹰不扑作为研究对象,在完善常规检查项的基础上,采用薄层色谱、含量测定及指纹图谱等方法,建立以成分分析为核心的质量控制体系,旨在提升与完善壮药鹰不扑(虎刺楸木)的质量控制标准,为其质量评价、临床安全性与资源开发提供科学依据。

1 材料

1.1 主要仪器与设备

本研究所用的主要仪器有:1260 Infinity II、1290 Infinity 型超高效液相色谱(UPLC)仪(美国 Agilent 公司),ML204T 型电子天平[梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司],SHB-B95 型循环水真空泵(郑州长城科工贸有限公司),KQ-500DE 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司),HGZN-II-43 型电热恒温干燥箱(上海跃进医疗器械有限公司),SP-30E 型全自动薄层色谱点样仪(上海科哲生化科技有限公司),ZF-1 型暗箱式三用紫外分析仪(上海析牛莱伯仪器有限公司),硅胶 G 薄层板(青岛海洋化工有限公司、青岛海浪硅胶干燥剂有限公司、烟台新诺化工有限公司、德国 Merck 公司)。

1.2 主要试剂

对照品齐墩果酸(批号 110709-201808,纯度 91.1%)、绿原酸(批号 110753-202018,纯度 96.1%)均购自中国食品药品检定研究院;对照品异绿原酸 A(批号 MUST-24102801,纯度 98.24%)、异绿原酸 B(批号 MUST-24102802,纯度 99.34%)、异绿原酸 C(批号 MUST-25032023,纯度 99.61%)均购自曼斯特(成都)生物科技有限公司;对照品楸木皂苷 A(批号 P23N10L103974,纯度 ≥98.0%)、屏边三七皂苷 R₂(批号 JB259956,纯度 ≥

98.0%)、假人参皂苷 RT₁(批号 J24GB155864,纯度 ≥98.0%)均购自上海源叶生物科技有限公司;对照品竹节参皂苷 IVa(批号 PS010729,纯度 >98.0%)、金盏花苷 E(批号 PS1839-0010,纯度 >98.0%)均购自成都普思生物科技股份有限公司。甲醇、乙腈为色谱纯,水为超纯水,其余试剂均为分析纯。

1.3 药材

23 批鹰不扑(虎刺楸木)药材分别收集于广西、广东、贵州、福建、四川、江西、湖南 7 个省份,经广西中医药大学附属国际壮医医院壮瑶药研究实验室陈少锋副主任药师鉴定均为五加科楸木属虎刺楸木 *A. armata* (Wall.) Seem. 的干燥根,其来源信息详见表 1。

表 1 23 批鹰不扑(虎刺楸木)药材来源信息

编号	采集时间	采集地点	编号	采集时间	采集地点
Y1	2023 年 5 月	广西南宁	Y13	2023 年 5 月	广东茂名
Y2	2023 年 5 月	广西钦州	Y14	2023 年 5 月	广东韶关
Y3	2023 年 5 月	广西钦州	Y15	2025 年 7 月	贵州六盘水
Y4	2023 年 5 月	广西钦州	Y16	2025 年 7 月	福建三明
Y5	2023 年 8 月	广西钦州	Y17	2025 年 7 月	贵州毕节
Y6	2023 年 8 月	广西桂林	Y18	2025 年 7 月	四川巴中
Y7	2023 年 8 月	广西南宁	Y19	2025 年 7 月	江西石城
Y8	2023 年 8 月	广西南宁	Y20	2025 年 7 月	湖南邵阳
Y9	2023 年 8 月	广西钦州	Y21	2025 年 7 月	贵州毕节
Y10	2024 年 10 月	广西桂林	Y22	2025 年 7 月	福建三明
Y11	2024 年 10 月	广西桂林	Y23	2025 年 7 月	福建漳州
Y12	2023 年 5 月	广东梅州			

2 方法与结果

2.1 性状鉴别

本品呈圆柱形,常分支,弯曲,长 30~50 cm,直径 0.5~2.0 cm,表面呈土黄色或灰黄色;栓皮易脱落,具纵皱纹、横向凸起皮孔和圆形凸起侧根痕;质地坚硬,易折断,折断面皮部呈暗灰色,木部呈灰黄色或灰白色,导管孔众多;气微,味微苦、辛。鹰不扑药材外观见图 1。



图 1 鹰不扑药材外观

2.2 显微鉴别

本品粉末呈灰白色。取适量粉末(过六号筛),经水合氯醛加热透化后,稀甘油装片,置显微镜下观察。结果(图 2)显示,本品中草酸钙簇晶、方晶众多,散在或包含于细胞中;淀粉粒多成群,类椭圆形;纤维多成束,呈长梭形,胞腔大,有的可见纹孔;螺纹导管较多见,也有具缘纹孔导管,直径 20~450 μm;薄壁细胞呈多边形,单个或成群存在于细胞中。

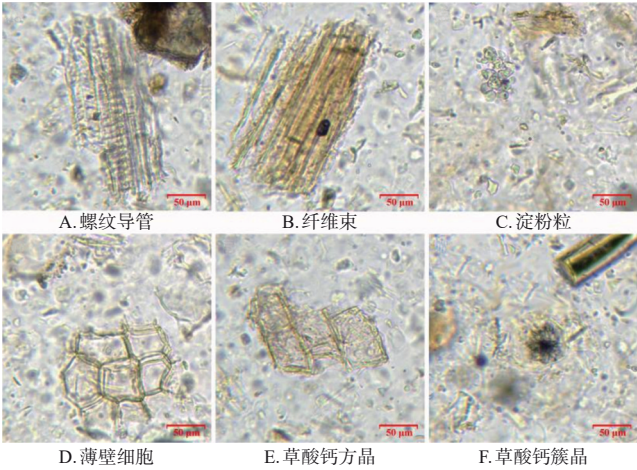
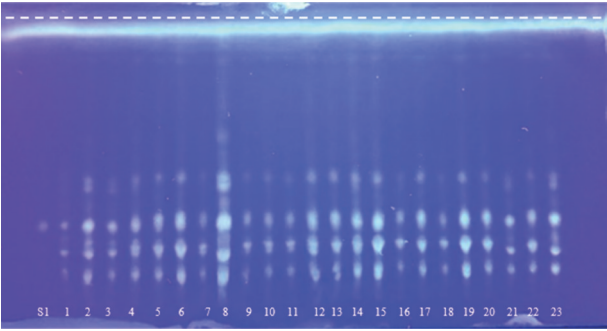


图2 鹰不扑粉末显微鉴别图

2.3 薄层鉴别

2.3.1 槲木皂苷 A

取鹰不扑药材粉末 2 g,加 70% 甲醇 25 mL,超声处理 30 min,滤过,取续滤液 20 mL,蒸干;残渣用 20 mL 水溶解,用水饱和正丁醇萃取 2 次,每次 20 mL,取正丁醇层,蒸干;残渣加甲醇 1 mL 使其溶解,作为供试品溶液。另取槲木皂苷 A 对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。按照 2020 年版《中国药典》(四部)“0502 薄层色谱法”^[7]进行实验。吸取上述 2 种溶液各 1~3 μL,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以二氯甲烷-甲醇-水(4:3:1, V/V/V)下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10% 硫酸乙醇溶液,在 105 °C 下加热至斑点清晰,置紫外光灯(波长 365 nm)下检视。结果(图 3)显示,供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显现出相同颜色的荧光斑点。



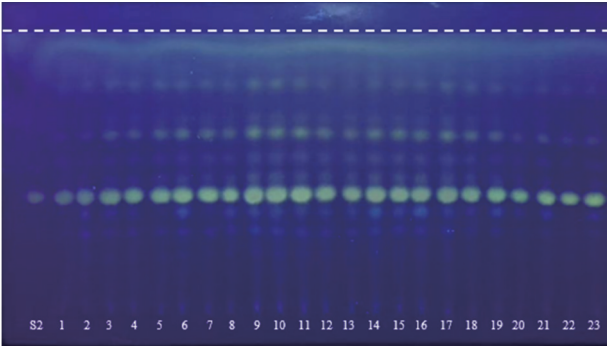
S1: 槲木皂苷A对照品;1~23:23批药材(编号Y1~Y23)。

图3 槲木皂苷 A 的薄层鉴别色谱图

2.3.2 齐墩果酸

取“2.7.2”项下齐墩果酸含量测定用供试品溶液,作为薄层鉴别的供试品溶液。另取齐墩果酸对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。按照 2020 年版《中国药典》(四部)“0502 薄层色谱法”^[7]进行实验。吸取上述 2 种溶液各 2~5 μL,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(20:3:0.2, V/V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10% 硫酸乙醇溶液,在

105 °C 下加热至斑点清晰,置紫外光灯(波长 365 nm)下检视。结果(图 4)显示,供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显现出相同颜色的荧光斑点。



S2: 齐墩果酸对照品;1~23:23批药材(编号Y1~Y23)。

图4 齐墩果酸的薄层鉴别色谱图

2.4 水分、总灰分、酸不溶性灰分含量测定

参照 2020 年版《中国药典》(四部)“0832 水分测定法”第二法——烘干法测定水分,参照 2020 年版《中国药典》(四部)“2302 灰分测定法”^[7]测定总灰分及酸不溶性灰分含量。平行测定 2 次,取平均值。结果(表 2)显示,23 批鹰不扑的水分、总灰分及酸不溶性灰分含量范围分别为 6.9%~10.4%、1.8%~6.8% 及 0.1%~1.9%。本研究采用中药质量研究中评估数据分布与拟定限度的常用统计方法,即计算平均值±30% 的范围,以反映多数批次数据的集中区间^[8]。在此基础上,为了确保限度能覆盖绝大多数合格样品,并参照同属相近药材[如《陕西省药材标准(2015 年版)》中“飞天蜈蚣七(槲木)”(槲木根皮)及《广西壮族自治区壮药质量标准(第二卷)》中“鸟不企”(黄毛槲木)]的现行标准规定,结合本实验数据,建议鹰不扑(虎刺槲木)药材水分含量不得过 11.0%、总灰分含量不得过 5.0%、酸不溶性灰分含量不得过 2.5%。

表2 水分、总灰分、酸不溶性灰分及醇溶性浸出物含量测定结果(n=2,%)

编号	水分	总灰分	酸不溶性灰分	醇溶性浸出物	编号	水分	总灰分	酸不溶性灰分	醇溶性浸出物
Y1	8.9	2.9	0.2	5.4	Y13	9.4	4.9	1.9	6.7
Y2	8.8	4.4	0.3	7.0	Y14	7.2	3.5	1.2	4.2
Y3	8.2	3.4	0.4	5.3	Y15	8.3	5.6	1.7	4.9
Y4	7.6	3.1	0.3	5.2	Y16	8.7	4.2	1.4	6.1
Y5	7.5	2.5	0.2	4.0	Y17	9.0	2.3	0.2	6.7
Y6	7.9	2.8	0.2	8.4	Y18	7.6	5.1	0.3	5.4
Y7	9.0	1.8	0.1	2.8	Y19	9.0	5.3	1.1	4.4
Y8	9.4	5.1	1.3	7.2	Y20	10.1	5.4	0.3	4.3
Y9	7.1	4.1	0.8	6.6	Y21	6.9	6.8	1.0	5.0
Y10	9.1	2.2	0.7	4.6	Y22	10.4	4.5	1.0	5.7
Y11	9.3	2.2	0.1	5.3	Y23	7.7	5.2	0.2	4.8
Y12	7.9	4.7	0.1	4.6					

2.5 醇溶性浸出物测定

精密称取药材粉末 2 g,加正丁醇 50 mL,按 2020 年版《中国药典》(四部)“2201 浸出物测定法”——热浸法^[7]对样品进行浸出物测定。结果(表 2)显示,各批次药材中醇溶性浸出物含量在 2.8%~8.4% 之间,平均值为

5.4%。本研究按“2.4”项下统计原则,将平均值下调30%(即3.8%)作为拟定最低限度的核心参考^[8],建议鹰不扑(虎刺楸木)药材中醇溶性浸出物含量不得低于4.0%。

2.6 指纹图谱研究

2.6.1 色谱条件

采用 ACQUITY UPLC HSS T3 C₁₈ 色谱柱(100 mm×2.1 mm, 1.8 μm),以乙腈(A)-0.1%甲酸(B)为流动相进行梯度洗脱(0~26 min, 5%A→31%A; 26~36 min, 31%A→35%A; 36~45 min, 35%A; 45~55 min, 35%A→80%A);流速为0.3 mL/min;柱温为30℃;检测波长在0~24 min时为320 nm,在24~60 min时为203 nm;进样量为3 μL。

2.6.2 混合对照品溶液的制备

分别取绿原酸、异绿原酸A、异绿原酸B、异绿原酸C、屏边三七皂苷R₂、假人参皂苷RT₁、楸木皂苷A、竹节参皂苷IVa、金盏花苷E对照品适量,精密称定,加甲醇制成质量浓度分别为0.08、0.30、0.03、0.20、1.00、0.45、1.00、1.00、0.10 mg/mL的混合对照品溶液。

2.6.3 供试品溶液的制备

取本品粉末(过四号筛)1 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入50%乙醇25 mL,密塞,称定质量,加热回流提取30 min,放冷;再次称定质量,用50%乙醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.6.4 方法学验证

根据2020年版《中国药典》(四部)“9101 分析方法指导原则”^[7]进行方法学验证。结果显示,以峰11(楸木皂苷A)为参照峰(S),在精密度试验中计算得各共有峰相对保留时间和相对峰面积的RSD分别不高于2.60%和2.85%(n=6),在重复性试验中计算得各共有峰相对保留时间和相对峰面积的RSD均低于0.88%和2.98%(n=6),在稳定性(室温24 h)试验中计算得各共有峰相对保留时间和相对峰面积的RSD均不高于2.28%和2.92%(n=6)。

2.6.5 指纹图谱的建立

取23批药材粉末,按“2.6.3”项下方法制备供试品溶液。取上述供试品溶液和“2.6.2”项下混合对照品溶液,分别按“2.6.1”项下色谱条件下进样测定,记录色谱图。将23批样品的色谱图导入《中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012版)》,以编号Y1样品的图谱作为参照图谱,设置时间窗宽度为0.5 min,经多点校正后,以MARK峰进行色谱峰匹配,生成UPLC指纹图谱;选择中位数法,生成对照图谱R。结果显示,在23批样品图谱中共获得15个共有峰,经与混合对照品图谱比对,共指认了其中9个共有峰,分别为绿原酸(1号峰)、异绿原酸B(3号峰)、异绿原酸A(4号峰)、异绿原酸C(5号峰)、屏边三七皂苷R₂(8号峰)、假人参皂苷RT₁(10号峰)、楸木皂苷A(11号峰)、竹节参皂苷IVa(12号峰)、金盏花苷E(15号峰)。结果见图5、图6。

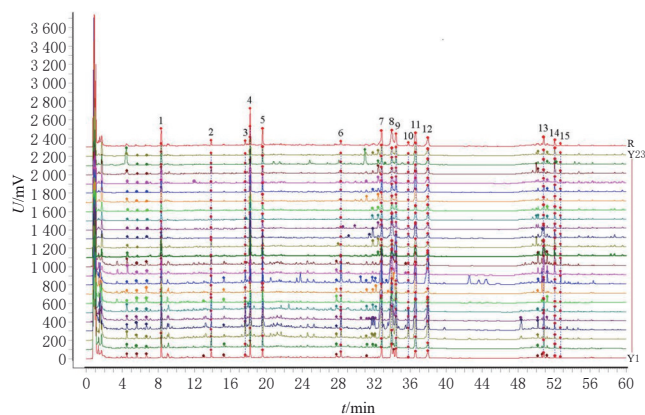
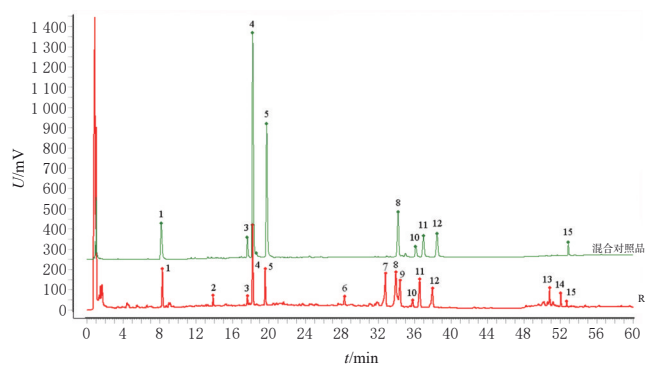


图5 鹰不扑药材的UPLC指纹图谱及对照图谱R



1:绿原酸;3:异绿原酸B;4:异绿原酸A;5:异绿原酸C;8:屏边三七皂苷R₂;10:假人参皂苷RT₁;11:楸木皂苷A;12:竹节参皂苷IVa;15:金盏花苷E。

图6 混合对照品和对照图谱R的叠加图

2.6.6 相似度评价

以对照图谱R为标准,通过《中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012版)》计算得23批鹰不扑药材图谱的相似度为0.841~0.983,说明23批鹰不扑药材中绝大多数批次样品的相似度处于较高水平。具体而言,除Y7、Y8、Y9、Y12的相似度相对较低,分别为0.841、0.871、0.886和0.870外,其余样品的相似度均大于0.9。总体来看,大部分批次药材的化学特征较为一致,质量稳定性较好,仅少数批次可能存在一定变异。

2.7 含量测定

2.7.1 对照品溶液的制备

(1)齐墩果酸对照品溶液:精密称取齐墩果酸对照品适量,置25 mL容量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,得齐墩果酸质量浓度为0.873 5 mg/mL的对照品储备液。精密量取对照品储备液3 mL,置10 mL容量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得齐墩果酸质量浓度为0.262 0 mg/mL的对照品溶液。

(2)楸木皂苷A对照品溶液:精密称取楸木皂苷A对照品适量,置20 mL容量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,得楸木皂苷A质量浓度为1.773 8 mg/mL的对照品储备液。精密量取对照品储备液3 mL,置10 mL容量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得楸木皂苷A质量浓度为0.532 1 mg/mL的对照品溶液。

2.7.2 供试品溶液制备

(1)齐墩果酸含量测定用供试品溶液:取本品粉末(过四号筛)0.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇-盐酸(80:20, V/V)的混合溶液 20 mL, 密塞, 称定质量;加热回流 2 h, 放冷, 再次称定质量, 用甲醇-盐酸(80:20, V/V)的混合溶液补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

(2)槲木皂苷 A 含量测定用供试品溶液:取本品粉末(过四号筛)1.0 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 70% 乙醇 20 mL, 密塞, 称定质量;超声处理(功率 500 W, 频率 50 kHz)30 min, 放冷, 再次称定质量, 用 70% 乙醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.7.3 色谱条件和系统适用性考察

(1)齐墩果酸检测:色谱柱为 Hypersil ODS2 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相为乙腈-0.1% 磷酸溶液(20:80, V/V);流速为 1.0 mL/min;检测波长为 208 nm;柱温为 30 ℃;进样量为 10 μL。(2)槲木皂苷 A 检测:色谱柱为 ACQUITY UPLC HSS T3 C₁₈ 柱(100 mm×2.1 mm, 1.8 μm);流动相为乙腈-0.1% 磷酸溶液(33:67, V/V);流速为 0.3 mL/min;检测波长为 205 nm;柱温为 30 ℃;进样量为 3 μL。取“2.7.1”项下对照品溶液、“2.7.2”项下供试品溶液(编号 Y3)及 2 种空白溶剂[甲醇-盐酸(80:20, V/V)、70% 乙醇], 分别按上述条件进样测定。结果显示, 在相应色谱条件下, 供试品溶液中齐墩果酸、槲木皂苷 A 与其他杂质均达到基线分离, 分离度均大于 1.5, 理论板数按齐墩果酸、槲木皂苷 A 计均不低于 3 000, 且空白溶剂不干扰测定。结果见图 7。

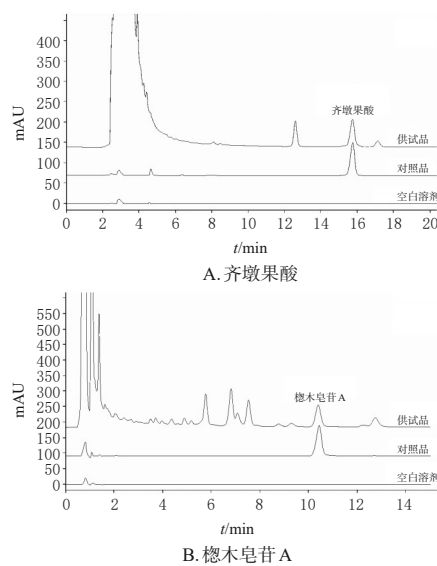


图7 齐墩果酸和槲木皂苷 A 的系统适用性考察色谱图

2.7.4 线性关系考察

分别配制系列不同质量浓度的齐墩果酸(质量浓度范围为 43.7~873.5 μg/mL)和槲木皂苷 A(质量浓度范围为 26.6~1 773.8 μg/mL)对照品溶液, 按“2.7.3”项下相应色谱条件进样测定, 并以峰面积为纵坐标(Y)、进样质量浓度为横坐标(X)建立标准曲线。得到齐墩果酸的

回归方程为 $Y=6.234\ 1X+12.576(R^2=0.999\ 9)$, 槲木皂苷 A 的回归方程为 $Y=3.462X-31.302(R^2=0.999\ 0)$, 表明两者在所测质量浓度范围内线性关系均良好。

2.7.5 精密度的试验

取“2.7.1”项下对照品溶液, 分别按“2.7.3”项下相应色谱条件连续进样 6 次, 记录峰面积。结果显示, 齐墩果酸、槲木皂苷 A 峰面积的 RSD 分别为 0.31%、0.47%(n=6), 表明仪器精密度良好。

2.7.6 稳定性试验

取“2.7.2”项下供试品溶液(编号 Y3), 在室温下放置 0、4、8、12、18、24 h 时, 分别按“2.7.3”项下相应色谱条件进样测定, 记录峰面积。结果显示, 齐墩果酸、槲木皂苷 A 峰面积的 RSD 分别为 1.71%、0.86%(n=6), 表明 2 种成分的供试品溶液在 24 h 内稳定性均良好。

2.7.7 重复性试验

取药材样品(编号 Y3), 分别按“2.7.2”项下方法平行制备 6 份供试品溶液, 按“2.7.3”项下相应色谱条件进样测定, 记录峰面积并采用外标一点法计算成分含量。结果显示, 齐墩果酸、槲木皂苷 A 含量的 RSD 分别为 1.85%、0.73%(n=6), 表明该方法重复性良好。

2.7.8 加样回收率试验

取已知成分含量的样品(编号 Y3), 平行取 6 份, 分别按照与样品中已知成分含量 50% 的量加入齐墩果酸 3.403 5 mg、槲木皂苷 A 对照品 3.547 6 mg, 按“2.7.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.7.3”项下相应色谱条件进样测定, 记录峰面积并计算加样回收率。结果显示, 齐墩果酸、槲木皂苷 A 的平均加样回收率分别为 98.3%、96.2%, RSD 分别为 1.05%、1.18%(n=6), 表明该方法的准确度良好。

2.7.9 药材中 2 种成分的含量测定

将 23 批样品分别按“2.7.2”项下方法制备供试品溶液后, 按“2.7.3”项下相应色谱条件进样测定, 并根据外标一点法计算成分含量。平行测定 2 次, 取平均值。结果显示, 齐墩果酸的含量范围为 0.86%~2.69%, 平均含量为 1.53%;槲木皂苷 A 含量范围为 0.16%~1.10%, 平均含量为 0.67%。按照“2.4”项下统计原则, 本研究建议按干燥品计, 鹰不扑药材中齐墩果酸的含量不得少于 1.00%, 槲木皂苷 A 的含量不得少于 0.45%。结果见表 3。

表3 齐墩果酸和槲木皂苷 A 的含量测定结果(n=2, %)

编号	齐墩果酸	槲木皂苷 A	编号	齐墩果酸	槲木皂苷 A
Y1	1.58	0.36	Y13	2.51	1.10
Y2	1.83	0.42	Y14	1.32	0.89
Y3	1.59	0.73	Y15	1.21	0.66
Y4	2.52	0.97	Y16	1.47	0.54
Y5	1.35	0.77	Y17	2.69	0.93
Y6	0.86	0.67	Y18	1.49	0.39
Y7	1.62	0.16	Y19	1.19	0.44
Y8	1.38	0.68	Y20	1.19	0.32
Y9	1.81	0.53	Y21	1.31	0.70
Y10	0.97	0.42	Y22	1.65	0.95
Y11	1.08	0.76	Y23	1.47	0.99
Y12	1.20	0.95			

3 讨论

3.1 定性与定量指标选择

鹰不扑属于五加科槲木属植物,该属植物化学成分丰富,含皂苷类、酚酸类、黄酮类和挥发油类等多种化合物^[9-12]。其主要活性成分为皂苷类化合物(苷元均为齐墩果酸),且其特征性成分槲木皂苷A具有抗炎、抗氧化和神经保护作用^[13-14]。因此,本研究将齐墩果酸和槲木皂苷A作为薄层色谱鉴别和含量测定指标开展系统的质量评价研究,在指纹图谱中对酚酸类和皂苷类成分进行指认。

3.2 薄层鉴别条件考察

本研究对鹰不扑中槲木皂苷A和齐墩果酸进行了薄层色谱鉴别方法学考察。对于槲木皂苷A的鉴别方法,本研究考察了提取方式(回流和超声)、展开剂[三氯甲烷-甲醇-水(5:3:1, V/V/V)、二氯甲烷-甲醇-水(4:3:1, V/V/V)、二氯甲烷-甲醇-水-甲酸(6:6:2:0.1, V/V/V/V)]、专属性、点样量(1~4 μL)、饱和时间(0、5、10 min)等关键参数。对于齐墩果酸的鉴别方法,本研究考察了展开剂[甲苯-乙酸乙酯-甲酸(20:3:0.2, V/V/V)、环己烷-乙酸乙酯-冰醋酸(20:6:1, V/V/V)、三氯甲烷-丙酮(12:1, V/V)]、专属性、点样量(1~5 μL)、饱和时间(0、5、10 min)等关键参数,且针对上述指标均进行了耐用性——不同品牌薄层板(海洋、新诺、默克、海浪)、温度(4、20、30 $^{\circ}\text{C}$)、湿度(42%、75%、92%)的考察。结果显示,在本研究所选方法下样品展开斑点显色清晰、分离效果好、斑点清晰、比移值适中。

3.3 指纹图谱与含量测定条件考察

中药指纹是一种整体化学成分的表征方法,是中药质量控制的重要工具之一。本研究在指纹图谱研究中采用UPLC技术,通过比较不同流动相系统和检测波长,最终确定以乙腈-0.1%甲酸为流动相,并在320 nm(酚酸类)和203 nm(皂苷类)双波长下检测,以全面反映鹰不扑中有机酸和皂苷类成分的整体分布。提取溶剂考察结果表明,以50%乙醇为溶剂进行提取时效果最佳,色谱峰丰富、响应适中。

在齐墩果酸含量测定方面,本研究通过优化水解条件,确定以甲醇-盐酸(80:20, V/V)为溶剂回流提取2 h作为供试品溶液的制备方法。槲木皂苷A是槲木属植物特征性成分之一,因此本研究增订其含量测定项,并确定以70%乙醇为溶剂超声提取作为其供试品溶液制备方法。最终建议鹰不扑药材按干燥品计,含齐墩果酸不得少于1.00%,含槲木皂苷A不得少于0.45%。后续可进一步扩大样本来源以验证和优化测定方法和限度值。

4 结语

本研究新增了水分、总灰分、酸不溶性灰分、醇溶性浸出物、指纹图谱及齐墩果酸和槲木皂苷A的薄层鉴别

和含量测定,建立了一套涵盖定性、定量及整体表征3个层面的鹰不扑(虎刺槲木)药材质量控制方法,具有较强的专属性、适用性,初步拟定了该药材中水分含量不得过11.0%、总灰分含量不得过5.0%、酸不溶性灰分含量不得过2.5%、醇溶性浸出物含量不得低于4.0%以及齐墩果酸、槲木皂苷A的含量分别不得少于1.00%、0.45%(按干燥品计)的质量标准。

参考文献

- [1] 广西壮族自治区卫生厅. 广西中药材标准[M]. 南宁:广西科学技术出版社,1990:95-96.
- [2] 广西壮族自治区食品药品监督管理局. 广西壮族自治区壮药质量标准:第二卷:2011年版[M]. 南宁:广西科学技术出版社,2011:111-112.
- [3] 黄瑞松. 壮药选编:下册[M]. 南宁:广西科学技术出版社,2019:267.
- [4] 蒙毅,钟一雄,范卫锋,等. 高效液相色谱法测定鹰不扑中齐墩果酸的含量[J]. 中国中医药信息杂志,2007,14(9):49-50.
- [5] 周雁,黄国东,谢璋庆,等. 壮药鹰不扑水煎剂对I、II期急性肾损伤疗效的序贯试验观察[J]. 海南医学院学报,2024,30(4):279-286.
- [6] ZHAO X P, HUANG J C, MO Z Y, et al. *Aralia armata* (Wall.) Seem improves intimal hyperplasia after vascular injury by downregulating the Wnt3 α /dvl-1/ β -catenin pathway[J]. Bio Med Res Int, 2021, 2021:6682525.
- [7] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典:四部[M]. 2020年版. 北京:中国医药科技出版社,2020:59-60,114-115,232,234,480-483.
- [8] 许宗仁,刘洋,刘帅,等. 白刺花籽的质量标准研究[J]. 中药材,2024,47(5):1203-1207.
- [9] MIAO H, SUN Y Y, YUAN Y F, et al. Herbicidal and cytotoxic constituents from *Aralia armata* (Wall.) Seem[J]. Chem Biodivers, 2016, 13(4):437-444.
- [10] 方乍浦,雷江凌,曾宪仪. 虎刺槲木根皮化学成分研究[J]. 植物学报,1995(1):74-80.
- [11] 王娟,袁圆,尹芃程,等. 白背叶槲木芽苞化学成分及其体外抗炎活性研究[J]. 中成药,2025,47(1):101-107.
- [12] 牟俊宇,李兰芳,马秋晓,等. 龙牙槲木化学成分与药理作用研究进展[J]. 中国药理学杂志,2023,58(10):856-864.
- [13] TIAN Y, ZHANG X, DU M, et al. Synergistic antioxidant effects of araloside A and L-ascorbic acid on H₂O₂-induced HEK293 cells: regulation of cellular antioxidant status[J]. Oxid Med Cell Longev, 2021, 6(9):9996040.
- [14] CHEN X, ZHOU X Y, LAN C, et al. Araloside A induces Raf/MEK/ERK-dependent autophagy to mitigate Alzheimer's and Parkinson's pathology in cellular and *C. elegans* models[J/OL]. Mol Neurobiol, 2025(31)[2025-08-15]. <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/40742404/>. DOI: 10.1007/s12035-025-05242-4.

(收稿日期:2025-06-03 修回日期:2025-09-26)

(编辑:林 静)