

瑶药竹叶风质量控制方法研究

侯金玲¹, 黄瑞松^{1,2*}, 薛亚馨², 黄荣韶¹

(1. 广西大学农学院, 南宁 530004; 2. 广西民族医药研究院, 南宁 530001)

[摘要] 目的: 建立瑶药竹叶风质量控制方法, 为该药材质量标准的制订提供实验依据。方法: 采用性状、显微和薄层色谱法(TLC)对竹叶风进行定性鉴别, 参照《中国药典》(2010年版)方法进行水分、总灰分、酸不溶性灰分检查和浸出物测定, 采用高效液相色谱-蒸发光散射法(HPLC-ELSD)测定岩白菜素和百两金皂苷A含量。结果: 上述鉴别方法专属性强, 12批样品水分平均为10.8%, 总灰分平均为2.5%, 酸不溶性灰分平均为0.6%, 醇溶性浸出物平均为17.8%, 岩白菜素含量平均为0.14%, 百两金皂苷A含量平均为0.28%。根据试验结果制订了竹叶风药材质量控制方法。结论: 建立的竹叶风质量控制方法简便、准确、重复性好, 可有效控制竹叶风药材质量。

[关键词] 竹叶风; 显微鉴别; 薄层色谱; 高效液相色谱

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2014)06-0060-07

[doi] 10.11653/syfy2014060060

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/doi/10.13422/j.cnki.syfyj.000003.html>

[网络出版时间] 2014-01-06 11:26

Research on the Method of Quality Control of Yao Medicine *Ardisia crispa*

HOU Jin-ling¹, HUANG Rui-song^{1,2*}, XUE Ya-xin², HUANG Rong-shao¹

(1. College of Agricultural, Guangxi University, Nanning 530004, China;

2. Guangxi Academy of Minority Nationality Medicine and Pharmacology, Nanning 530001, China)

[Abstract] **Objective:** To establish quality control method of Yao medicine *Ardisia crispa*, and provide

[收稿日期] 20131028(002)

[基金项目] 广西瑶族习用药材质量评价与标准研究项目(MZY2012022)

[第一作者] 侯金玲, 在读硕士, 从事瑶药质量标准研究, Tel: 15578334168, E-mail: hjldaisy@163.com

[通讯作者] * 黄瑞松, 主任药师, 教授, 硕士生导师, 从事中草药化学分析和质量标准研究, Tel: 0771-3130064, E-mail: hrs. 3130064@163.com

- [2] 顾雪竹, 毛淑杰, 程立平, 等. 辅料麦麸炮制对枳壳成分的影响[J]. 中国实验方剂学杂志, 2008, 14(10):26.
- [3] 王瑞娜, 唐茜, 何凤发. 药用白术的药理作用及其综合开发利用[J]. 安徽农业科学, 2010, 38(11):5610.
- [4] 宿廷敏, 王敏娟, 阮时宝. 白术的化学成分及药理作用研究概述[J]. 贵阳学院学报: 自然科学版, 2008, 3(2):32.
- [5] Endo K, Toguchi T, Toguchi F, et al. Antiinflammatory principles of *Atractylodes rhizomes* [J]. Chem Pharm Bull, 1979(27):2954.
- [6] 阎克里, 朱秀卿, 王莉. HPLC法同时测定白术挥发油中5种抗肿瘤成分含量[J]. 药物分析杂志, 2011, 31(6):1106.
- [7] 龚千锋. 中药炮制学[M]. 北京: 中国中医药出版社, 2004.
- [8] 杨娥, 钟艳梅, 冯毅凡. 白术化学成分和药理作用的研究进展[J]. 广东药学院学报, 2012, 28(2):218.
- [9] 李伟, 文红梅, 崔小兵, 等. 白术的炮制机理及其倍半萜成分转化的研究[J]. 中国中药杂志, 2006, 31(19):1600.
- [10] 郝延军. 白术的炮制原理研究[D]. 沈阳: 辽宁中医药大学, 2006.

[责任编辑 顾雪竹]

the experimental basis for the formulation of quality standards of *A. crispa*. **Method:** Qualitative identification was made by characteristics of material medica, microscopic features and TLC. Moisture, total ash, acid-insoluble ash, and content of extract were determined with reference to the method in Chinese Pharmacopeia (2010 edition). The content of bergenin and ardisiacrispin A was determined by HPLC-ELSD. **Result:** Above mentioned method showed a strong specificity, the average content of water, total ash, acid-insoluble ash, alcohol-soluble extracts, bergenin and ardisiacrispin A from 12 batches of sample was 10.8%, 2.5%, 0.6%, 17.8%, 0.14%, 0.28%. The method of quality control was established by according to the results of this experimental. **Conclusion:** This method is simple, rapid and reliable, suitable for the quality control of the drug. The method were establishment to control the quality of *A. crispa*.

[**Key words**] *Ardisia crispa*; microscopic features; TLC; HPLC

竹叶风系紫金牛科紫金牛属植物百两金的全株,我国主要分布于长江流域以南各省区^[1],广西金秀、恭城、全州等瑶族地区均有分布。竹叶风为广西瑶族民间常用药材,属于瑶药“老班药”中“七十二风”药材之一,亦称斩龙剑、抵解、麻里麻、破凉散、竹叶马胎、百两金、竹叶胎、蛇连天、大罗伞^[2-4]。本品具有清热利咽、祛痰利湿、活血解毒、消肿止痛、舒筋活络等功效,广西瑶族民间习用以治疗咽喉肿痛、扁桃腺炎、肺结核咳嗽、内伤瘀积、风湿痹痛、闭经、产后瘀滞腹痛、肾炎水肿、跌打损伤、蛇伤、疥癣等^[2,4]。竹叶风具有抗炎抑菌、抗病毒、解热、抗生育和抗肿瘤等作用^[5-7],主要含生物碱、岩白菜素、紫金牛酸、百两金皂苷 A, B, C、环状缩合肽 FR900359、汉黄芩素、千层纸素、汉黄芩苷、黄芩苷、异安五脂素、 α -菠甾醇等成分^[6-10]。其中岩白菜素早已证实为紫金牛属植物的主要有效成分,具有止咳平喘、抗菌、抗炎、抗病毒、提高免疫力和护肝作用^[11-12],特别是其抗艾滋病毒(HIV)作用更显示出其药用价值^[13];百两金皂苷 A 能诱导多种肿瘤细胞凋亡,具有抗癌活性^[14-18],并具有子宫收缩作用^[6]。迄今有关竹叶风药材的研究报道,主要集中在药理、化学成分和细胞毒活性等方面^[5-7,9-10],而对该药材质量控制方法的研究尚未见报道。目前《中国药典》和地方药材标准均未记载竹叶风药材,使该药材处于无标准状态中,严重影响了该药材临床用药和生产的安全有效。为确保该药材质量可控,促进瑶药进一步开发利用,本文采集或收集 12 批竹叶风样品,首次对竹叶风药材性状、显微、检查(水分、总灰分和酸不溶性灰分)、浸出物等项目进行研究,并以岩白菜素和百两金皂苷 A 作为指标,建立该药材含量测定方法。

1 材料

1.1 仪器 Nikon Eclipse8oi 型光学显微镜(日本

尼康公司),Waters 2695 型高效液相色谱仪(四元泵,Empower 色谱工作站,美国沃特斯公司),Alltech ELSD 2000 ES 型蒸发光散射检测器(美国奥泰科技公司),XWK-3A 型空气泵(天津华生分析仪器厂),AS7240BT 型超声波清洗器(天津奥特赛恩斯仪器有限公司),XP26 型微量电子分析天平和 XS205 型电子分析天平(均为瑞士梅特勒公司)。

1.2 试药 12 批竹叶风药材为野外采集或购买,见表 1。其中 3 号和 5 号样品的对应腊叶标本经广西植物研究所韦发南研究员和广西食品药品检验所黄燮才主任药师鉴定,确定为紫金牛科植物百两金 *Ardisia crispa* (Thunb.) A. DC.; 岩白菜素对照品(中国食品药品检定研究院,批号 111532-200202),百两金皂苷 A 对照品(成都曼思特生物科技有限公司批号 MUST-12090902,含量 $\geq 98\%$);硅胶 H 薄层板(青岛海洋化工厂分厂,批号 20110408;烟台化工研究所,批号 20120524),流动相所用甲醇为色谱纯(美国 Fisher 公司),水为超纯水,其余试剂均为分析纯。

表 1 竹叶风药材来源情况

No.	采集地点	采集或收集时间
1	恭城县莲花乡	2012-07
2	全州市石塘镇(购买)	2012-07
3	金秀县金秀镇林海公园	2012-10
4	全州市东山镇	2012-10
5	金秀县金秀镇美村屯	2012-10
6	金秀县长垌乡	2013-06
7	金秀县金秀镇金田村	2013-06
8	武鸣县大明山	2013-07
9	金秀县金秀镇莲花山	2013-07
10	金秀县金秀镇罗汉山	2013-07
11	玉林市药市(购买)	2013-07
12	南宁市个体药商(购买)	2013-07

2 方法与结果

2.1 性状 根呈圆柱形,略弯曲,直径0.2~1.0 cm,表面灰棕色或棕褐色,具纵皱纹及圆点状须根痕。质坚韧,易折断,断面木部与皮部易分离,皮部厚,散在深棕色小点(朱砂点),木部有致密放射状纹理。根茎略膨大。茎呈圆柱形,直径0.2~1.0 cm,表面红棕色或灰绿色,有细纵纹、叶痕及节,易折断,叶互生,叶片略卷曲或破碎,完整者展平后呈椭圆状披针形或狭长圆状披针形,长7~16 cm,宽1.5~3 cm;墨绿色或棕褐色,先端尖,基部楔形,具明显的边缘腺点,背面具细鳞片,叶柄长5~8 cm。有时可见亚伞形花序,着生于侧生特殊花枝顶端,茎顶偶有球形核果。气微,味微苦、辛。见图1。



图1 竹叶风药材

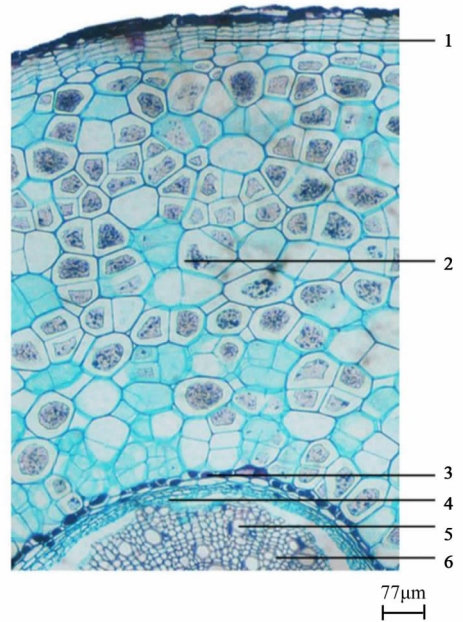
2.2 显微鉴别

2.2.1 横切面特征 根横切面:木栓层细胞5~10列,排列紧密。皮层宽,细胞内可见大量后含物。内皮层明显。韧皮部窄。木质部较宽,导管呈放射状排列。见图2。

茎横切面:木栓层细胞数列,排列紧密。皮层宽,可见分泌腔散在。韧皮部窄。形成层不明显。木质部宽,导管呈径向排列。中央为宽广的髓部,可见分泌腔散在,薄壁细胞中可见草酸钙簇晶。见图3。

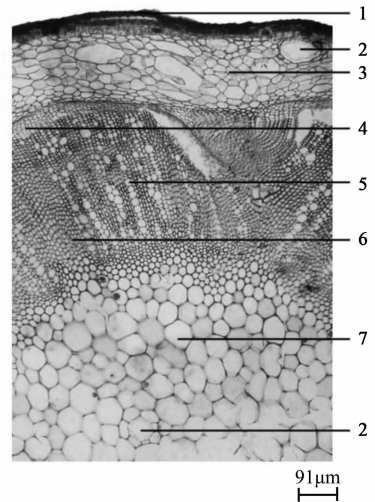
叶横切面:上下表皮细胞1列,长圆形。栅栏组织细胞1列,不通过主脉,圆柱形。海绵组织细胞排列疏松。中脉可见分泌腔,中脉维管束外韧型,木质部导管放射状排列,韧皮部较窄;中脉上、下表皮内侧具数列厚角组织细胞。见图4。

2.2.2 粉末特征 粉末灰白色。淀粉粒多见,单粒或复粒(2~3粒组成),直径15~40 μm,脐点点状或人字形。分泌腔类圆形,内含棕色物质。草酸钙簇晶多见,散在或存在于薄壁细胞中,直径28~50 μm。纤维单个散在或成束,沟纹明显。具缘纹孔导管和螺纹导管,直径14~76 μm。石细胞多单个散在,沟纹明显,直径45~69 μm。气孔不定式,副卫



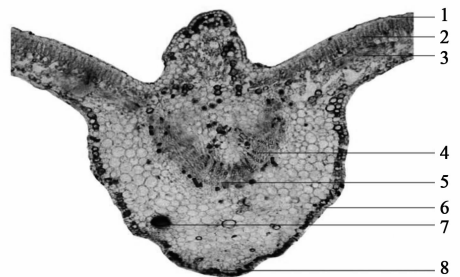
1. 木栓层;2. 皮层;3. 内皮层;4. 韧皮部;5. 导管;6. 木质部

图2 竹叶风根横切面显微图



1. 木栓层;2. 分泌腔;3. 皮层;4. 韧皮部;
5. 导管;6. 木质部;7. 髓部

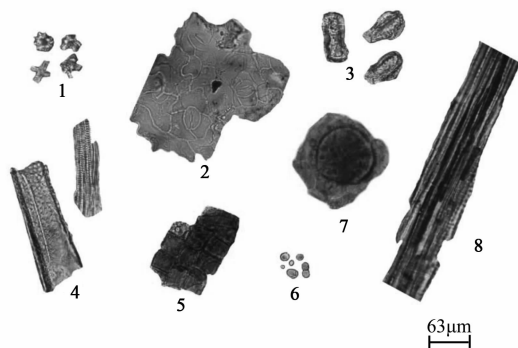
图3 竹叶风茎横切面显微图



1. 上表皮;2. 栅栏组织;3. 海绵组织;4. 木质部;
5. 韧皮部;6. 下表皮;7. 分泌腔;8. 厚角组织

图4 竹叶风叶横切面显微图

细胞 2~4 个。木栓细胞类方形,棕色。见图 5。



1. 簇晶;2. 气孔;3. 石细胞;4. 导管;
5. 木栓细胞;6. 淀粉粒;7. 分泌腔;8. 纤维

图 5 竹叶风粉末显微图

2.3 TLC 鉴别

2.3.1 岩白菜素特征斑点的鉴别 分别取 12 批样品粉末各 0.5 g,加 75% 甲醇 20 mL,超声 20 min,放冷,滤过,滤液蒸干,加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液;取岩白菜素对照品,加 75% 甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2010 年版一部附录 VI B)试验,吸取 12 批供试品溶液 2~5 μL、对照品溶液 5 μL,分别点于同一硅胶 H 薄层板上,以三氯甲烷-乙酸丁酯-甲醇-甲酸(5:2:2:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以新鲜配制的 1% 铁氰化钾溶液-2% 三氯化铁乙醇溶液(1:1)。结果 12 批供试品色谱中,在与岩白菜素对照品色谱相应的位置上,日光下均显相同蓝色斑点,且 TLC 分离效果好,斑点集中清晰。

2.3.2 竹叶风对照药材和百两金皂苷 A 特征斑点的鉴别 取百两金皂苷 A 对照品,加 75% 甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2010 年版一部附录 VI B)试验,吸取上述 2.3.1 项下的 12 批供试品溶液(包括对照药材)2~5 μL、对照品溶液 5 μL,分别点于同一硅胶 H 薄层板上,以正丁醇-冰醋酸-水(3:1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10% 硫酸乙醇溶液,105 ℃ 加热至斑点显色清晰。结果 11 批样品供试品色谱中,在与百两金皂苷 A 对照品和对照药材色谱相应的位置上,日光下均显相同紫红色、淡橙色斑点;紫外光灯(365 nm)下均显相同橙色、淡橙色荧光斑点,且 TLC 分离效果好,斑点集中清晰。

2.3.3 耐用性试验 采用上述 2.3.1 和 2.3.2 方法分别对不同品牌预制板(青岛海洋化工厂提供,批号 20110408;烟台市化工研究所提供,批号 20120524)、不同温度(8,30 ℃)、不同湿度(相对湿

度 50%,88%)和不同点样方式(点状和条带状点样)进行考察。结果本方法对上述因素条件的耐用性均良好。

2.4 检查 取 12 批样品,分别照《中国药典》2010 年版一部附录 IX H 第一法和 K 法进行水分、总灰分和酸不溶性灰分测定。结果见表 2。

2.5 浸出物 取 12 批样品,分别照醇溶性浸出物测定法(《中国药典》2010 年版一部附录 X A)项下的热浸法,用 70% 乙醇作为溶剂进行测定。结果见表 2。

表 2 12 批样品水分、总灰分、酸不溶性灰分和浸出物测定 %

No.	水分	总灰分	酸不溶性灰分	浸出物
1	10.6	2.3	0.9	24.3
2	11.4	2.1	0.7	9.6
3	11.4	2.1	0.5	16.8
4	10.4	2.9	1.3	20.9
5	10.7	2.2	0.9	19.1
6	11.2	2.6	1.0	20.2
7	10.6	3.1	0.4	24.9
8	11.4	2.3	0.5	14.8
9	10.4	2.2	0.1	19.9
10	9.3	2.6	0.2	15.3
11	11.8	3.9	0.3	19.1
12	10.5	1.7	0.5	8.5

2.6 含量测定

2.6.1 溶液制备 精密称取岩白菜素和百两金皂苷 A 对照品适量,加 75% 甲醇制成每 1 mL 含岩白菜素 80 μg、百两金皂苷 A 250 μg 的混合对照品溶液,取药材粉末(过四号筛)0.5 g,精密称定,精密加入 75% 甲醇 25 mL,称定质量,超声处理(功率 240 W,频率 33 kHz)20 min;再称定质量,用 75% 甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,精密量取续滤液 15 mL,蒸干,残渣加 75% 甲醇溶解,移置 5 mL 量瓶中,作为供试品溶液;75% 甲醇作为阴性对照溶液。

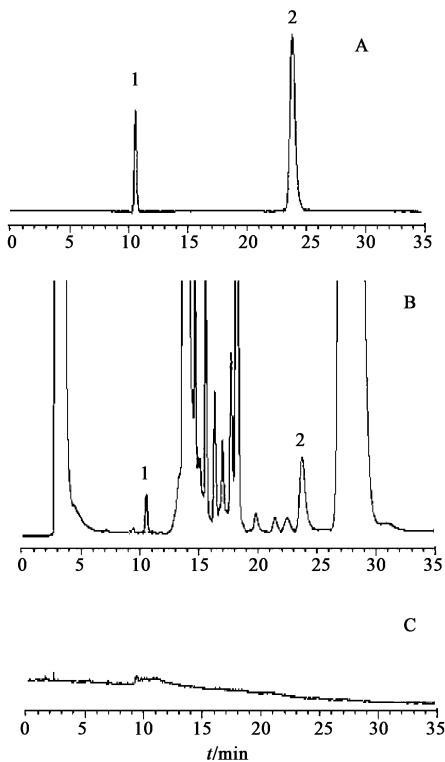
2.6.2 色谱条件及系统适用性试验 Kromasil C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μm),柱温 35 ℃;流动相甲醇(A)-水(B),按表 3 进行梯度洗脱,流速 0.8 mL·min⁻¹;用蒸发光散射检测器(ELSD)检测,漂移管温度 105 ℃,气体流量 2.5 L·min⁻¹,放大倍数 2。进样量为对照品溶液 5,20 μL,供试品溶液 5~20 μL。

分别取岩白菜素和百两金皂苷 A 混合对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液各 20 μL 进样测

表 3 流动相梯度洗脱程序

t/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0~8	18~30	82~70
8~10	30~70	70~30
10~27	70~55	30~45
27~35	55~18	45~82

定。结果供试品色谱中均有与岩白菜素和百两金皂苷 A 保留时间相同的吸收峰,阴性对照品溶液的色谱图则无此吸收峰,且岩白菜素和百两金皂苷 A 峰均可达到基线分离,分离度均 > 1.5,两者理论板数均在 2 000 以上。说明本方法测定岩白菜素和百两金皂苷 A 含量专属性强,无阴性干扰。见图 6。



1. 岩白菜素; 2. 百两金皂苷 A

图 6 混合对照品 (A)、瑶药竹叶风供试液 (B)、
阴性对照液 (C) HPLC 图

2.6.3 方法学考察 线性关系考察:精密称取岩白菜素对照品 10.05 mg 置 50 mL 量瓶中,加 75% 甲醇至定容刻度,摇匀;精密称取百两金皂苷 A 对照品 15.81 mg 置 25 mL 量瓶中,加 75% 甲醇至刻度,摇匀。分别精密吸取上述两种对照品溶液各 0.4, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL 置同一 10 mL 量瓶中,加 75% 甲醇定容至刻度,摇匀,作为不同浓度的混合对照品溶液。将上述对照品溶液照分别进样 20 μ L, 以对照品的进样量 (μ g) 为横坐标,峰面积积分值的对数为纵坐标,绘制标准曲线。结果岩白菜素回归

方程为 $Y = 1.650X + 5.980$ ($r = 0.9995$),进样量在 0.1608 ~ 2.01 μ g 与峰面积的对数呈良好线性关系;百两金皂苷 A 回归方程为 $Y = 1.560X + 5.940$ ($r = 0.9997$),进样量在 0.5058 ~ 6.323 μ g 与峰面积的对数呈良好线性关系。

精密度的试验:取同一份供试品溶液(5号),照 2.6.2 色谱条件,连续进样测定 6 次。结果 6 次测定的岩白菜素峰面积平均值为 869 960, RSD 2.2%; 百两金皂苷 A 峰面积平均值 RSD 1.8%。表明本方法重复性良好。

重复性试验:取同一批样品(5号)粉末,照 2.6.1 方法平行制备 6 份供试品溶液,分别测定并计算平均回收率和 RSD。结果 6 份样品测得岩白菜素含量平均值为 0.078%, RSD 1.3%; 百两金皂苷 A 含量平均值为 0.305%, RSD 1.7%,表明本方法重复性良好。

稳定性试验:取同一份供试品溶液(5号),照 2.6.2 色谱条件,分别于 0, 2, 4, 6, 8, 12, 24 h 进样测定。结果 24 h 内各次测得的岩白菜素含量的 RSD 0.7%; 百两金皂苷 A 含量的 RSD 2.5%,说明供试品溶液中岩白菜素和百两金皂苷 A 的含量在 24 h 内基本稳定。

回收率试验:精密称取岩白菜素对照品 10.10 mg 置 25 mL 量瓶中,加 75% 甲醇至刻度,摇匀;另精密称取百两金皂苷 A 对照品 12.64 mg,置 25 mL 量瓶中,加 75% 甲醇至刻度,摇匀。分别精密吸取上述岩白菜素对照品溶液 4 mL、百两金皂苷 A 对照品溶液 15 mL 置同一 250 mL 量瓶中,加 75% 甲醇至刻度,摇匀,作为混合对照品溶液。

分别取已知含量的同一样品(5号)粉末约 0.25 g 共 6 份,精密称定,各加上上述岩白菜素和百两金皂苷 A 混合对照品溶液 25 mL,照 2.6.1 方法制备供试品溶液,测定并计算平均回收率及 RSD,结果见表 4, 5。

表 4 岩白菜素加样回收率试验 ($n = 6$)

No.	称样量 /g	样品中含量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	0.223 4	0.175 1	0.342 4	103.5		
2	0.223 8	0.175 4	0.341 6	102.8		
3	0.224 1	0.175 6	0.344 0	104.2		
4	0.223 9	0.175 5	0.341 7	102.9	103.2	1.7
5	0.223 4	0.175 1	0.345 6	105.5		
6	0.223 6	0.175 3	0.337 3	100.3		

注:称样量按药材干燥品计算,岩白菜素加入量均为 0.1616 mg。

表5 百两金皂苷A加样回收率试验(n=6)

No.	称样量 /g	样品中 含量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均 回收率 /%	RSD /%
1	0.223 4	0.682 2	1.416 4	96.8	98.0	1.0
2	0.223 8	0.683 3	1.422 1	97.4		
3	0.224 1	0.684 1	1.427 8	98.1		
4	0.223 9	0.683 6	1.432 0	98.7		
5	0.223 4	0.682 0	1.421 9	97.6		
6	0.223 6	0.682 8	1.437 1	99.5		

注:称样量按药材干燥品计算,百两金皂苷A加入量均为0.758 4 mg。

耐用性试验:①色谱柱的考察:分别采用Kromasil C₁₈ 100A柱、Diamonsil C₁₈柱和Agilent Eclipse XDB-C₁₈柱等3根不同品牌色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μm),测定同一供试品溶液(5号)中岩白菜素和百两金皂苷A的含量。结果3根色谱柱测定岩白菜素平均值为0.078%,RSD 1.2%;百两金皂苷A含量平均值为0.27%,RSD 3.0%。

②色谱仪的考察:分别采用Waters2695和岛津LC-20AT两台不同品牌的色谱仪,测定同一供试品溶液(5号)中岩白菜素和百两金皂苷A的含量。结果两台色谱仪测定岩白菜素平均值为0.074%,RSD 0.04%;百两金皂苷A含量平均值为0.26%,RSD 0.1%。

2.6.4 样品测定 分别取岩白菜素对照品、百两金皂苷A对照品及12批样品,照2.6.1方法制备对照品溶液和供试品溶液,照2.6.2色谱条件测定样品中岩白菜素和百两金皂苷A的峰面积,以外标两点法对数方程计算其含量。结果见表6。

表6 12批竹叶风样品中2种成分含量测定(n=3) %

No.	岩白菜素	百两金皂苷A	No.	岩白菜素	百两金皂苷A
1	0.30	0.31	7	0.06	0.17
2	0.08	0.25	8	0.12	0.15
3	0.04	0.28	9	0.04	0.10
4	0.23	0.44	10	0.24	0.41
5	0.08	0.28	11	0.24	0.30
6	0.04	0.17	12	0.25	0.48

注:含量按药材干燥品计算。

3 讨论

本品主要性状特征为:根皮部厚,散在深棕色小点(朱砂点),木部有致密放射状纹理;完整叶展平后呈椭圆状披针形或狭长圆状披针形,具明显的边缘腺点,背面具细鳞片。显微鉴别要点:根横切面皮

层宽广,占横切面的大部分,导管呈放射状排列;茎横切面髓部薄壁细胞中可见草酸钙簇晶;叶横切面中脉维管束外韧型;茎皮层和髓部、叶中脉、粉末中均可见分泌腔;粉末气孔不定式,副卫细胞2~4个。

TLC鉴别中,以岩白菜素作为对照时,展开剂比较了三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇(5:4:2)、三氯甲烷-乙酸丁酯-甲醇-甲酸(5:4:1:0.5)、三氯甲烷-乙酸丁酯-甲醇-甲酸(5:2:2:1)等展开系统,显色剂比较了新鲜配制的1%铁氰化钾溶液-2%三氯化铁乙醇溶液(1:1)、新鲜配制的1%铁氰化钾溶液-1%三氯化铁乙醇溶液(1:1)、新鲜配制的1%铁氰化钾溶液-2%三氯化铁水溶液(1:1)。结果表明,以三氯甲烷-乙酸丁酯-甲醇-甲酸(5:2:2:1)作为展开剂、新鲜配制的1%铁氰化钾溶液-2%三氯化铁乙醇溶液(1:1)作为显色剂,色谱效果较好,显色清晰;以百两金皂苷A对照时,展开剂比较了正丁醇-冰醋酸-水(4:1:5)的上层溶液、正丁醇-冰醋酸-水(3:1:1)、正丁醇-乙酸乙酯-水(4:1:5)的上层溶液、等展开系统,显色剂比较了10%硫酸乙醇溶液、5%磷钼酸溶液、5%香草醛浓硫酸溶液等,结果表明,以正丁醇-冰醋酸-水(3:1:1)作为展开剂、10%硫酸乙醇溶液作为显色剂,层析效果较好,显色清晰,故在TLC鉴别中分别采用之。

由表2可知,12批样品水分为9.3%~11.8%,平均为10.8%;总灰分为1.7%~3.9%,平均为2.5%;酸不溶性灰分为0.1%~1.3%,平均为0.6%;浸出物为8.5%~24.9%,平均为17.8%。考虑到南方气候较为湿润及药材来源的差异,建议该药材暂定水分为不得过15.0%,总灰分为不得过5.0%,酸不溶性灰分为不得过2.0%,醇溶性浸出物不得少于7.0%。

曾分别对岩白菜素甲醇溶液和百两金皂苷A甲醇溶液在190~400 nm进行光谱扫描,结果表明,岩白菜素在波长为275 nm、百两金皂苷A在波长为203 nm分别具有最大吸收峰。百两金皂苷A属于紫外末端吸收,如采用紫外检测器检测噪音干扰较大,故本方法采用蒸发光散射检测器进行检测;供试品溶液的制备曾分别采用75%甲醇和75%乙醇两种溶剂对加热回流和超声两种提取方法进行考察,结果表明,甲醇超声提取的方法岩白菜素和百两金皂苷A的得率较高,故初步选择甲醇超声方法作为供试液制备方法。在此基础上,进一步采用正交试验方法,对药材破碎度、甲醇浓度、超声提取时间等三因素三水平进行考察,根据试验结果,确定本品供

试品溶液的制备方法为药材过四号筛的粉末,甲醇浓度为75%,超声提取20 min;由表6可知,12批样品以药材干燥品计算,岩白菜素含量为0.04%~0.30%,平均为0.14%,百两金皂苷A含量为0.10%~0.48%,平均为0.28%。考虑药材来源差异情况,建议该药材含量限度拟订为本品按干燥品计算,岩白菜素不得少于0.030%,百两金皂苷A不得少于0.090%。

[参考文献]

[1] 中国科学院《中国植物志》编辑委员会. 中国植物志. 58卷[M]. 北京:科学出版社,1979:77.

[2] 戴斌. 中国现代瑶药[M]. 南宁:广西科学技术出版社,2009:175.

[3] 广西壮族自治区中医药研究所. 广西药用植物名录[M]. 南宁:广西人民出版社,1986:348.

[4] 广西壮族自治区革命委员会卫生局. 广西本草选编. 上册[M]. 南宁:广西人民出版社,1974:810.

[5] 刘文江,段青宏,檀密艳,等. 中药百两金的药理作用研究[J]. 中草药,1986,17(9):21.

[6] Chaweewan Jansakkul, Herbert Baumann, Lennart Kenne, et al. Ardisiacrispin A and B, two utero-contracting saponins from *Ardisia crispa* [J]. *Planta Med*,1987,53(5):405.

[7] 黄伟,谭桂山,徐康平,等. 百两金细胞毒活性成分研究[J]. 天然产物研究与开发,2010,22(6):949.

[8] 中国医学科学院药物研究所. 中草药有效成分的研究. 第一分册[M]. 北京:人民卫生出版社,1972:426.

[9] 黄伟,徐康平,李福双,等. 百两金根中的一个新皂苷

[J]. 有机化学,2009,29(10):1564.

[10] 张嫩玲,胡江苗,周俊. 百两金的化学成分[J]. 天然产物研究与开发,2010,22(4):587.

[11] 董成梅,杨丽川,邹澄,等. 岩白菜素的研究进展[J]. 昆明医学院学报,2012,33(1):150.

[12] 叶君勇,徐燕云,吴晓梅. 紫金牛属植物岩白菜素研究现状及开发利用[J]. 安徽农学通报,2009,15(21):160.

[13] Piacente S, Pizza C, Tommasi N D. Constituents of *Ardisia japonica* and their *in vitro* anti-HIV activity[J]. *J Nat Prod*,1996(59):565.

[14] Galanty A, Michalik M, Sedek L, et al. The influence of LTS-4, a saponoside from *Lysimachia thyrsoiflora* L, on human skin fibroblasts and human melanoma cells[J]. *Cell mol boil lett*,2008,13(4):585.

[15] Tang H F, Yun J, Lin H W, et al. Two new triterpenoid saponins cytotoxic to human glioblastoma U251MG cells from *Ardisia pusilla* [J]. *Chem Biodivers*, 2009, 6(9):1443.

[16] Zhang D M, Wang Y, Tang M K, et al. Saxifragifolin B from *Androsace umbellata* induced apoptosis on human hepatoma cells [J]. *Biochem Biophys Res Commun*, 2007,362(3):759.

[17] Bloor S J, Qi L. Cytotoxic saponins from New Zealand *Myrsine* species[J]. *J Nat Prod*,1994,57(10):1354.

[18] 魏少萌,李敏,刘岱琳,等. 三萜皂苷混合物(A+B)对人白血病HL-60细胞的增值抑制作用及机制探讨[J]. 中国药理学通报,2007,23(5):586.

[责任编辑 顾雪竹]

欢迎订阅 2014 年《中国中医药信息杂志》

《中国中医药信息杂志》是由国家中医药管理局主管、中国中医科学院中医药信息研究所主办的中医药学术期刊。1994年创刊,2002年,被中国科学技术信息研究所的“中国科技论文统计源期刊”收录,成为中国科技核心期刊。随着期刊影响力的不断提升,已相继被《中国科学引文数据库》、波兰《哥白尼索引》、美国《化学文摘》、美国《乌利希期刊指南》、《世界卫生组织西太平洋地区医学索引》及英国《农业与生物科学研究中心文摘》、英国《全球健康》等知名检索系统收录。

本刊是中医药行业一本独具特色的学术期刊,其内容较全面地反映了我国中医药发展水平。主要栏目有:中医动态、专题论坛、改革与管理、中医药信息学、流行病学调查、临床论著、实验研究、中药研究与开发、临床报道、专家经验、临证心得、思路与方法、中医教育、医院药学、综述等。

本刊为月刊,大16开国际开本,136页,国内外公开发行,每册定价10元,全年120元。国内邮发代号:82-670;国外代号:M4564。也可直接汇款至本刊编辑部订阅。地址:北京市东直门内南小街16号《中国中医药信息杂志》编辑部,邮编:100700,电话:010-64014411-3278, E-mail:Lxx@mail.cintcm.ac.cn。