

新疆鼠尾草的质量标准

王小青¹, 王晓梅¹, 余妍², 王新玲¹, 胡君萍¹, 李敏¹, 热娜·卡斯木^{1*}

(1. 新疆医科大学药学院, 乌鲁木齐 830011; 2. 69079 部队卫生室, 乌鲁木齐 830013)

[摘要] 目的:制定新疆鼠尾草药材质量标准,为新疆鼠尾草的开发利用提供技术支持。方法:采集10批新疆鼠尾草药材,对这些样品的性状、检查、鉴别、指标成分含量进行了研究;以迷迭香酸为对照品,采用薄层色谱(TLC)法进行定性鉴别;采用高效液相法(HPLC)测定迷迭香酸的含量。结果:对新疆鼠尾草药材的性状、显微特征进行了描述;根据10批不同产地新疆鼠尾草的测定结果确定:新疆鼠尾草水分不得超过10%,总灰分不得超过14%,酸不溶性灰分不得超过7%,浸出物以热浸法测定,65%乙醇热浸法浸出物暂定不低于13%,水热浸法浸出物的含量不得低于15%。TLC斑点清晰,分离度好;迷迭香酸的进样量在1.001~6.006 μg($r=0.9998$)与峰面积积分值呈良好线性关系,平均回收率为100.54%,RSD 1.9%,迷迭香酸含量不得少于2.0%。结论:新建标准可用于新疆鼠尾草药材的质量控制。

[关键词] 新疆鼠尾草; 药材质量标准; 迷迭香酸; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2016)15-055-05

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2016150055

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20160603.1144.030.html>

[网络出版时间] 2016-06-03 11:44

Quality Standard of *Salvia deserta*

WANG Xiao-qing¹, WANG Xiao-mei¹, YU Yan², WANG Xin-ling¹, HU Jun-ping¹,
LI Min¹, RENA Kasimu^{1*}

(1. College of Pharmacy, Xinjiang Medical University, Urumqi 830011, China;
2. 69079 Force Medical Team, Urumqi 830013, China)

[Abstract] **Objective:** To provide technical support for the utilization and development of *Salvia deserta* by establishing the quality standards. **Method:** Ten batches of crude drugs of *S. deserta* were collected. The morphology, inspection, identification and the content of target components in these samples were studied. With rosmarinic acid as the reference substance, TLC method was used for qualitative identification. The contents of rosmarinic acid were determined by HPLC. **Result:** Nature and microscopic characteristics of *S. deserta* were described. According to the measurement results of 10 batches of samples, moisture in the crude drug was not more than 10%; the content of total ash was not more than 14%; the content of acid-insoluble ash was not more than 7%. The extracts were determined by hot dipping method; the content of ethanol extracts was tentatively determined not less than 13% and content of water extracts was not less than 15%. The spots in TLC were clear and well-separated. The sample size of rosmarinic acid was 1.001-6.006 μg ($r=0.9998$), showing a good linear relationship with peak area integral value. The average recovery rate was 100.54%, RSD 1.9%. The content of rosmarinic acid was not less than 2.0%. **Conclusion:** The newly established standard can be used for quality

[收稿日期] 20150601 (005)

[基金项目] 新疆维吾尔自治区十二五重大专项(201130105-2)

[第一作者] 王小青,高级实验师,从事天然药物活性成分的研究,Tel:13999884368,E-mail:forever.wxm@163.com

[通讯作者] *热娜·卡斯木,博士,教授,博士生导师,从事新疆特色药用植物资源的开发利用,Tel:0991-4362473,E-mail:renakasimu@vip.sina.com

control of *S. deserta*.

[Key words] *Salvia deserta*; quality standards; rosmarinic acid; HPLC

新疆鼠尾草拉丁学名含义为荒漠鼠尾草,因分布在新疆戈壁荒原而得名,亦称新疆丹参。在新疆长期作为民间习用药,主要用于清热解毒、祛痰止咳、消肿利尿、抗菌消炎等^[1],在《中国植物志》^[2]、《中国高等植物图鉴》^[3]、《中国沙漠植物志》^[4]等均有记载。主产于我国新疆北部的荒地、草地及林下,海拔 270 ~ 1 850 m。哈萨克斯坦、吉尔吉斯斯坦、俄罗斯也有分布,主要为野生^[2]。

新疆鼠尾草中主要含有较多的酚酸、二萜醌、三萜类等化学成分^[5-8]。酚酸类化合物是其主要的活性成分,现已分离检出的酚酸类成分有迷迭香酸、丹酚酸 K 及迷迭香酸苷^[9]。现代药理学表明,新疆鼠尾草具有抑制醛糖还原酶活性^[9],心肌缺血保护作用^[10],体外抗氧化作用^[11]等。目前,在 2015 年版《中国药典》及其他部颁标准中并未收录此药材。该药材质量标准研究较少,有报道对其药材性状、显微组织及理化鉴别做了部分研究^[12-13]。新疆鼠尾草为多年生草本植物,影响其质量的因素较多,但目前缺乏完善的质量控制体系,从而限制了对其进一步的开发和利用。本研究采集 10 批不同产地的新疆鼠尾草药材,对这些样品的性状、检查、鉴别以及指标性成分含量进行了研究,为制定新疆鼠尾草药材的质量标准及控制该药材的质量提供了研究数据。

1 材料

1.1 仪器 AB135-S 型分析天平 (Mettler Teledo), DMXY 型数码显微镜 (舜宇光学科技有限公司), 半自动点样仪 (Camag Linomat), 薄层色谱数码成像系统 (Camagrestar), e2695 系列高效液相色谱仪 (包括 2998 检测器, 美国 Waters), Milli-Q 系列超低有机物超纯水机 (美国 Millipore), MULTIFUGEX-3R 型离心机 (美国 Thermo), HH-S4 型水浴锅 (金坛市医疗仪器厂), DZF-6090 型真空干燥箱 (上海一恒科学仪器有限公司)。

1.2 试剂 硅胶 G 板 (青岛海洋化工厂, 批号 20100902), 对照品迷迭香酸 (中国食品药品检定研究院, 批号 111871-201203); 甲醇色谱纯, 其他试剂均为分析纯。新疆鼠尾草药材采自新疆北部不同产地, 由新疆医科大学药学院热娜·卡斯木教授鉴定为唇形科植物新疆鼠尾草 *Salvia deserta* 的干燥根或根茎。药材信息见表 1。

表 1 新疆鼠尾草药材来源

Table 1 Origins of *Salvia deserta* collected

No.	收集地	批号
1	伊宁县	20110705
2	乌鲁木齐县	20120426
3	乌鲁木齐县	20111020
4	新源县	20120726
5	特克斯县	20120727-1
6	霍城县	20120716
7	木垒县	20110715
8	巩留县	20120727-2
9	乌鲁木齐县	20100622
10	乌鲁木齐县	20120727-3

2 方法与结果

2.1 鉴别

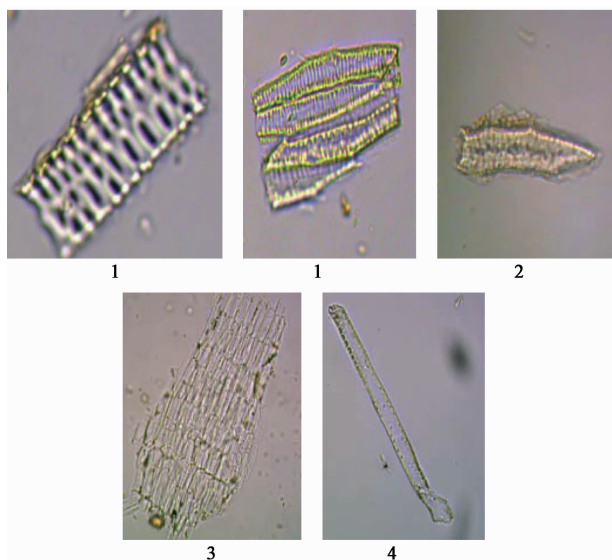
2.1.1 性状鉴别 新疆鼠尾草药材呈圆柱形,常稍弯曲,并有分枝。长 10 ~ 30 cm,直径 0.3 ~ 1.5 cm,表面棕褐色或灰棕色,粗糙,有不规则纵皱纹,质硬,折断面纤维性,气微弱,味苦。

2.1.2 显微鉴别 取一定量的样品,粉碎,过 40 目筛。制作水合氯醛透化片,在显微镜下进行观察。在视野下十分清晰,细胞特征明显,易于辨认。呈灰黄色粉末特征:①网纹导管直径约 10 μm,长梭形,末端斜尖,穿孔多位于侧壁;②石细胞单个散在,类圆形、类梭形;③木栓细胞黄棕色,表面观类方形或多角形,壁稍厚,弯曲或平直;④木纤维长梭形,末端长尖,纹孔斜缝状,孔沟较稀疏。结果见图 1。

2.1.3 TLC 鉴别 取 10 批本品粉末各 1 g,加甲醇 50 mL,回流处理 40 min,滤过,取滤液 5 mL 水浴蒸干,加甲醇 3 mL 溶解,作为 10 批供试品溶液。取迷迭香酸对照品适量,加甲醇制成质量浓度为 0.2 g · L⁻¹ 的对照品溶液。照 2010 年版《中国药典》一部附录 VIB 薄层色谱法试验,吸取上述对照品溶液 10 μL 和各供试品溶液 2 μL,分别点样于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸 (5:5:0.5:1) 为展开系统展开,取出,晾干,置紫外光灯 (365 nm) 下检视。结果供试品色谱中在与对照品相同位置上,显相同颜色的荧光斑点。结果见图 2。

2.2 检查

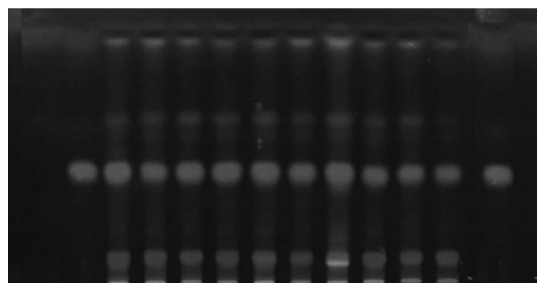
2.2.1 水分 按照 2010 年版《中国药典》一部附



1. 导管; 2. 石细胞; 3. 木栓细胞; 4. 木纤维

图 1 新疆鼠尾草粉末特征 (×400)

Fig. 1 Microscopic identification picture of the powder of *Salvia deserta* (×400)



11 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11

1. 20110715 (木垒县); 2. 20100622 (乌鲁木齐县); 3. 20120726 (新源县); 4. 20120727-2 (巩留县); 5. 20110705 (伊宁县); 6. 20120727-3 (乌鲁木齐县); 7. 20111020 (乌鲁木齐县); 8. 20120426 (乌鲁木齐县); 9. 20120727-1 (特克斯县); 10. 20120716 (霍城县); 11. 迷迭香酸

图 2 新疆鼠尾草 TLC

Fig. 2 TLC chromatogram of *Salvia deserta*

录中 IX H 水分测定第一法 (烘干法) 测定 10 批新疆鼠尾草的水分。结果新疆鼠尾草药材水分在 6.94% ~ 8.36%, 平均值为 8.19%, 以最高测定值的 120% 设限, 为 9.83%, 故暂定新疆鼠尾草药材的水分不超过 10.0%, 结果见表 2。

2.2.2 灰分 按照 2010 年版《中国药典》一部附录中 IX K 总灰分测定法测定 10 批新疆鼠尾草的总灰分。结果新疆鼠尾草药材总灰分在 4.56% ~ 13.28%, 平均值为 9.29%, 暂定新疆鼠尾草药材的总灰分不超过 14%。酸不溶性灰分在 0.61% ~ 7.03%, 平均值为 2.69%, 酸不溶性灰分暂定不超过 7%, 结果见表 2。

2.2.3 浸出物测定 参照 2010 年版《中国药典》

表 2 新疆鼠尾草药材水分、总灰分、酸不溶性灰分、浸出物测定 (n=3)

Table 2 Results of moisture content, total ash, acid-insoluble ash and extractives content of *Salvia deserta* (n=3) %

No.	水分	总灰分	酸不溶性灰分	65% 乙醇浸出物	水浸出物
1	8.27	9.85	3.13	20.26	22.45
2	8.10	12.21	5.05	22.64	20.76
3	8.10	12.87	6.30	22.49	22.54
4	8.03	9.58	2.95	16.46	19.88
5	8.31	7.40	2.94	18.99	21.80
6	8.36	9.39	4.36	18.97	21.78
7	6.94	11.56	0.61	16.43	11.41
8	8.50	4.56	1.20	17.40	17.59
9	8.14	7.43	2.69	22.54	17.44
10	8.24	13.28	7.03	13.10	15.63

一部附录 IX A 浸出物测定法中的热浸法, 测定 10 批药材的浸出物。结果显示新疆鼠尾草药材 65% 乙醇浸出物测定结果为 13.10% ~ 22.64%, 平均值为 18.93%; 新疆鼠尾草药材水浸出物测定结果为 15.63% ~ 22.54%, 平均值为 19.12%。建议规定新疆鼠尾草药材的 65% 乙醇热浸法浸出物暂定不低于 13%, 水热浸法浸出物的含量不得低于 15%, 结果见表 2。

2.2.4 重金属和农药残留的检测 委托新疆维吾尔自治区商检所, 对其中 3 批新疆鼠尾草药材进行重金属和农药残留的抽检。检测结果表明, 新疆鼠尾草药材中农药残留及重金属含量比较低。暂定新疆鼠尾草药材中的铅、汞、砷浓度小于百万分之五, 农药残留小于千万分之一, 结果见表 3。

表 3 新疆鼠尾草重金属检测

Table 3 Results of heavy metals and pesticides contents of *Salvia deserta*

No.	药材批号	重金属 / mg · kg ⁻¹		
		铅	汞	砷
1	20111020	2.4	0.01	1.3
2	20120727-2	4.0	≤0.01	2.0
3	20110705	1.8	0.01	1.1

注: 农残均未检出。

2.3 含量测定

2.3.1 对照品溶液的制备 精密称取迷迭香酸对照品 1.06 mg, 置于 10 mL 量瓶中, 用甲醇溶解并定容至刻度, 摇匀, 制成质量浓度为 0.106 0 g · L⁻¹ 的

迷迭香酸对照品溶液,经 0.22 μm 滤膜过滤后即得。

2.3.2 供试品溶液的制备 精密称取新疆鼠尾草药材粉末 0.5 g,以 90% 甲醇 25 mL 作为溶剂,超声提取 2 次,每次 1.5 h,抽滤,合并提取液,浓缩,用 90% 的甲醇定容到 10 mL 量瓶中。摇匀,0.22 μm 滤膜过滤,即得。

2.3.3 测定波长的选择 取对照品溶液与药材提取液在 200 ~ 600 nm 波长进行光谱扫描,迷迭香酸对照品及样品溶液在 320 nm 处有最大吸收,故选择 320 nm 作为测定波长。

2.3.4 色谱条件 Phenomenex 色谱柱(4.6 mm × 250 mm,5 μm),流动相甲醇-0.05% 甲酸(34:66),柱温 40 ℃,流速 1 mL·min⁻¹,检测波长 320 nm,进样 30 min,进样量 10 μL。在此色谱条件下,药材中的迷迭香酸色谱峰与其他组分峰均得到较好分离。见图 3。

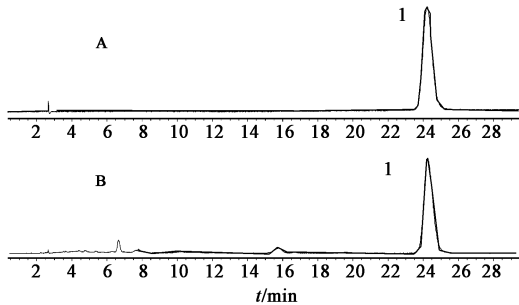
进行测定,结果迷迭香酸质量分数 76.13 mg·g⁻¹,RSD 1.3%,表明方法重复性好。

2.3.9 加样回收率试验 精密称取 9 份一定量新疆鼠尾草根茎粉末置 50 mL 锥形瓶中,分成 9 组,分别准确加入高中低 3 个剂量组的对照品溶液,按供试品溶液制备方法制备,进行测定,计算平均回收率为 100.54%,RSD 为 1.9%。结果见表 4。

表 4 鼠尾草中迷迭香酸的加样回收率试验

Table 4 Results of recovery test of *Salvia deserta*

称样量 /g	样品中量 /g	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
0.0130 7	0.995 0	0.190 9	1.183 4	98.69		
0.0130 5	0.993 5	0.190 9	1.189 9	102.88		
0.0130 8	0.995 6	0.190 9	1.193 2	103.51		
0.0120 4	0.916 6	0.237 4	1.150 8	98.65		
0.0120 1	0.914 3	0.237 4	1.156 2	101.90	100.54	1.9
0.0120 2	0.915 1	0.237 4	1.152 9	100.17		
0.0106 1	0.807 7	0.241 7	1.044 4	97.93		
0.0106 3	0.809 3	0.241 7	1.055 3	100.78		
0.0106 0	0.807 0	0.241 7	1.049 5	100.33		



A. 对照品;B. 供试品;1. 迷迭香酸

图 3 新疆鼠尾草 HPLC

Fig.2 HPLC chromatogram of *Salvia deserta*

2.3.5 线性关系的考察 精密吸取迷迭香酸对照品溶液,按上述含量测定方法分别进样 5,10,15,20,25,30 μL。按上述色谱条件分析,以色谱峰面积(Y)对含量(X)进行回归,求得回归方程为 $Y = 2\ 966\ 766.31X - 169\ 832.27$ ($r = 0.999\ 8$),线性范围 1.001 ~ 6.006 μg。

2.3.6 精密度试验 精密吸取迷迭香酸对照品溶液经 0.22 μm 过滤膜过滤后,按上述含量测定方法进行重复测定 6 次,结果 RSD 1.6%,表明仪器精密度良好。

2.3.7 稳定性试验 按照上述供试品溶液的制备方法,制备一批样品溶液,按上述含量测定方法,在 0,2,4,6,8,10,12,24 h 进样测定含量,RSD 为 2.3%,表明迷迭香酸在 24 h 之内含量稳定。

2.3.8 重复性试验 按照上述供试品溶液的制备方法,平行制备 6 份样品溶液,按上述含量测定方法

2.3.10 样品测定 精密称取 10 份不同产地的新疆鼠尾草样品适量,按 2.3.2 项下方法制备供试品溶液,按上述含量测定方法进行测定。结果 10 批新疆鼠尾草药材中迷迭香酸质量分数分别为 6.128%, 2.178%, 6.852%, 7.437%, 3.149%, 3.409%, 6.553%, 6.594%, 3.324%, 4.058%, 迷迭香酸含量随药材产地、采收季节不同差异较大,其含量在 2.178% ~ 7.437%,平均值 5.044%。建议暂定新疆鼠尾草药材中迷迭香酸的含量不得低于 2.0%。

3 小结与讨论

新疆鼠尾草与《中国药典》收录的丹参 *Salvia miltiorrhiza* 同科同属,它们含有结构相似的化学成分。丹参的特征性成分是水溶性的丹酚酸 B 和脂溶性的丹参酮 II_A,因此在《中国药典》中,丹参的薄层色谱鉴别和含量测定是以这 2 种成分作为指标。有研究报道,在新疆鼠尾草中并未检测到丹酚酸 B,但含有大量的迷迭香酸^[14]。迷迭香酸具有抗氧化^[15]、抑制醛糖还原酶^[9]、保肝^[16]、对心肌缺血的保护^[17]、对糖尿病大鼠肾脏的保护^[18]等作用,是新疆鼠尾草防治糖尿病血管并发症和抗血栓作用等功效的主要有效成分。因此,本研究选择迷迭香酸作为对照品来对新疆鼠尾草进行薄层色谱鉴别和含量

测定。

新疆鼠尾草还没有药材质量标准。本文建立的新疆鼠尾草药材质量标准,对规范新疆鼠尾草的生产、使用,制定含新疆鼠尾草原料药制剂的质量标准,以及新疆鼠尾草药材质量标准的制定提供科学的实验依据。

[参考文献]

[1] 新疆中药资源普查办公室. 新疆中药资源名录[M]. 乌鲁木齐:新疆中药资源普查办公室,1988:93.

[2] 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志[M]. 北京:科学出版社,1977:166.

[3] 中国科学院植物研究所. 中国高等植物图鉴[M]. 北京:科学出版社,1974:672.

[4] 刘瑛心. 中国沙漠植物志[M]. 北京:科学出版社,1992:127.

[5] Tezuka Y, Kasimu R, Li J X, et al. Constituents of roots *Salvia deserta* Schang (Xinjiang-Danshen) [J]. Chem Pharm Bull, 1998, 46(1):107-112.

[6] 王新玲, 热娜·卡斯木, 堵年生, 等. 新疆鼠尾草花化学成分的研究[J]. 新疆医科大学学报, 2003, 26(6):583-585.

[7] 马燕, 热娜·卡斯木, 王晓梅, 等. 新疆鼠尾草茎化学成分的研究[J]. 新疆医科大学学报, 2004, 27(6):577-578.

[8] 王新玲, 王小青, 王晓梅, 等. 新疆丹参乙酸乙酯部位化学成分的研究[J]. 华西药理学杂志, 2014, 29(3):257-259.

[9] Kasimu R, Tanaka K, Tezuka Y, et al. Comparative study of seventeen *Salvia* plants: aldose reductase inhibitory activity of water and MeOH extracts and liquid chromatography mass spectrometry (LC-MS) analysis of

eater extracts [J]. Chem Pharm Bull, 1998, 46(3):500-504.

[10] 何新, 常军民, 迪丽拜尔, 等. 6,7-去氢罗列酮对实验性心肌缺血的保护作用[J]. 中国药理学通报, 2000, 16(5):596-597.

[11] 王晓梅, 王小青, 王新玲, 等. 新疆鼠尾草总酚酸的体外抗氧化活性研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2014, 20(9):162-165.

[12] 孙良志, 李国玉, 谭勇. 等. 新疆鼠尾草的性状和显微鉴别[J]. 沈阳药科大学学报, 2012, 29(7):555-559.

[13] 秦冬梅. 新疆鼠尾草地上部分组织学研究[J]. 辽宁中医学院学报, 2004, 6(1):52-53.

[14] Li M H, Chen J M, Peng Y, et al. Distribution of phenolic acids in Chinese *Salvia* plants[J]. Mode Tradit Chin Med Mater Med, 2008, 10(5):46-52.

[15] Fadel O, Kirat K E, Morandat S. The natural antioxidant rosmarinic acid spontaneously penetrates membranes to inhibit lipid peroxidation in situ [J]. B Ba, 2011, 1808(12):2973-2980.

[16] Domitrovic R, Škoda M, Marchesi V V, et al. Rosmarinic acid ameliorates acute liver damage and fibrogenesis in carbon tetrachloride-intoxicated mice [J]. Food Chem Toxicol, 2013, 51(1):370-378.

[17] 刘锡强, 李丽, 田京伟. 迷迭香酸对大鼠心肌缺血损伤保护作用机制的探讨[J]. 中成药, 2011, 33(7):1232-1234.

[18] 刘广建, 黄荣桂, 李月婷. 迷迭香酸对糖尿病大鼠肾脏的保护作用及其机制研究[J]. 现代中西医结合杂志, 2010, 19(2):151-155.

[责任编辑 顾雪竹]