

瑶药过节风的质量标准初步研究^Δ

谢凤凤*,唐玉荣,黎理,蔡毅[#](广西中医药大学药学院,南宁 530001)

中图分类号 R917 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2016)33-4704-03
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2016.33.32

摘要 目的:初步建立瑶药过节风的质量标准。方法:观察原植物形态、性状和显微鉴别特征;采用薄层色谱法(TLC)对药材进行定性鉴别;测定药材水分、总灰分、酸不溶性灰分、浸出物量。结果:过节风的植物形态、性状、显微鉴别特征显著;药材的TLC斑点清晰,分离良好,阴性对照无干扰;药材水分为6.45%~12.71%,总灰分为2.74%~5.86%,酸不溶性灰分为0.09%~0.68%,浸出物为52.32%~72.98%。结论:该研究所建标准可用于瑶药过节风的质量初步控制。
关键词 过节风;质量标准;薄层色谱法;显微鉴别

Preliminary Study on the Quality Standard of Yao Medicine *Tupistra chinensis*
XIE Fengfeng, TANG Yurong, LI Li, CAI Yi (College of Pharmacy, Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning 530001, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To preliminarily establish the quality standard of Yao medicine *Tupistra chinensis*. METHODS: The original plant morphology, properties and characteristics microscopic identification were observed; TLC was adopted for the qualitative identification; contents of moisture, total ash, acid-insoluble ash and extract were determined. RESULTS: *T. chinensis* morphology, properties and characteristics microscopic identification were remarkable; TLC spots were clear and well separated, negative control with interference; the moisture was 6.45% -12.71% , total ash was 2.74% -5.86% , acid-insoluble ash was 0.09% -0.68% and extract was 52.32%-72.98%. CONCLUSIONS: The standard can be used for the preliminary quality control of *T. chinensis*.
KEYWORDS *Tupistra chinensis*; Quality standard; TLC; Microscopic identification

表5 24批石柑子药材相似度评价结果
Tab 5 Similarity of fingerprint common peaks of the 24 batches of *P. chinensi*

编号	相似度	编号	相似度
S1	0.858	S13	0.911
S2	0.952	S14	0.975
S3	0.916	S15	0.898
S4	0.954	S16	0.952
S5	0.971	S17	0.869
S6	0.819	S18	0.948
S7	0.808	S19	0.856
S8	0.941	S20	0.915
S9	0.926	S21	0.892
S10	0.868	S22	0.779
S11	0.793	S23	0.875
S12	0.752	S24	0.907

样品而言,两种计算结果有一定的区别。因为所采药材均为天然产物,受海拔、气候、生长条件等自然因素影响,各批次间差异较大。对于个别差异过大的样品应该降低其在对照图谱生成过程中所占的比例,故认为采用中位数的算法比较合理。

通过中药色谱指纹图谱相似度评价软件生成24批石柑子

Δ 基金项目:广西自然科学基金资助项目(No.2011GXNS-FF018006);广西“2011协同创新中心”项目(No.桂教科研[2013]20号);瑶族习用药材质量评价与标准研究项目(No.MZY2012034)

* 硕士研究生。研究方向:中药及民族药品种质量。E-mail: 15177143553@163.com

通信作者:教授。研究方向:中药及民族药品种鉴别及资源开发利用。E-mail: Caiyi118@163.com

药材HPLC指纹图谱的共有模式,可作为其特征图谱。16个共有峰在24批石柑子药材HPLC指纹图谱中均稳定存在,但各个特征峰的相对含量分布在各批次的石柑子药材之间存在差异。

综上所述,本研究所建指纹图谱专属性强、结果稳定,可为石柑子药材的质量控制提供依据。

参考文献

[1] 马丽莎,黄诺嘉.石蒲藤的生药学研究[J].今日药学,2008,18(3):36.
[2] 庞声航,余胜民,黄琳芸,等.广西20种传统瑶药抗肿瘤筛选研究[J].广西中医药,2006,29(4):53.
[3] 曾立,杨林,效思,等.瑶药葫芦钻化学成分的初步研究[J].江苏农业科学,2012,40(3):287.
[4] 覃振林,韦海英,廖东燕.柚子枫挥发油化学成分研究[J].时珍国医国药,2012,23(5):1 099.
[5] 尹文清,张岩,宋鑫明,等.石柑子总有机酸的提取工艺与含量测定[J].中药材,2009,32(1):124.
[6] 纪明昌,肖世基,蒋舜媛,等.石柑子的化学成分研究[J].中草药,2015,46(1):28.
[7] 孙庆文,王悦云,徐文芬,等.道地药材黔党参的HPLC指纹图谱研究[J].中国药房,2013,24(7):628.
[8] 孙冬梅,谭志灿,毕晓黎,等.RP-HPLC法同时测定布渣叶中牡荆苷和异牡荆苷的含量[J].中国药房,2013,24(7):630.

(收稿日期:2015-12-28 修回日期:2016-02-25)
(编辑:张静)

过节风为常用瑶药之一,来源为百合科植物开口箭 *Tu-pistra chinensis* Baker.的根茎^[1]。瑶医认为其味甘、微苦,性凉,临床主要用于治疗咽喉炎、风湿骨痛、关节炎、跌打损伤、痢疮肿毒、毒蛇或狂犬咬伤^[2]。现代研究表明,过节风含甾体皂苷、生物碱、强心苷和挥发油、脂肪酸、多糖等成分^[3-4]。笔者通过对过节风的原植物鉴别、性状鉴别、显微鉴别、理化鉴别四大经典方法对其进行鉴别研究,同时测定药材水分、总灰分、酸不溶性灰分、浸出物量,总结过节风的鉴别特征,拟定检查限量,为制定过节风的基本质量标准提供依据。

1 材料

1.1 仪器

RM2145 型半自动轮转切片机、DM2500 型光学生物显微镜、DM500 型图像分析系统(德国 Leica 公司);BT224S 型电子分析天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司);LSY 型电热恒温水浴锅(北京市医疗设备厂);B2200S-T 型超声仪(上海必能信超声有限公司,功率:250 W,频率:40 kHz)。

1.2 试剂

薄层层析用硅胶 G(化学纯,青岛海洋化工有限公司,批号:0110520);FAA 固定液(95%乙醇-冰醋酸-甲醛,8:1:1, V/V/V)、1%番红水溶液、1%固绿乙醇溶液、水合氯醛、稀甘油均为分析纯,水为蒸馏水。

1.3 药材

过节风药材采于广西壮族自治区各地(见表1),经广西中医药大学药学院蔡毅教授鉴定为真品,以 GJF-1 为对照药材。药材经晒干后打粉,统一过 2 号筛,显微鉴定的粉末过 4 号筛,备用。

表1 过节风药材来源
Tab 1 Origin of *T. chinensis*

编号	采集时间	产地/采集地点	药用部位	样品状态
GJF-1	2013.06.23	桂林市恭城县西岭镇东面村(野生)	根茎	药材
GJF-2	2013.02.05	桂林市恭城县西岭镇(野生)	根茎	药材
GJF-3	2013.06.22	桂林市恭城县嘉会镇西南村(野生)	根茎	药材
GJF-4	2012.07.04	桂林市恭城县(野生)	根茎	药材
GJF-5	2013.06.12	桂林市恭城县嘉会镇西南村(野生)	根茎	药材
GJF-6	2013.04.16	百色市那坡县(野生)	根茎	药材
GJF-7	2013.06.12	百色市靖西县(野生1)	根茎	药材
GJF-8	2013.06.12	百色市靖西县(野生2)	根茎	药材

2 方法与结果

2.1 原植物鉴别

采用原植物鉴别法,观察多产地原植物形态,汇总其形态特征如下:根状茎长圆柱形,直径1~1.5 cm,多节。叶基生,近革质,条状披针形,长15~65 cm,宽1.5~9.5 cm,先端渐尖,基部渐狭。穗状花序直立,少有弯曲,密生多花;花短钟状;裂片卵形,肉质,黄色或黄绿色;花丝大部分贴生于花被片上,上部分离,花药卵形;子房近球形,花柱不明显,柱头顶端3裂。浆果球形,熟时紫红色,详见图1。

2.2 性状鉴别

样品根茎呈扁圆柱形,略扭曲,长10~15 cm,直径约1 cm。外表面黄棕色至黄褐色,有皱纹;节明显,略膨大,节处有膜质鳞片状叶及圆点状凹下的须根痕,节间短。质地硬,不易折断;断面黄白色,细颗粒状。气微,味苦涩,详见图2。

2.3 显微鉴别

2.3.1 根茎横切面 呈类圆形。表皮细胞类方形,外壁厚,棕色。外皮层细胞2~3列,排列整齐,红棕色;皮层较宽,由数十列薄壁细胞构成,可见叶迹维管束;内皮层明显。中柱有周

木型或者外韧型维管束散在,40~70个,以近内皮层处为多。薄壁组织常有草酸钙针晶束,详见图3、图4。



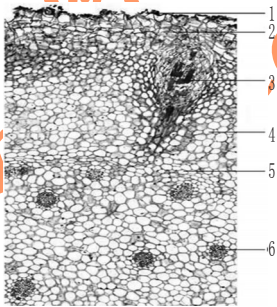
图1 过节风原植物图

Fig 1 Original plant of *T. chinensis*



图2 过节风药材图

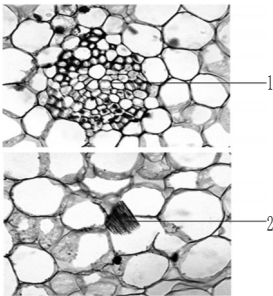
Fig 2 *T. chinensis*



1.表皮;2.外皮层;3.叶迹维管束;4.皮层;5.内皮层;6.维管束

图3 过节风根茎横切面显微图(20×)

Fig 3 Rhizome cross-section micrograph of *T. chinensis* (20×)



1.维管束;2.草酸钙针晶束

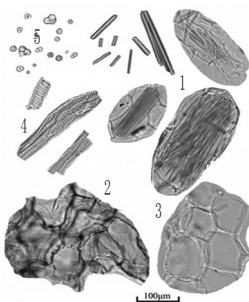
图4 过节风根茎横切面显微放大图(40×)

Fig 4 Rhizome cross-section micrograph of *T. chinensis* (40×)

2.3.2 粉末特征 类白色或黄白色。草酸钙针晶、柱晶,成束或单个散在,长约150 μm。表皮细胞黄棕色,垂周壁厚,弯曲。薄壁细胞类圆形,直径约100 μm,可见连珠状增厚。导管多为螺旋导管、梯纹导管,管径5~20 μm。淀粉粒较小,类圆形,脐点为点状、线状、人字形,以单粒为主,复粒多以2~3个分粒组成,直径2.5~14 μm,详见图5。

2.4 薄层色谱(TLC)鉴别

取样品粉末1 g,加乙酸乙酯20 ml,超声处理30 min,滤过,滤液蒸干,加乙酸乙酯2 ml使溶解,作为供试品溶液。另



1.草酸钙针晶;2.表皮细胞;3.薄壁细胞;4.导管;5.淀粉粒

图5 过节风粉末显微图(40×)

Fig 5 Micrograph of the powder of *T. chinensis*(40×)

取过节风对照药材粉末1 g,按供试品溶液制备方法制成对照药材溶液。按TLC法[2015年版《中国药典》(四部)]^[5]试验,吸取上述两种溶液各10 μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以氯仿-甲醇-水-甲酸(15:3:0.5:0.25, V/V/V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以香草醛浓硫酸试液,于105℃加热至斑点显色清晰,置日光下检视。结果,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应位置上显相同颜色的斑点,详见图6。

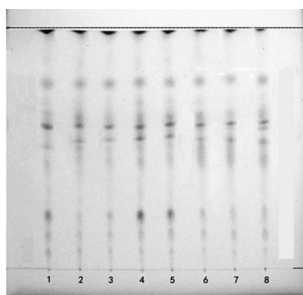


图6 过节风的薄层色谱图

1.对照药材;2~8.供试品

Fig 6 TLC chromatograms of *T. chinensis*

1.control medicinal herb;2-8. test samples

2.5 水分检测

按2015年版《中国药典》(四部)水分测定法^[5]项下方法检测样品水分。结果,8批样品水分在6.45%~12.71%范围内(见表2),故拟定过节风药材水分含量不得过15.0%。

表2 过节风各项目测定结果(n=3)

Tab 2 Determination results of each items of *T. chinensis* (n=3)

编号	水分,%	总灰分,%	酸不溶性灰分,%	浸出物,%
GJF-1	8.89	2.74	0.16	65.63
GJF-2	11.90	2.84	0.31	70.48
GJF-3	9.91	3.39	0.25	69.77
GJF-4	8.86	5.86	0.56	52.32
GJF-5	9.59	3.23	0.68	72.98
GJF-6	6.45	4.45	0.13	62.28
GJF-7	12.71	4.16	0.10	57.42
GJF-8	12.30	5.38	0.09	58.92

2.6 总灰分检测

按2015年版《中国药典》(四部)灰分测定法^[5]项下方法检测样品总灰分。结果,8批样品总灰分在2.74%~5.86%范围内(见表2),故拟定过节风药材总灰分含量不得过7.0%。

2.7 酸不溶性灰分检测

按2015年版《中国药典》(四部)灰分测定法^[5]项下方法检测样品酸不溶性灰分。结果,8批样品酸不溶性灰分在0.09%~0.68%范围内(见表2),故拟定过节风药材酸不溶性灰分含量不得过0.8%。

2.8 浸出物检测

按2015年版《中国药典》(四部)热浸法^[5]项下方法检测样品浸出物量。结果,8批样品浸出物量在52.32%~72.98%范围内(见表2),故拟定过节风药材浸出物量不得少于48.0%。

3 讨论

过节风的鉴别特征为:(1)原植物形态:根状茎长圆柱形;叶基生,近革质,条状披针形;穗状花序直立。(2)药材根茎呈扁圆柱形;外表面黄棕色至黄褐色,有皱纹;节明显,略膨大;切面黄白色。(3)根茎横切面皮层较宽,可见叶迹维管束;内皮层明显;中柱有周木型或者外韧型维管束,薄壁组织常有草酸钙针晶束。粉末特征中有草酸钙针晶、柱晶。(4)粉末用乙酸乙酯提取,取10 μl进行点样,以氯仿-甲醇-水-甲酸(15:3:0.5:0.25, V/V/V/V)下层液为展开剂,展开,展距为8 cm,晾干,喷以香草醛浓硫酸试液。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,可见较为圆整的5个斑点。(5)水分含量初步拟定不得过15.0%,总灰分含量不得过7.0%,酸不溶性灰分含量不得过0.8%,浸出物含量不得少于48.0%。

通过对多产地的样品进行观察,原植物鉴别、性状鉴别、显微鉴别、TLC鉴别特征均明显、稳定,可作为过节风的鉴别依据;对水分、总灰分、酸不溶性灰分、浸出物的测定并初步确定各常规检查限量,为过节风药材质量标准的进一步提高和完善提供试验基础。

综上所述,本研究所建标准可用于瑶药过节风的质量初步控制。

参考文献

- [1] 广西壮族自治区食品药品监督管理局编.瑶族习用药材质量评价与标准研究[M].南宁:广西科学技术出版社,2014:127.
- [2] 覃迅云,罗金裕,高志刚.中国瑶药学[M].北京:民族出版社,2002:145.
- [3] 廖安妮.神农架开口箭皂苷提取物对动脉粥样硬化的影响[D].武汉:华中科技大学,2009.
- [4] 王慧娜,赵桦.开口箭脂肪酸成分气相色谱-质谱分析[J].中国实验方剂学杂志,2011,17(8):85.
- [5] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:四部[S].2015年版.北京:中国医药科技出版社,2015:57、103、204、418.

(收稿日期:2015-12-03 修回日期:2016-03-15)

(编辑:张 静)

《中国药房》杂志——《化学文摘》(CA)收录期刊,欢迎投稿、订阅