

· 资源与鉴定 ·

藏族药高原唐松草的质量标准

翟红伟^{1,2}, 潘晓鹃^{2*}, 舒光明², 周先建², 杨新新^{2,3}, 张美²

(1. 西南医科大学药学院, 四川泸州 646000; 2. 四川省中医药科学院, 成都 610041;
3. 广东药科大学中药学院, 广州 510006)

[摘要] 目的:对藏族药马尾连及高原唐松草的基原、资源分布进行本草及文献资料的考证,并建立高原唐松草药材的质量标准。方法:采用显微方法对高原唐松草药材粉末进行鉴别;以盐酸小檗碱为对照品,采用 TLC 进行定性鉴别;参照《中国药典》2015 年版四部通则相关方法对 10 批高原唐松草药材的水分、总灰分、酸不溶性灰分、醇溶性浸出物进行测定;采用 HPLC 测定盐酸小檗碱的含量。结果:高原唐松草药材粉末的显微鉴别特征性强;TLC 斑点清晰,分离度好;10 批药材的水分 9.8% ~ 11.7%;总灰分 2.9% ~ 5.2%;酸不溶性灰分 0.6% ~ 2.2%;醇溶性浸出物 25.4% ~ 33.7%。盐酸小檗碱在 1.572 ~ 47.16 mg·L⁻¹ 呈良好的线性关系,平均回收率 98.26%, RSD 2.2%, 10 批高原唐松草含盐酸小檗碱的质量分数 0.01% ~ 0.61%。结论:建立的方法操作简便、准确可靠、专属性及重复性均较好,可用于高原唐松草药材的质量控制。

[关键词] 藏族药; 马尾连; 高原唐松草; 质量标准; 薄层鉴别; 盐酸小檗碱

[中图分类号] R284.1; R282.5; R281.6; R282.71 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2016)13-0034-06

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2016130034

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20160512.1557.008.html>

[网络出版时间] 2016-05-12 15:57

Quality Standard of *Thalictrum cultratum*

ZHAI Hong-wei^{1,2}, PAN Xiao-juan^{2*}, SHU Guang-ming², ZHOU Xian-jian²,
YANG Xin-xin^{2,3}, ZHANG Mei²

(1. School of Pharmacy, Southwest Medical University, Luzhou 646000, China;

2. Sichuan Academy of Chinese Medicine Sciences, Chengdu 610041, China;

3. School of Traditional Chinese Medicine, Guangdong Pharmaceutical University, Guangzhou 510006, China)

[Abstract] **Objective:** To study on the original, resource distribution of Rhizoma et Radix Thalictri and *Thalictrum cultratum* by herballological study and textual research, and to establish quality standard of *T. cultratum*. **Method:** Microscopical characteristics of *T. cultratum* powder were investigated. Taking berberine hydrochloride as the marker component, qualitative identification of sample was identified by TLC. According to methods in the 2015 edition of *Chinese Pharmacopoeia*, the content of moisture, total ash, acid insoluble ash and alcohol soluble extractive from 10 batches of *T. cultratum* were determined. The content of berberine hydrochloride was determined by HPLC. **Result:** *T. cultratum* had good microscopic characteristics. TLC showed the spots developed clearly with good resolution. The content of moisture, total ash, acid insoluble ash and alcohol soluble extractive from samples were 9.8% -11.7%, 2.9% -5.2%, 0.6% -2.2% and 25.4% -33.7%, respectively. The concentration of berberine hydrochloride showed a good linear relationship in the range of 1.572- 47.16 mg · L⁻¹, and the average recovery was 98.26% with RSD of 2.2%, the content of berberine hydrochloride in samples was 0.01% -

[收稿日期] 20160115(017)

[基金项目] 四川省食品药品医疗器械市场整治及综合监管专项(B-2013-3-1-27)

[第一作者] 翟红伟,在读硕士,从事中药新剂型与新制剂研究, Tel:18215662528, E-mail:929562964@qq.com

[通讯作者] *潘晓鹃,研究员,从事中药质量标准及中药制剂研究, Tel:028-85256112, E-mail:panxiaojuan1@163.com

0.61%。 **Conclusion:** These established methods are accurate with strong specificity and good reproducibility, which can be used for quality control of *T. cultratum*.

[**Key words**] Tibetan medicine; *Thalictrum foliolosum*; *Thalictrum cultratum*; quality standard; TLC; berberine hydrochloride

藏族药马尾连为毛茛科植物金丝马尾连、高原唐松草、多叶唐松草或唐松草的根及根茎^[1]。也有文献资料记载昭通唐松草、贝加尔唐松草、长柱贝加尔唐松草、粘唐松草等作马尾连用^[2-7]。马尾连又名叉岗^[7]、马尾黄连^[2-7]、金丝黄连^[8]，为多基原品种。《四川省药材标准》2010 年版^[9]收载有马尾连，其基原植物为金丝马尾连和星毛唐松草，但标准中无含量测定项，不能对有效成分或指标成分进行含量控制。2015 年版《中国药典》未收载马尾连，但成方制剂烫伤油组方中有马尾连入药，马尾连基原包括金丝马尾连、高原唐松草、多叶唐松草和唐松草^[1]。由于马尾连缺乏可控的质量标准且基原复杂，因此，品种单列并建立标准具有必要性。高原唐松草是马尾连的基原植物之一，建立高原唐松草质量标准可为控制药材及其组方的成药质量提供保障。

文献资料报道高原唐松草主要含小檗碱、唐松明碱、高原唐松草碱、高原唐松草明碱、药根碱、唐松草亭碱、芬氏唐松草亭碱等多种生物碱成分^[6,10-15]。本实验考证了藏族药马尾连及高原唐松草的历史沿革、基原、资源分布并建立了高原唐松草的药材标准，对 10 批不同产地高原唐松草药材进行了检测，制定了各检测项的限度，为控制该药材的质量提供依据。所建立的标准方法操作简便、准确可靠、重复性好，可用于高原唐松草药材的质量控制。

1 材料

1200 系列高效液相色谱仪(美国安捷伦科技有限公司,包括 G1322A 型脱气装置, G1311A 型四元泵, G1329A 型自动进样器, G1316A 型柱温箱, G1314B 型可变波长检测器), Eclipse 80i 型显微镜(日本尼康公司), YP202N 型电子天平(上海精密科学仪器有限公司制造), XS205 型 1/10 万电子分析天平[梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司], pH3-3C 型 pH 计(上海仪电科学仪器股份有限公司), Milli-Q Integral 型超纯水系统[默克化工技术(上海)有限公司], ZF1-II 型紫外分析仪(上海嘉鹏科技有限公司), DSLR-A350 型数码单反相机[索尼(中国)有限公司]。

10 批高原唐松草药材均采集于四川甘孜藏族

自治州,经四川省中医药科学院方清茂研究员鉴定为高原唐松草 *Thalictrum cultratum* 的干燥根及根茎;盐酸小檗碱对照品(中国食品药品检定研究院,批号 110713-201212,质量分数 86.7%),羧甲基纤维素钠(成都科龙化工试剂厂),薄层色谱硅胶 G(青岛海浪硅胶干燥剂厂),硅胶 G 薄层板(自制,20 cm × 20 cm),乙腈为色谱纯,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 本草考证 马尾连始载于《本草纲目拾遗》^[16],曰:“出云南省,药肆皆有之,干者形如丝,上有小根头,土人盘曲以市。”又曰:“性寒而不峻,不似川连之厚,性能去皮里膜外及筋络之邪热,小儿伤风及痘科用。”从《本草纲目拾遗》中得知,马尾连已作药用,云南有产。由于书中只描述了马尾连根部的的外形,未见文字描述植物原形态,也未附图,因此不能显示藏族药马尾连的基原,同时由于没有其他产地的记载,因此资源分布情况不明。直至 20 世纪 70 年代中、后期的多部著作记载有马尾连的植物来源,如《全国中草药汇编》、《中药志》、《中国药材学》、《中华藏本草》)、《中华本草》、《新编中药志》、《中药大辞典》、《中国药典》(2015 年版四部)等^[1-8],见表 1。结果显示多部著作及《中国药典》记载的马尾连基原植物有 1 种到多种不等,且主要以多基原为主。《中国药典》2010 年版一部首次记载烫伤油^[17]中使用的马尾连基原包括金丝马尾连、高原唐松草、多叶唐松草、唐松草^[1],高原唐松草收载其中。《中国药典》2015 年版记载马尾连同 2010 年版^[1,17]。

2.2 资源状况 马尾连主要分布于甘肃、四川、云南、西藏、青海、内蒙古等地^[2-8]。高原唐松草主要分布于四川、云南、西藏、甘肃等地^[2-8]。根据中国数字植物标本馆查询,从 250 份高原唐松草植物标本来源的省份统计,主要分布在四川、云南、西藏、甘肃、青海、山东、福建、吉林、辽宁、黑龙江。其中在四川主要分布在甘孜藏族自治州、阿坝藏族羌族自治州、凉山彝族自治州,主要采集于乡城县、康定县、德格县、炉霍县、道孚县、稻城县、雅江县、得荣县、九龙县、理县、木里藏族自治县、雷波县、越西县等地;在云南主要分布在大理白族自治州、迪庆藏族自治州、

表 1 马尾连药材的植物来源

Table 1 Plant origins of Rhizoma et Radix Thalictri

著作来源	马尾连基原植物	亦作马尾连药用者
《全国中草药汇编》1975 年版	多叶唐松草 <i>Thalicttrum foliolosum</i> , 高原唐松草 <i>T. cultratum</i>	昭通唐松草 <i>T. glandulosissimum</i> var. <i>chaotungense</i> , 滇川唐松草 <i>T. foetii</i> , 贝加尔唐松草 <i>T. bicalensis</i> , 偏翅唐松草 <i>T. delavayi</i> , 大叶唐松草 <i>T. faberi</i> , 毛发唐松草 <i>T. trichopus</i> , 外卷唐松草 <i>T. revolutum</i> , 长柱贝加尔唐松草 <i>T. baicalense</i> var. <i>megalostigma</i> , 华东唐松草 <i>T. fortunei</i> , 花唐松草 <i>T. filamentosum</i> , 粗果唐松草 <i>T. dasycarpum</i>
《中药志》1979 年版	金丝马尾连 <i>T. glandulosissimu</i> 高原唐松草、多叶唐松草	贝加尔唐松草、多枝唐松草 <i>T. ramosum</i> , 大叶唐松草、峨嵋唐松草 <i>T. omeiense</i> , 毛发唐松草、箭头唐松草、新疆唐松草 <i>T. collinum</i> , 东亚唐松草 <i>T. minus</i> var. <i>hypoleucum</i> , 香唐松草 <i>T. foetidum</i>
《中国药材学》1996 年版	多叶唐松草	多腺唐松草(金丝马尾连)、昭通唐松草、高原唐松草、大叶唐松草、香唐松草
《中华藏本草》1997 年版	贝加尔唐松草、金丝马尾连	-
《中华本草》1999 年版	金丝马尾连、昭通唐松草、高原唐松草、多叶唐松草、贝加尔唐松草、长柱贝加尔唐松草、黄唐松草 <i>T. flavum</i> , 粘唐松草 <i>T. viscosum</i>	-
《新编中药志》2001 年版	金丝马尾连、高原唐松草、多叶唐松草	加尔唐松草、多枝唐松草、大叶唐松草、峨嵋唐松草、毛发唐松草、箭头唐松草、新疆唐松草、香唐松草
《中药大辞典》2006 年版	金丝马尾连、昭通唐松草、高原唐松草、多叶唐松草等	贝加尔唐松草、长柱贝加尔唐松草、黄唐松草、粘唐松草
《中国药典》2010 年版	金丝马尾连、高原唐松草、多叶唐松草、唐松草 <i>T. aguilegifolium</i> var. <i>sibiricum</i>	-
《中国药典》2015 年版	金丝马尾连、高原唐松草、多叶唐松草、唐松草	-

注明:表中植物首次出现时注明了拉丁名,再次出现时只写中文名。

怒江傈僳族自治州、丽江、昆明等地,主要采集于洱源县、中甸县、维西傈僳族自治县、德钦县、贡山独龙族怒族自治县、丽江纳西族自治县、丽江市、宁蒗彝族自治县、石林彝族自治县、嵩明县等地;在西藏主要分布在昌都、山南、林芝、那曲、阿里、日喀则地区及拉萨等地,主要采集于昌都县、江达县、丁青县、类乌齐县、左贡县、贡觉县、桑日县、错那县、隆子县、察隅县、打格章、申扎县、改则县、墨竹工卡县、吉隆县等地;在甘肃主要分布在甘南藏族自治州、兰州、天门等地,主要采集于莲花山保护区冶本峡、舟曲县、迭部县、西固区等地;在青海主要分布在玉树藏族自治州,主要采集于杂多县、昂欠县等地。本研究采集的高原唐松草主要来源于四川甘孜藏族自治州理塘县、德格县、道孚县、雅江县。高原唐松草多生于海拔 1.70 ~ 3.80 km 的山坡、灌木丛中或沟边草地,有时生于林中^[2-8]。

2.3 性状 本品由多数根茎连接成结节状,成一字形排列,长 1 ~ 4 cm,直径约 5 mm,上端有茎痕。下端有多数须根,须根长 10 ~ 25 cm,直径约 1 mm,表

面淡棕色至棕色。体轻,质脆易断。气微,味苦。见图 1。

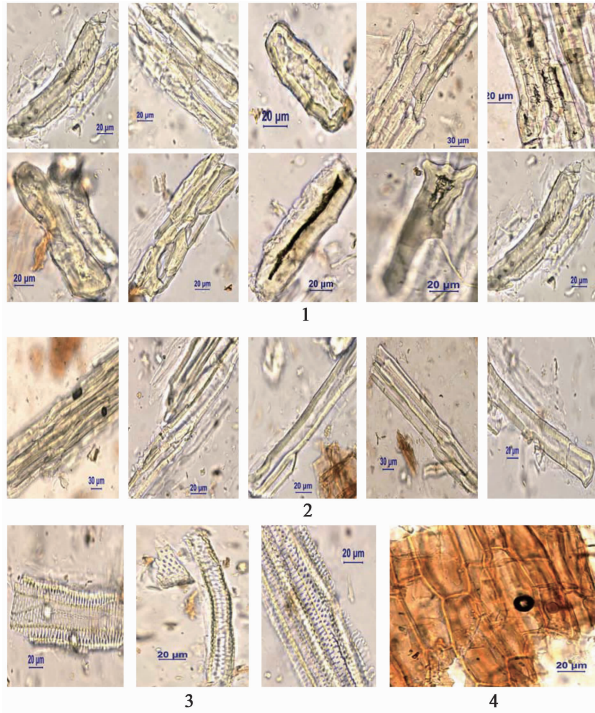


图 1 高原唐松草药材

Fig. 1 Herbs schematic diagram of *Thalicttrum cultratum*

2.4 显微鉴别 本品粉末浅黄褐色,气微,味微苦。石细胞淡黄色,多成群,单个石细胞呈长梭形、条形或不规则形,有的末端呈分枝状,直径 13 ~ 41 μm ,壁极厚,少数可见层纹,胞腔狭小或不明显。纤维淡黄色,成束或散在,末端钝或稍尖,有的相互呈嵌入状,直径 16 ~ 25 μm ,胞腔稍厚,可见纹孔。导管以具缘纹孔、网纹导管多见,少见螺旋导管,多数根成束,直径 8 ~ 54 μm ,穿孔板多倾斜,单孔。木栓细胞黄棕色,表面观呈长多角形或类多角形,直径 20 ~ 34

μm。见图 2。



1. 石细胞; 2. 木纤维; 3. 导管; 4. 木栓细胞
图 2 高原唐松草粉末的显微镜特征 (×250)

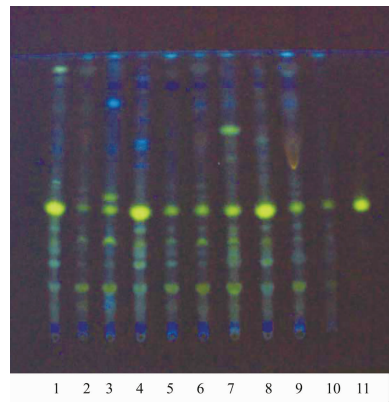
Fig. 2 Microscopic characteristics of *Thalicttrum cultratum* powder (×250)

2.5 TLC 鉴别 精密称取盐酸小檗碱对照品适量, 加甲醇制成 $0.31 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 对照品溶液。取各批高原唐松草粉末(过 3 号筛)约 0.3 g, 置具塞锥形瓶中, 加甲醇 25 mL, 超声处理 30 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 1 mL 使溶解, 得供试品溶液。按《中国药典》2015 年版四部通则 0502 项下薄层色谱法进行试验, 吸取对照品溶液和供试品溶液各约 $5 \mu\text{L}$, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 置浓氨蒸汽饱和的展开缸内预饱和 30 min, 以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-氨水(6.5:2.5:2:1.5:0.5)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外灯(365 nm)下检视。供试品溶液色谱中, 在与对照品溶液色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。见图 3。

2.6 检查

2.6.1 水分测定 分别精密称取 10 批高原唐松草样品粉末(过 2 号筛)约 2.0 g, 参照《中国药典》2015 年版四部通则 0832 项下水分测定法第二法进行测定, 结果见表 2。

2.6.2 总灰分和酸不溶性灰分测定 分别取 10 批高原唐松草样品粉末(过 2 号筛)约 3.0 g, 精密称定, 参照《中国药典》2015 年版四部通则 2302 项下总灰分及酸不溶性灰分方法进行测定, 结果见表 2。



1~10. 供试品; 11. 盐酸小檗碱对照品

图 3 高原唐松草药材 TLC (365 nm)

Fig. 3 TLC chromatogram of *Thalicttrum cultratum* at 365 nm

表 2 不同批次高原唐松草中水分、总灰分、酸不溶性灰分、浸出物、盐酸小檗碱含量的测定

Table 2 Water content, total ash, acid insoluble ash, alcohol soluble extractive and berberine hydrochloride content in *Thalicttrum cultratum* samples

批次	来源/产地	采集时间	水分	总灰分	酸不溶性灰分	浸出物	盐酸小檗碱质量分数
1	理塘喇嘛亚	2013-07-24	11.0	4.9	1.6	28.4	0.61
2	道孚松林口	2013-08-25	11.7	4.3	2.0	33.7	0.01
3	德格柯洛洞 1	2013-08-21	11.4	2.9	0.7	27.1	0.01
4	理塘濯桑 1	2013-08-21	10.1	3.2	1.1	27.0	0.54
5	德格错阿	2013-08-24	10.5	3.5	0.6	31.8	0.03
6	德格柯洛洞 2	2013-08-24	10.6	3.1	0.8	31.1	0.02
7	雅江卡子拉山	2013-07-22	9.8	5.2	2.2	28.2	0.56
8	理塘濯桑 2	2013-08-21	11.0	3.9	1.7	31.0	0.12
9	雅江高尔寺山	2013-08-20	9.8	4.7	2.0	25.4	0.10
10	理塘君坝乡	2013-07-22	11.0	3.5	1.5	27.6	0.01

2.7 浸出物测定 分别取 10 批高原唐松草样品粉末(过 2 号筛)约 2.0 g, 精密称定, 按《中国药典》2015 年版四部通则 2201 项下的热浸法进行测定, 用稀乙醇为溶剂, 结果见表 2。

2.8 指标成分的含量测定

2.8.1 对照品溶液的制备 精密称取盐酸小檗碱对照品适量, 加甲醇制成 $78.6 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的对照品溶液。

2.8.2 供试品溶液的制备 精密称取本品粉末(过 3 号筛)约 0.6 g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇-盐酸(100:1)混合液 50 mL, 密塞, 称定质量, 超声处理(250 W, 59 kHz)30 min, 放冷至室温, 称定质量, 用甲醇-盐酸(100:1)补足减失的质量, 摇匀, 经 $0.45 \mu\text{m}$ 微孔滤膜滤过, 即得。

2.8.3 色谱条件 Phenomenex C₁₈ 色谱柱 (4.6 mm × 150 mm, 5 μm), 流动相乙腈-0.05 mol·L⁻¹ 磷酸二氢钾溶液 (50:50) (每 100 mL 中加十二烷基硫酸钠 0.4 g, 再以磷酸精密调节 pH 4.0), 检测波长 345 nm, 流速 1 mL·min⁻¹, 进样量 5 ~ 20 μL。理论塔板数按盐酸小檗碱计 > 5 000。

2.8.4 线性关系考察 分别取对照品溶液 1 mL 置 2, 5, 10, 25, 50 mL 量瓶中, 分别用甲醇定容至刻度, 摇匀, 分别取对照品溶液 3 mL 置 5, 10 mL 量瓶中, 加甲醇定容至刻度, 摇匀, 配制成系列对照品溶液, 按 2.8.3 项下色谱条件进样 10 μL, 以质量浓度为横坐标, 峰面积积分为纵坐标, 得回归方程 $Y = 46.813X - 3.748$ ($r = 0.9999$), 线性范围 1.572 ~ 47.16 mg·L⁻¹。

2.8.5 定量限和检测限 精密量取已知盐酸小檗碱含量的对照品溶液, 用甲醇依次稀释成系列溶液, 按 2.8.3 项下色谱条件分别进样 10 μL, 以信噪比 3:1 时色谱峰对应的质量浓度作为检测限, 结果盐酸小檗碱的检测限 0.037 6 mg·L⁻¹。以信噪比 10:1 时色谱峰对应的质量浓度作为定量限, 结果盐酸小檗碱的定量限 0.125 mg·L⁻¹。

2.8.6 精密度试验 取同一对照品溶液, 按 2.8.3 项下色谱条件连续进样 6 次, 计算盐酸小檗碱峰面积的 RSD 0.4%, 表明仪器精密度良好。

2.8.7 重复性试验 精密称取第 1 批高原唐松草药材粉末 (过 3 号筛) 约 0.6 g, 共 6 份, 按 2.8.2 项下方法制备供试品溶液, 按 2.8.3 项下色谱条件测定, 计算 6 份高原唐松草中盐酸小檗碱平均质量分数 (按干燥品计) 0.61%, RSD 0.6%, 表明该方法重复性良好。

2.8.8 稳定性试验 取同一供试品溶液, 室温放置, 分别在制备后 0, 2, 4, 8, 12, 24, 48 h 按 2.8.3 项下色谱条件测定, 计算盐酸小檗碱峰面积的 RSD 0.7%, 表明供试品溶液在 48 h 内稳定。

2.8.9 加样回收试验 精密称取第 1 批高原唐松草粉末 (盐酸小檗碱质量分数以干品计 0.61%, 水分 11.0%) 约 0.3 g, 共 9 份, 等分成 3 组, 各组分别加入 0.310 g·L⁻¹ 盐酸小檗碱对照品溶液 4, 5, 6 mL, 按 2.8.2 项下方法制备供试品溶液, 按 2.8.3 项下色谱条件测定, 计算盐酸小檗碱平均加样回收率 98.26%, RSD 2.2%。结果见表 3, 表明该方法准确、可靠。

2.8.10 样品测定 分别精密称取 10 批高原唐松草粉末 (过 3 号筛) 约 0.6 g, 按 2.8.2 项下方法制备

表 3 高原唐松草中盐酸小檗碱的加样回收试验

Table 3 Recovery test of berberine hydrochloride in *Thalictrum cultratum*

称样量 /g	样品中量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
0.3019	1.64	1.24	2.90	101.60		
0.3018	1.64	1.24	2.90	101.60		
0.3007	1.63	1.24	2.85	98.39		
0.3008	1.63	1.55	3.12	96.13		
0.3006	1.63	1.55	3.16	98.71	98.26	2.2
0.3004	1.63	1.55	3.15	98.06		
0.3010	1.63	1.86	3.43	96.77		
0.3015	1.64	1.86	3.44	96.77		
0.3017	1.64	1.86	3.43	96.24		

供试品溶液, 按 2.8.3 项下色谱条件测定, 结果见表 2, 10 批高原唐松草药材中盐酸小檗碱质量分数 (按干燥品计) 在 0.01% ~ 0.61%。

3 讨论

资料考证表明藏族药马尾连为多基原药材, 品种多, 不同地域使用的植物来源差异大, 《全国中草药汇编》1975 年版收载有 13 个基原。马尾连药材并未收载于《中国药典》2015 年版一部正文, 由于成方制剂——烫伤油^[18] 组方中使用了马尾连, 因此, 在“成方制剂中本版药典未收载的药材和饮片”项下有马尾连的记载, 共有 4 个基原^[2]。而实际临床使用中马尾连的基原更为复杂。基于马尾连多基原可能带来的成分、药效、安全性等不可控问题, 有必要对多基原进行比较研究。如果成分组成差异大, 可能导致药效或/和安全性等不可控, 应在充分比较研究的基础上对药材进行品种分列或单列。

10 批高原唐松草的水分、总灰分等测定结果表明, 各批次测定值分布范围较大。由于高原唐松草产地、生长环境等多因素的不同导致药材样品测定结果差异较大。因此, 设定质量标准中各检测项指标限度的高低可直接影响市售药材质量及药材供求关系, 适度的标准可在控制药材质量的同时, 充分利用药材资源。

由于本品下端须根密集, 包裹大量泥沙, 不易冲洗干净。预试验比较了冲洗、冲洗 + 漂洗的 2 种净制方法对总灰分和酸不溶性灰分测定值的影响。净制方法为冲洗的药材, 10 批总灰分测定值 11.0% ~ 13.8%, 平均值 12.3%, 酸不溶性灰分 1.1% ~ 5.4%, 平均值 3.5%; 采用净制方法为冲洗 + 漂洗的药材, 总灰分平均值 3.9%, 酸不溶性灰分平均值

1.4%。说明净制方式和程度对灰分结果影响很大。因此,考虑生产中大量药材的净制难度及成本,在制定灰分限量时,结合净制方式和程度的差异影响,灰分限度应适当放宽。

参考《四川省中药材标准》2010 年版中已有马尾连等同类药材的质量标准^[10],水分按平均值上浮约 40% 计算,建议规定水分不得过 15.0%;总灰分按照平均值上浮约 125%,建议规定总灰分不得过 9.0%,酸不溶性灰分不得过 3.0%;醇溶性浸出物按平均值下浮约 15.0%,建议规定不得低于 25.0%;盐酸小檗碱含量限度按平均值下浮约 50% 计算,建议含盐酸小檗碱质量分数按干燥品计算不得少于 0.10%。

建立盐酸小檗碱的 TLC 鉴别方法时,分别选择了甲苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-氨水(6.5:2.5:2:1.5:0.5),环己烷-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-水-三乙胺(3:3.5:1:1.5:0.5:1),三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-氨水-二乙胺(1:8:3:1.2:0.3)等多个展开剂系统,结果以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-氨水(6.5:2.5:2:1.5:0.5)为展开剂时,展开效果较好,供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。在 TLC 鉴别中进行了温度、湿度的考察,结果显示温度对薄层结果影响较大,当温度在 15~18℃ 时,薄层结果的重复性及分离效果均较好。此外,当 1 次薄层展开效果不理想时,可对其进行二次等距展开,二次展开斑点更清晰,且斑点分离效果更好。

由于目前可获得盐酸小檗碱、盐酸药根碱对照品,因此,前期工作进行了同时鉴别盐酸小檗碱和盐酸药根碱的薄层方法研究,但从多家单位购买的盐酸药根碱对照品纯度均存在问题(对照品在不同展开剂系统下出现 2~3 个大小相近的斑点),对样品斑点及成分判别会产生干扰,因此,最终在建立薄层鉴别方法时取消了盐酸药根碱成分鉴别,待后续进一步研究和修订。本文建立的高原唐松草质量标准方法操作简便、准确可靠、重复性好,可用于该药材的质量控制。

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 四部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2015:419.
- [2] 《全国中草药汇编》编写组. 全国中草药汇编[M]. 北京:人民卫生出版社,1975:76.
- [3] 中国医学科学院药物研究所. 中药志[M]. 北京:人民卫生出版社,1979:264-277.
- [4] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草[M]. 上海:上海科学技术出版社,1999:263-268.
- [5] 肖培根. 新编中药志[M]. 北京:化学工业出版社,2001:135-149.
- [6] 南京中医药大学. 中药大辞典. 上册[M]. 2 版. 上海:上海科学技术出版,2006:34-397.
- [7] 罗达尚,奇玲,李春华,等. 中华藏本草[M]. 汉化版. 北京:人民出版社,1997:80-83.
- [8] 徐国钧,何宏贤,徐璐珊,等. 中国药材学[M]. 北京:中国医药科技出版社,1996:189-190.
- [9] 四川省食品药品监督管理局. 四川省中药材标准[M]. 成都:四川科学技术出版社,2010:110-113.
- [10] Hussain S F, Guinaudeau H, Freyer A J, et al. Bisbenzylisoquinoline alkaloids from *Thalictrum cultratum*. The structures of thalrugosinone and thalpindione[J]. J Nat Prod,1985,48(6):962-966.
- [11] Hussain S F, Freyer A J, Guinaudeau H, et al. Seven new aporphine-benzylisoquinoline alkaloids from *Thalictrum cultratum*[J]. J Nat Prod,1986,49(3):494-499.
- [12] Hussain S F, Freyer A J, Guinaudeau H, et al. Five new bisbenzylisoquinoline alkaloids from *Thalictrum cultratum*[J]. J Nat Prod,1986,49(3):488-493.
- [13] Wasala H M W, Herath S F, Hussain A J, et al. Nine bisbenzylisoquinoline alkaloids from *Thalictrum cultratum*[J]. J Nat Prod,1987,50(4):721-725.
- [14] 《全国中草药汇编》编写组. 全国中草药汇编. 上册[M]. 2 版. 北京:人民卫生出版社,1996:76-78.
- [15] 蔡少青,李军. 常用中药材品种整理和质量研究. 第 5 册[M]. 北京:北京医科大学出版社,2001:412-434.
- [16] 赵学敏. 本草纲目拾遗[M]. 上海:商务印书馆,1954:85-86.
- [17] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:1045,附录 22.
- [18] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2015:1437.

[责任编辑 刘德文]