

## 盾叶薯蓣质量标准

谢彩侠,胡亚楠,左春芳,白雁\*,雷敬卫,王星  
(河南中医学院,郑州 450046)

**[摘要]** 目的:初步制定河南产区盾叶薯蓣的质量标准。方法:在对盾叶薯蓣进行性状、显微及薄层鉴别的基础上,参照 2010 年版《中国药典》(一部)中方法测定水分、总灰分、酸不溶性灰分及醇浸出物含量,并利用高效液相色谱法测定薯蓣皂苷元与伪原薯蓣皂苷的含量。结果:河南产区盾叶薯蓣水分应不超过 7%;总灰分不高于 8%;酸不溶性灰分不得高于 2%;醇溶性浸出物含量不得低于 16%;盾叶薯蓣药材薯蓣皂苷元含量不得低于 1%;伪原薯蓣皂苷含量不得低于 0.4%。结论:方法简便、准确,建立和完善了盾叶薯蓣的质量标准。

**[关键词]** 盾叶薯蓣;质量标准;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(2013)21-0109-05

**[doi]** 10.11653/syfy2013210109

## Quality Standard of *Dioscorea zingiberensis*

XIE Cai-xia, HU Ya-nan, ZUO Chun-fang, BAI Yan\*, LEI Jing-wei, WANG Xing  
(Henan College of Traditional Chinese Medicine, Zhengzhou 450046, China)

**[Abstract]** **Objective:** To set up the quality standards of *Dioscorea zingiberensis* in Henan area preliminary. **Method:** On the basis of discrimination in Characters, microscopic and TLC, the content of water, total ash, acid insoluble ash and alcohol soluble extractive were determined According to the method in the Chinese Pharmacopoeia (edition 2010), and the content of diosgenin and pseudoprodioscin was determined by HPLC. **Result:** The moisture in *Dioscorea zingiberensis* should be no more than 7%; the total ash should be within 8%; the acid-insoluble ash should not be higher than 2%; alcohol soluble extractive should not be lower than 16%. The content of diosgenin should not be lower than 1%, and the content of pseudoprodioscin should be higher than 0.4%. **Conclusion:** The study provide the reference basis for making and perfecting the quality standards system of *D. zingiberensis*.

**[Key words]** *Dioscorea zingiberensis*; quality standard; HPLC

盾叶薯蓣,又名黄姜,火头根,是薯蓣科植物盾叶薯蓣的根茎。其根茎中含有大量的皂苷类成分,主要成分为薯蓣皂苷元(diosgenin)。薯蓣皂苷元是合成多种甾体激素类和避孕类药物的重要原料,可

以合成黄体酮、双烯醇酮醋酸酯、强的松、可的松等药物,也可用于抗肿瘤、治疗心血管病等<sup>[1]</sup>,产品供不应求,被《中国药典》(2000年版)收载。经研究实验表明,盾叶薯蓣其根茎中还含有伪原薯蓣皂苷,其含量较高,且具有较好的心脑血管活性,2010年版《中国药典》已将伪原薯蓣皂苷作为黄山药和地奥心血康的指标性成分。盾叶薯蓣作为甾体激素类药物的原料药及临床用药,用途极为广泛,目前已在河南、湖北、湖南等地区实现了大面积栽培。由于盾叶薯蓣为多年生草本植物,影响其质量的因素较多,但盾叶薯蓣缺乏完善的质量控制体系。为此,本研究以“河南产区盾叶薯蓣”为研究对象,在对盾叶薯蓣进行了显微鉴别及薄层鉴别的基础上,检查了盾

**[收稿日期]** 20130325(019)

**[基金项目]** 河南省高等学校青年骨干教师项目(2010GGJS-134);河南省教育厅科学技术重点研究项目(13A360584)

**[第一作者]** 谢彩侠,博士,副教授,从事中药质量控制研究, Tel:13673651577, E-mail:nanyang\_xcx@163.com

**[通讯作者]** \*白雁,教授,从事现代仪器分析在中药质量评价研究中的应用研究, Tel:0371-65962967, E-mail:white\_yan@hotmail.com.cn

叶薯蓣药材中水分、总灰分、酸不溶性灰分、醇浸出物等含量,同时,选取薯蓣皂苷元和伪原薯蓣皂苷作为盾叶薯蓣药材的指标性成分进行含量测定,初步制定河南产地盾叶薯蓣药材质量标准,为控制盾叶薯蓣药材质量提供依据。

### 1 材料

Agilent 1200 series 型高效液相色谱仪(配有 DAD 检测器、Alltech ELSD 2000 ES 蒸发光检测器),KQ-700DB 型数控超声波清洗器(频率 25 kHz,功率 700 W,昆山超声仪器有限公司),HHS-6 型水浴锅(江苏省金坛市医疗仪器厂),FA2004A 型电子分析天平(上海精天电子仪器有限公司),RT-01 型粉碎机(浙江温岭市大海药材器械厂),薄层硅胶 G 板,XS-200 型光学显微镜(南京江南光电股份有限公司),Canon PowerShot A620 数码相机。

薯蓣皂苷元对照品(批号 512-04-9,成都曼斯特生物科技有限公司),伪原薯蓣皂苷对照品(批号 111855-201001,中国药品生物制品检定所),乙腈为色谱纯(美国 TEDIA 公司),水为双蒸水,甲醇、乙醇均为分析纯。药材为 2010 年 12 月、2011 年 1 月采自河南西峡、淅川、内乡不同年生及不同生长环境的盾叶薯蓣 12 份,并经河南中医学院中药鉴定教研室主任陈随清教授鉴定为薯蓣科植物盾叶薯蓣 *Dioscorea zingibersis* C. H. Wright 的根茎。

## 2 方法与结果

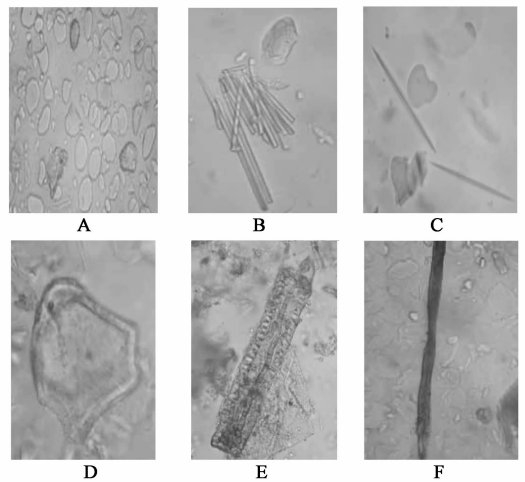
### 2.1 鉴别

**2.1.1 盾叶薯蓣药材性状** 根茎类圆柱形,常具不规则分枝,分枝长短不一,直径 1.5 ~ 3 cm,表面棕褐色或灰棕色,粗糙,有明显纵皱纹和白色圆点状根痕,有散布须根。质较硬,粉质,断面类黄色,形成层环纹成椭圆形,气微,味苦。

**2.1.2 盾叶薯蓣药材显微鉴别**<sup>[2-3]</sup> 取一定量的样品,粉碎,过 40 目筛。根据相关文献,本实验分别制作了甘油-醋酸-水(1:1:1)封片、水合氯醛透化片、水玻片,在显微镜下进行观察。经显微观察,甘油-醋酸-水(1:1:1)封片和水玻片在视野下比较模糊,很难准确的辨认盾叶薯蓣中的特征细胞,而水合氯醛透化片,在视野下十分清晰,细胞特征明显,易于辨认。

粉末呈灰黄色,显微镜下淀粉粒甚多,以单粒为主,椭圆形、类圆形、扁卵形或肾形,直径 5 ~ 32 μm,脐点点状、人字状、长缝状或短缝状,层纹不明显。石细胞少数,单个存在,呈类长方形、类圆形、类方形、多角形、马蹄形,直径 50 ~ 110 μm,壁厚者层纹

明显。草酸钙针晶成束存在,也有少数针晶散在,针晶束长 50 ~ 140 μm。导管为具缘纹孔导管或孔纹导管,也有少数螺旋纹导管,一般直径为 25 ~ 80 μm。纤维少数,细长。主要特征细胞见图 1 所示。

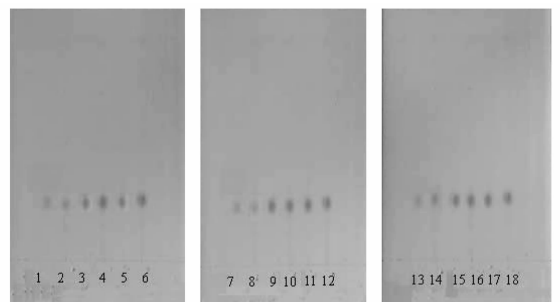


A. 淀粉粒;B. 草酸钙簇晶;C. 草酸钙针晶;  
D. 石细胞;E. 导管;F. 纤维

图 1 盾叶薯蓣粉末显微特征

### 2.1.3 盾叶薯蓣药材薄层鉴别<sup>[4]</sup>

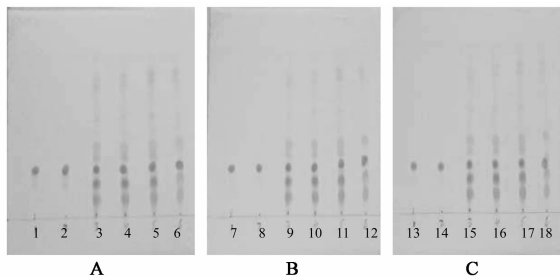
**2.1.3.1 薯蓣皂苷元** 精确称取盾叶薯蓣粉末 0.5 g,置三角瓶中,加 2.0 mol·L<sup>-1</sup>的硫酸 50 mL,超声 20 min 后在 100 °C 水浴锅中水解 4 h,放冷过滤,药渣用蒸馏水洗至中性,60 °C 干燥后,用石油醚(60 ~ 90 °C)50 mL 在 90 °C 水浴中索氏提取 5 h,提取液回收至干后,用 10 mL 无水乙醇溶解,作为供试品溶液。吸取上述溶液 2 μL,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,采用薄层层析的方法,以石油醚-氯仿-甲醇(10:10:0.5)为展开剂展开,展开方式为上行展开,展距为 8 cm,取出,晾干,喷以 10% 的浓硫酸乙醇溶液,105 °C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显示相同颜色的斑点。薄层色谱图见图 2。



1,2,7,8,13,14. 标品;3,4,5,6,  
9,10,11,12,15,16,17,18. 样品

图 2 薯蓣皂苷元的薄层色谱

**2.1.3.2 伪原薯蓣皂苷** 取药材粉末2 g,加甲醇25 mL,超声溶解30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇溶解,作为供试品溶液。另取伪原薯蓣对照品,加甲醇制成1 g·L<sup>-1</sup>的溶液,作为对照品溶液。吸取上述溶液2 μL,分别点于同一硅胶薄层板上,以氯仿-甲醇-水(75:35:4)为展开剂展开,展开方式为上行展开,展距为8 cm,取出,晾干,喷以10%的浓硫酸乙醇溶液,105 ℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显示相同颜色的斑点。薄层色谱图见图3。



1,2,7,8,13,14. 标品;3,4,5,6,9,10,11,12,15,16,17,18. 样品

图3 伪原薯蓣皂苷的薄层鉴别

**2.2 盾叶薯蓣药材水分测定**<sup>[5]</sup> 按照2010年版《中国药典》一部附录IX H水分测定法中第一法(烘干法)进行测定。称取12个不同来源的盾叶薯蓣药材粉末(过40目筛)2~5 g,平铺于干燥至恒重的扁形称量瓶中,厚度不超过5 mm,精密称定,打开瓶盖在100~105 ℃干燥5 h,将瓶盖盖好,移置干燥器中,冷却30 min,精密称定,再在上述温度干燥1 h,冷却,称重,至连续两次称重的差异不超过5 mg为止,根据减失的质量,计算供试品中含水量(%)。测定结果见表1。

表1 盾叶薯蓣药材水分测定 %

No.	含水量	No.	含水量
1	5.36	7	5.41
2	5.50	8	5.12
3	5.82	9	5.49
4	5.65	10	5.10
5	5.89	11	4.58
6	5.41	12	4.97

从上述测定的12个不同来源的样品情况来看,水分含量在4.58%~5.89%,以12批样品水分测定结果平均值(5.36%)的120%计算,暂定盾叶薯蓣药材水分不得超过7.00%。

**2.3 盾叶薯蓣药材总灰分及酸不溶性灰分的测**

定<sup>[5]</sup> 按照2010年版《中国药典》一部附录IX K总灰分及酸不溶性灰分测定方法测定,结果见表2。

表2 盾叶薯蓣药材总灰分及酸不溶性灰分的测定 %

No.	总灰分	酸不溶性	No.	总灰分	酸不溶性
1	4.80	1.22	7	6.54	1.75
2	4.31	1.15	8	5.62	1.09
3	6.84	1.69	9	8.31	2.23
4	5.49	0.97	10	7.25	1.58
5	5.53	1.30	11	10.30	3.40
6	6.36	1.42	12	7.35	1.25

从上述测定的12个不同来源的样品情况来看,总灰分含量在4.31%~10.30%,酸不溶性灰分含量在0.97%~3.40%,以12批样品总灰分及酸不溶性灰分测定结果平均值的120%计算,暂定盾叶薯蓣药材总灰分不得超过8.00%,酸不溶性灰分不得超过2.00%<sup>[6]</sup>。

**2.4 盾叶薯蓣药材浸出物测定**<sup>[5]</sup> 按照2010年版《中国药典》一部附录X A醇溶性浸出物测定方法进行测定,结果见表3。

表3 盾叶薯蓣药材浸出物测定 %

No.	浸出物含量	No.	浸出物含量
1	16.23	7	19.85
2	17.32	8	22.16
3	18.46	9	23.77
4	17.52	10	24.36
5	19.81	11	26.47
6	19.75	12	25.59

从上述测定的12个不同来源的样品情况来看,醇浸出物含量在16.23%~26.47%,以12批样品水分测定结果平均值(20.94%)的80%计算,暂定盾叶薯蓣药材醇溶性浸出物含量不得低于16.00%。

**2.5 含量测定**<sup>[7-8]</sup>

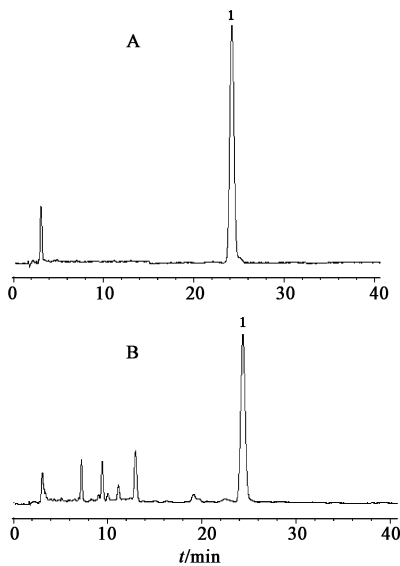
**2.5.1 薯蓣皂苷元**

**2.5.1.1 对照品的制备** 精密称取薯蓣皂苷元对照品5.12 mg,置5 mL量瓶中,加乙醇使溶解,稀释至刻度,摇匀,即得1.024 g·L<sup>-1</sup>薯蓣皂苷的标准品溶液。用0.45 μm的微孔滤膜过滤至进样瓶中,备用。另取薯蓣皂苷元对照品加甲醇制成1.000 g·L<sup>-1</sup>的溶液,作为对照片溶液。

**2.5.1.2 供试品的制备** 精确称取盾叶薯蓣粉末0.5 g,置锥形瓶中,加2.0 mol·L<sup>-1</sup>的硫酸50 mL,超

声 20 min 后在 100 ℃ 水浴锅中水解 4 h,放冷过滤,药渣用蒸馏水洗至中性,60 ℃ 干燥后,用石油醚(60~90 ℃)50 mL 在 90 ℃ 水浴中索氏提取 5 h,提取液回收至干后用无水乙醇溶解,过滤至 10 mL 的量瓶中,用无水乙醇定容。

**2.5.1.3 色谱条件** Venusil XBP C<sub>18</sub>(L) 色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μm,天津博纳艾杰尔科技公司),流动相乙腈-水(90:10),流速 1 mL·min<sup>-1</sup>,柱温 30 ℃,检测波长 210 nm,进样量 10 μL。理论塔板数按薯蓣皂苷计算应不低于 4 000,高效液相色谱见图 4。



A. 对照品;B. 样品;1. 薯蓣皂苷元  
图 4 盾叶薯蓣药材高效液相色谱

**2.5.1.4 线性关系** 精密称取适量的薯蓣皂苷元标准品置量瓶中,分别配制成浓度为 0.204 8,0.409 6,0.614 4,0.819 2,1.024 mg·L<sup>-1</sup> 测定峰面积,以对照品进样量为横坐标,峰面积积分为纵坐标,绘制标准曲线,结果表明,薯蓣皂苷元的进样量在 2.048~10.24 μg 线性良好,其回归方程为  $Y = 254.3X - 7.159$  ( $R^2 = 0.9999$ )。

**2.5.1.5 精密密度试验** 取标准品按标准方法制备供试品溶液,连续进样重复测定 6 次,求得峰面积 RSD 0.759%,精密密度符合要求。

**2.5.1.6 稳定性试验** 取上述供试品溶液,分别在 0,2,4,6,8,10,12 h 进样,记录峰面积值,表明薯蓣皂苷元在 12 h 内基本稳定,RSD 1.71%。

**2.5.1.7 重复性试验** 在所确定的 HPLC 条件下进行测定,随机取某一样品平行处理 6 份,测定含量,RSD 2.24%,表明重复性良好。

**2.5.1.8 加样回收率试验** 采用加样回收法测定。

取已知含量的样品,研细,精密称取约 0.25 g,平行称取 6 份,分别加入一定量的薯蓣皂苷元对照品,在所确定的 HPLC 条件下进行测定,以外标一点法计算薯蓣皂苷元的含量,结果见表 4。

表 4 薯蓣皂苷元加样回收率试验

No.	样品量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回 收率/%	RSD /%
1	1.898	3.766	99.36		
2	1.895	3.682	95.06		
3	1.904	3.797	100.69		
4	1.902	3.678	94.45	97.96	2.69
5	1.896	3.776	100.01		
6	1.907	3.752	98.14		

注:加入量均为 1.880 mg。

**2.5.2 伪原薯蓣皂苷** 具体测定方法参考文献[10]。

**2.5.3 样品测定** 参照 2.5.1 和 2.5.2 项下薯蓣皂苷元和伪原薯蓣皂苷的含量测定方法,对 12 个不同来源的盾叶薯蓣样品种薯蓣皂苷元和伪元薯蓣皂苷的含量进行测定,测定结果见表 5。

表 5 薯蓣皂苷元及伪元薯蓣皂苷的含量测定 %

No.	薯蓣皂苷元	伪原薯蓣皂苷
1	0.795 1	0.181 0
2	0.753 2	0.138 7
3	1.223 8	0.812 7
4	1.102 6	0.806 4
5	1.513 7	0.585 8
6	1.349 7	0.506 8
7	1.574 6	0.259 6
8	1.592 5	0.234 7
9	1.812 4	0.056 6
10	1.840 5	0.055 1
11	2.008 2	1.083 3
12	1.994 9	1.007 1
平均值	1.463 4	0.540 8

从上述测定的 12 个不同来源的样品情况来看,薯蓣皂苷元含量在 0.753 2%~2.008 2%,伪元薯蓣皂苷含量在 0.055 1%~1.083 3%;以 12 批样品薯蓣皂苷元及伪原薯蓣皂苷含量测定结果平均值的 80% 为含量限度,本品按干燥品计算,暂定盾叶薯蓣药材薯蓣皂苷元含量不得低于 1.00%,伪原薯蓣皂苷含量不得低于 0.40%。

# 不同显色剂对牛膝总皂苷含量测定的影响

张小鸿,吴杨峥,徐先祥\*

(华侨大学生物医学学院,福建泉州 362021)

**[摘要]** **目的:**考察不同显色方法对紫外-可见分光光度法测定牛膝总皂苷含量的影响。**方法:**采用紫外-可见分光光度法测定牛膝总皂苷含量,分别用 5 种方法进行显色,显色剂方法 A 为 5% 香草醛-冰乙酸:高氯酸:冰乙酸(2:8:50),方法 B 为 5% 香草醛-冰乙酸:高氯酸:乙酸乙酯(2:8:50),方法 C 为高氯酸,方法 D 为浓硫酸-甲醇(7:3),方法 E 为香草醛-浓硫酸(2:58)。以吸光度为指标,通过单因素试验考察显色时间和显色温度。**结果:**方法 C 和 D 在 400~800 nm 处无最大吸收;方法 E 最大吸收波长 544 nm,但吸光度数值太小,不适合标准曲线测定;方法 A 和 B 均适合牛膝总皂苷含量的测定,最大吸收波长分别为(548±1),(554±1) nm,方法 A 峰型、加样回收率均优于方法 B。显色时间 15 min,显色温度 60 ℃。**结论:**方法 A 为牛膝总皂苷的最佳显色方法。

**[关键词]** 牛膝;总皂苷;显色剂;紫外-可见分光光度法;单因素试验

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)21-0113-04

**[doi]** 10.11653/syjf2013210113

**[收稿日期]** 20130416(026)

**[基金项目]** 福建省科技计划重点项目(2012Y0049);华侨大学中央高校基本业务费“福建省杰出青年基金培育计划”专项(JB-SJ1012);泉州市科技计划项目(2011Z8);华侨大学科研基金项目(10HZR28)

**[第一作者]** 张小鸿,在读硕士,从事中药药理学研究,Tel/Fax:0595-22692300,E-mail:573736884@qq.com

**[通讯作者]** \*徐先祥,博士,副研究员,从事中药药理学研究,Tel/Fax:0595-22692300,E-mail:xuxianxiang@163.com

## 3 讨论

本研究首次对河南产区的盾叶薯蓣质量进行系统研究,初步制定了质量标准,但盾叶薯蓣种植产地较多,由于时间有限,本研究仅仅采集了河南产地的盾叶薯蓣样品,研究结果不能对盾叶薯蓣药材做出系统、全面的质量评价,在今后的研究工作中,还要继续采集其他省份的盾叶薯蓣样品,以建立完善的盾叶薯蓣质量控制标准。

## [参考文献]

[1] 王银红. 盾叶薯蓣化学成分研究[D]. 西安:西北大学,2009.

[2] 王胜勇,张勉,王峥涛. 白头翁同名异物类药材的数码显微鉴别[J]. 药学学报,2004,39(10):797.

[3] 姜艳艳,张勉,王峥涛. 菖蒲类药材的数码显微鉴定[J]. 中药材,2005,28(5):375.

[4] 李克明,陈玉武,张永文. 地奥心血康中薯蓣皂苷及伪原薯蓣皂苷的分离与鉴定[J]. 中国药房,2007,18

(30):2339.

[5] 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,2010:90.

[6] 王哲,赵丽茹,王永生,等. 金樱根质量标准的研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(15):109.

[7] 谢彩侠,董诚明,高山林,等. 盾叶薯蓣四倍体株系生化指标及有效成分分析[J]. 中药材,2009,32(6):840.

[8] 腾井通,高翔,薛建平,等. 怀山药零余子薯蓣皂苷元成分的含量测定[J]. 安徽农业科学,2012(21):10817.

[9] 邹节明,周艳林,雷肖琳,等. 《中国药典》菝葜中薯蓣皂苷元测定的前处理方法的改进[J]. 中成药,2008,3(1):154.

[10] 白雁,左春芳,谢彩侠,等. HPLC-ELSD 法测定盾叶薯蓣中伪原薯蓣皂苷的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(16):84.

[责任编辑 顾雪竹]