

维吾尔药白蜡树子质量标准

希尔艾力·吐尔逊^{1,2,3}, 吐鲁洪·卡地尔², 库尔班尼沙²,
古力山², 曼尔丹², 阿吉艾克拜尔·艾萨^{1*}

(1. 中国科学院新疆理化技术研究所干旱区植物资源化学重点实验室, 乌鲁木齐 830011;
2. 新疆维吾尔自治区维吾尔医药研究所, 乌鲁木齐 830049; 3. 中国科学院大学, 北京 100049)

[摘要] 目的: 建立白蜡树子的质量标准。方法: 应用药典方法对杂质、水分、总灰分、酸不溶性灰分、重金属与农药残留量、浸出物进行测定, 显微鉴别法、薄层鉴别法进行定性鉴别, 并采用 HPLC 建立秦皮素含量测定方法。使用 Phenomenex luna C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 4 μm) 色谱柱, 流动相甲醇-0.1% 磷酸溶液 (35:65), 检测波长 340 nm, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 柱温 30 ℃。结果: 最大吸收波长在 340 nm, HPLC 在秦皮素 0.08 ~ 0.48 μg ($r = 0.9998$) 有良好的线性关系, 平均加样回收率 99.61%, RSD 1.41%。结论: 建立的白蜡树子质量标准操作简便、准确快速、重复性好, 并能有效控制维吾尔药白蜡树子的质量。

[关键词] 维吾尔药; 小叶白蜡树子; 秦皮素; 质量标准

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)17-0090-04

[doi] 10.11653/syjf2013170090

Quality Evaluation of Uyghur Herbal Medicine *Fraxinus sogdiana* Seed

XIRALI-Tursun^{1,2,3}, TURGUN-Kadir², Kurbanisa², Gulxan², Mardan², HAJI AKBER-Aisa^{1*}

(1. Key Laboratory of Chemistry of Plant Resources in Arid Regions of Xinjiang Technical Institute of Physics and Chemistry, Chinese Academy of Science, Urumqi 830011, China;
2. Institute of Xinjiang Traditional Uyghur Medicine, Urumqi 830049, China;
3. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

[Abstract] **Objective:** To establish the quality evaluation of *Fraxinus sogdiana* seed. **Method:** A series of experiments were performed to study the impurity, including moisture, the ash, the acid-insoluble ash, heavy metal, pesticide residue and extract determination according to the Pharmacopoeia. Microscopic identification and TLC was performed to identify *Fraxinus sogdiana* seed. HPLC was used to determine the content of ferulic acid. Phenomenex luna C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 4 μm) column was used. The mobile phase consisting of methanol-0.1% phosphoric acid water solution (35:65) and UV detection wavelength at 340 nm; the flow rate was 1.0 mL·min⁻¹; column temperature was kept at 30 ℃. **Result:** The UV biggest absorption wavelength was found at 340 nm. Fraxetin showed a good linearity in the range of 0.08-0.48 μg ($r = 0.9998$). The average recovery was 99.61% ($n = 6$), RSD was 1.41%. **Conclusion:** Quality evaluation methods of *Fraxinus sogdiana* seed were established and content limit of fraxetin was confirmed. And the methods performed in this study were simple, accurate and sensitive, and which can provide a reliable reference for the standard of fraxetin quality control.

[Key words] Uyghur medicine; *Fraxinus sogdiana* seed; fraxetin; quality standard

白蜡树子为木犀科植物小叶白蜡树的成熟干燥种子。秋季种子树上不脱落翅果干燥呈黄绿色变为

[收稿日期] 20121228(015)

[基金项目] 国家药典委国家药品(维药)标准提高项目(497)

[第一作者] 希尔艾力·吐尔逊, 博士研究生, 副主任药师, 从事维吾尔药研究, Tel:0991-2565663, E-mail:xirlion@126.com

[通讯作者] * 阿吉艾克拜尔·艾萨, 研究员, 博士生导师, 从事维药新药开发研究, Tel:0991-3835679, E-mail:haji@ms.xjb.ac.cn

黄褐色时采摘,趁湿剥去皮,晒干^[1-2]。维吾尔医中叫“艾日米盾 欧日格”,性二级干热,散气止痛、益心止咳、利尿排石,用于胸胁疼痛、神经衰弱、心悸气短、咳嗽气喘、小便不利、阳事不举,局部使用可治不孕症^[3]。

本文按照药典规定对白蜡树子进行了薄层鉴别、杂质、水分、总灰分、浸出物、重金属、酸不溶性灰分检查,并采用高效液相色谱法测定了白蜡树子中秦皮素(fraxetin)的含量^[4-5,7-8]。

1 材料

Waters 制备高效液相色谱仪(美国 Waters 公司),包括 Waters Delta 600 泵,Waters 2996 PDA 检测器,Waters 717 自动进样器,Sartorius 电子天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司),LS-3120 型超声波发生器(美国科学系统公司)。甲醇、乙腈为色谱级,其他试剂均为分析纯;硅胶 GF₂₅₄(青岛海洋化工有限公司生产)。秦皮素对照品(中国食品药品检定研究院提供,批号 111731-200501),白蜡树子样品由新疆维吾尔医药研究所购买与收集,乌鲁木齐(批号 20110319)、和田(批号 20110214,20111213,20111215,20111221)、和田县(批号 20110318),喀什(批号 20110311)、莎车(批号 20110401),墨玉县(批号 20110315)等地,经新疆大学资源与环境科学院教授努尔巴依·阿希都沙力克鉴定为木犀科植物小叶白蜡树 *Fraxinus Sogdiana* 的成熟种子。

2 方法与结果

2.1 药材性状 本品为翅果种子,呈披针形或矩圆状倒卵形,两端渐尖,长 1.1~1.5 cm,直径 2.1~3.0 mm,柱头宿存,小坚果小于或等于翅果之半。稍见纵纹,棕色至棕褐色,种子横切面可见,种皮薄,棕色,内部白色。气微,味淡,微苦。

2.2 杂质、水分、总灰分、酸不溶性灰分、重金属、浸出物测定 参照《中国药典》2010 年版一部相关方法测定。结果见表 1。

2.3 显微鉴别 ①种子横切面:种皮细胞 3~4 层,棕褐色,细胞较小,切线排列,外有较大的类椭圆形内果皮处粘连,多间断,胚乳细胞,最外层靠近种皮处壁增厚,细胞呈方形或长方形,径向排列,子叶 2 枚,边缘细胞小,呈方形,子叶呈淡黄色。②粉末鉴别:取 10 批供试品,分别粉碎,照显微鉴别法(《中国药典》2010 年版一部附录 II C)及相关规定,依法操作,观察小叶白蜡树子材粉末的显微特征,其结果而描述。本品粉末呈棕褐色,网纹导管和螺纹导管可见,内果皮细胞方形较大;胚乳细胞呈多角形,内

表 1 10 批样品的水分、总灰分、酸不溶性灰分、浸出物测定(n=3)

批号	杂质	水分	总灰分	酸不溶性灰分	50%乙醇浸出物
20110214	6.99	5.1	4.56	1.34	29.64
20110311	3.51	4.63	4.47	1.09	31.82
20110401	1.05	6.27	4.26	0.87	31.21
20110318	3.14	5.87	4.23	0.85	33.69
20110315	4.33	6.21	5.96	1.09	27.31
20110319	4.57	6.09	4.24	0.96	31.21
20110314	2.79	5.40	4.34	1.18	34.22
20111213	1.80	5.87	5.12	0.68	30.55
20111215	1.81	6.25	5.27	1.05	29.84
20111221	1.82	5.60	5.31	0.78	29.87

含油滴;薄壁细胞呈念珠状增厚;草酸钙簇晶和方晶可见;子叶细胞类圆形,内含油滴及糊粉粒,可见单细胞非腺毛、腺毛、针晶等显微结构。

2.4 薄层色谱鉴别 取白蜡树子样品粗粉末约 1 g,精密加甲醇 15 mL,超声提取 30 min(59 kHz,70%),过滤,蒸干,残渣加甲醇 1~2 mL 使溶解,作为供试品溶液。另分别取秦皮素、秦皮乙素、秦皮甲素对照品适量,精密称定,加甲醇分别制成每 1 mL 含秦皮素 30 μg,含秦皮甲素 120 μg,含秦皮乙素 124 μg 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,吸取供试品溶液 10 μL,秦皮甲素,秦皮乙素对照品溶液 2,秦皮素 5 μL 分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-甲酸(6:1:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,放置 1 h,置紫外光灯(365 nm)下检测。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。

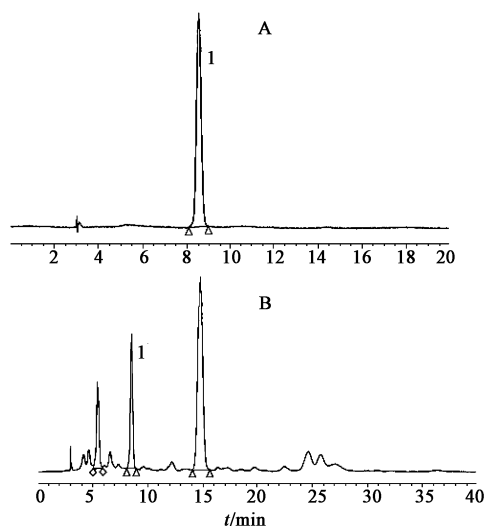
3 含量测定

3.1 色谱条件与色谱适用性 Phenomenex luna 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 4 μm),以甲醇-0.1%磷酸水溶液(35:65)为流动相,柱温 30 ℃,检测波长 340 nm,流速 1.0 mL·min⁻¹,在此条件下,秦皮素保留时间、分离度、理论板数等色谱参数均符合要求。见图 1。

3.2 对照品溶液的制备 取秦皮素对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1 mL 含秦皮素 30 μg 的溶液,即得。

3.3 供试品溶液的制备 取本品粉末(过 3 号筛)约 3 g,置 250 mL 圆底烧瓶中,精密称定,加甲醇 50 mL,密塞,加热回流 1 h,放置冷却,用甲醇定容

至 50 mL, 摇匀, 过滤。即得。



A. 对照品; B. 样品; 1. 秦皮素

图 1 白蜡树子药材 HPLC

3.4 线性关系考察 精密称取秦皮素 4.000 mg, 置 10 mL 量瓶中, 加入甲醇适量使溶解, 并定容至刻度, 摇匀, 作为对照储备液, 精密量取上述储备液 2, 4, 6, 8, 10, 12 μL , 注入高效液相色谱仪, 照上述色谱条件测定峰面积。以秦皮素质量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 得回归方程 $Y = 3\,268\,036.071\,4X - 24\,578.933\,3$ ($r = 0.999\,7$), 表明秦皮素量在 0.08 ~ 0.48 μg 线性关系良好。

3.5 精密度试验 吸取同一浓度对照品溶液, 在上述色谱条件下, 连续进样 6 次, 结果秦皮素峰面积的 RSD 0.51%。

3.6 重复性试验 取白蜡树子药材 6 份 (批号 20111215), 按供试品溶液的制备方法制得供试品, 在相同的色谱条件下, 连续进样 6 次, 进样量 10 μL , 依法测定, 结果供试品秦皮素含量的 RSD 0.63%。

3.7 稳定性试验 取同一供试品, 分别于 0, 2, 4, 6, 8, 12, 24 h, 精密吸取秦皮素对照品储备液 10 μL , 按上述色谱条件测定峰面积积分值, 计算 RSD 0.83%。结果表明供试品溶液室温下 24 h 内稳定。

3.8 回收率试验 取秦皮素对照品 4.0 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度。取白蜡树子粉末 (过三号筛) 约 1.5 g (批号 20111215), 精密称定, 共 6 份, 分别置于 250 mL 圆底烧瓶中, 分别精密加入 0.16 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 浓度秦皮素对照品 3.5 mL, **3.3** 方法操作, 分别进样 10 μL , 记录峰面积, 结果见表 2。

3.9 最小检测限测定及定量限测定 配制浓度适当的秦皮素对照品溶液, 进样 10 μL , 当信噪比 S/N 为 3 时, 其最小检测浓度约为 308 $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。当信噪

表 2 白蜡树子中秦皮素加样回收率测定

No.	取样量 /g	样品含量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	1.506	0.528 6	1.092 7	100.75	99.61	1.41
2	1.511	0.530 3	1.089 7	99.89		
3	1.492	0.523 6	1.080 8	99.49		
4	1.505	0.525 4	1.072 7	97.74		
5	1.485	0.521 2	1.072 1	98.37		
6	1.491	0.523 3	1.091 4	101.45		

注: 对照品加入量均为 0.56 mg。

比 S/N 为 10 时, 其定量限为 1 032 $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

3.10 药材含量测定 按照前述供试品溶液制备方法处理, 分别进样 10 μL , 注入高效液相色谱仪, 计算含量, 结果见表 3。

表 3 白蜡树子药材含量测定 ($n = 2$) $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$

No.	批号	含量	No.	批号	含量
1	20110214	0.356 5	6	20110319	0.263
2	20110311	0.330 4	7	20110314	0.288 9
3	20110401	0.237 1	8	20111213	0.325 6
4	20110318	0.335 5	9	20111215	0.360 1
5	20110315	0.363 5	10	20111221	0.388 8

4 讨论

白蜡树子的质量标准研究是由国家药典委员会对新疆维吾尔自治区维吾尔药材质量标准提高工作中的一项研究工作。长期以来对白蜡树子拉丁名误用为白蜡树 *raxinus chinensis* Roxb., 苦枥白蜡树 *Fraxinus szaboana* Lingelsh., 尖叶白蜡树 *Fraxinus rhynchophylla* Hance. 等名称, 通过本草考证、实物见证和新疆植物界专家鉴定以及《中国植物志》、《新疆植物志》、《新疆珍稀濒危特有高等植物》等书文献证实本维吾尔药材确定新疆特有植物小叶白蜡树 *Fraxinus sogdiana* Bge. 的干燥成熟种子, 确定了基源信息^[1-3]。

维吾尔医古籍文献当中本品形状为倒披针形, 与麻雀舌头相似, 故称之为“力萨努里 艾萨非尔” (麻雀舌头) 命名结合到和田、喀什、伊犁、库尔勒、乌鲁木齐等地实物对比和化学成分区分了一种市售伪品白蜡树子, 否认了目前销售冒充为进口药材白蜡树子 (巴基斯坦) 的伪品, 保障了本地生产药材的真实性的可靠数据^[9]。

本文对小叶白蜡树子样品进行了水分、总灰分、挥发油、重金属、酸不溶性灰分测定。根据测定结果暂定水分应不得过 7.0%, 酸不溶性灰分应不得过 1.2%。重金属与农药残留量检查符合规定。50%

鸡眼睛正丁醇部位化学成分

周雯¹, 刘智^{2*}, 王海军¹, 廖尚高¹, 许祖超³, 李勇军¹

(1. 贵阳医学院药学院, 贵阳 550004; 2. 贵阳医学院附属医院药剂科, 贵阳 550004;
3. 贵州益康制药有限公司, 贵阳 550025)

[摘要] 目的: 了解鸡眼睛 *Euscaphis japonica* 正丁醇萃取部位的化学成分。方法: 采用 MCI 柱色谱、C₁₈ 反相硅胶柱色谱、半制备高效液相色谱等进行化合物的分离和纯化, 根据化合物理化性质和波谱数据鉴定其结构。结果: 从鸡眼睛乙醇提取物正丁醇部位分离得到 7 个化合物, 分别鉴定为 corchoionoside C (1)、鞣花酸(2)、junipetriolside A(3)、3,3'-二甲氧基鞣花酸-4'-O-β-D-葡萄糖苷(4)、3,3'-二甲氧基鞣花酸-4'-O-α-D-阿拉伯糖苷(5)、3,3'-二甲氧基鞣花酸-4'-O-β-D-木糖苷(6)和 3,3'-二甲氧基鞣花酸(7)。结论: 以上化合物均为首次从该属植物中分离得到。

[关键词] 鸡眼睛; corchoionoside C; 鞣花酸; junipetriolside A; 3, 3'-二甲氧基鞣花酸

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)17-0093-04

[doi] 10.11653/syfj2013170093

Chemical Constituents of Butanol Fraction of *Euscaphis japonica*

ZHOU Wen¹, LIU Zhi^{2*}, WANG Hai-jun¹, LIAO Shang-gao¹, XU Zu-chao³, LI Yong-jun¹

(1. School of Pharmacy, Guiyang Medical College, Guiyang 550004, China;

2. Department of Pharmacy, Affiliated Hospital of Guiyang Medical College, Guiyang 550004, China;

[收稿日期] 20130325(012)

[基金项目] 国家科技支撑计划项目(2006BAI06A01-03); 贵州省中药现代化科技产业研究开发专项项目(黔科合中药字[2011]5081号, 黔科合中药专字[2007]5014号); 贵州省科技计划课题(黔科合计工字[2009]4001); 贵阳市科学技术计划项目(2009筑科中合同字第 9-3-04 号)

[第一作者] 周雯, 硕士, 讲师, 从事天然产物化学与新药开发, Tel:0851-6908468, E-mail:yvonneerran@hotmail.com

[通讯作者] * 刘智, 主任药师, 中药新剂型与新技术研究, Tel:0851-6771216, E-mail:liuzhigy@163.com

乙醇浸出物量不得少于 25.0%。此外通过紫外波长扫描, 测定了白蜡树子中香豆素类成分秦皮素的
最大吸收波长为 340 nm^[10]。

收集小叶白蜡树子 10 批样品秦皮素平均含量为 0.324 9 mg·g⁻¹。根据为了样品收集要求, 到莎车、伊犁、乌鲁木齐、和田墨玉县、和田市、皮山县、库尔勒市等地, 采集当地样品, 并进行含量测定, 结果样品秦皮素平均含量为 0.428 mg·g⁻¹。上述试验结果, 考虑到药材的来源, 以及药材生产、储藏等因素, 最终保证临床疗效, 暂定本品每克含秦皮素, 不得低于 0.03% (平均值的 80%)。

[参考文献]

[1] 《新疆植物志》编辑委员会. 新疆植物志. 第 4 卷 [M]. 乌鲁木齐: 新疆科学技术出版社, 2004: 64.
[2] 中国科学院《中国植物志》编辑委员会. 中国植物志. 第 61 卷 [M]. 北京: 科学出版社, 1984: 24.
[3] 卫生部. 卫生部药品标准-维吾尔药分册 [S]. 乌鲁木齐: 新疆科技卫生出版社, 1999: 25.

[4] 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: 254.
[5] 王旭, 张完, 赵惠萍, 等. 高效液相色谱法测定秦皮中秦皮乙素的含量 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2004, 10 (2): 6.
[6] 陈琳, 刘丽梅, 王瑞海, 等. HPLC 测定不同品种秦皮药材中香豆素类成分 [J]. 中国中药杂志, 2008, 23 (33): 2858.
[7] 刘丽梅, 陈琳, 王瑞海, 等. 秦皮药材 HPLC 指纹图谱研究 [J]. 中国中药杂志, 2008, 24 (33): 2932.
[8] 屈爱桃, 孙超, 刘翔宇, 等. HPLC 测定蒙药清热止痛三味汤散中秦皮乙素的含量 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17 (2): 87.
[9] 新疆维吾尔自治区卫生厅. 维吾尔药材标准. 上册 [S]. 乌鲁木齐: 新疆科技卫生出版社, 1993: 133.
[10] 盛华刚, 朱立俏, 王远国, 等. 大孔树脂纯化祖师麻中香豆素类成分的工艺优选 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17 (23): 14.

[责任编辑 顾雪竹]