

壮药扁桃叶的质量标准研究

韦松基*, 王小新, 薛亚馨, 韦威
(广西中医学院, 南宁 530001)

[摘要] 目的:制定扁桃叶药材的质量标准,为该药用植物资源的开发利用提供科学依据。方法:根据 2010 年版《中国药典》方法,鉴别扁桃叶药材的性状、显微特征;检查水分、总灰分、酸不溶灰分;采用薄层色谱(TLC)法进行定性鉴别;采用高效液相法测定芒果苷的含量。结果:对扁桃叶药材的性状、显微特征进行了描述;根据 10 个不同产地扁桃叶测定结果,确定水分不得过 12%,总灰分不得过 16%,酸不溶灰分不得超过 5%。浸出物以稀乙醇为溶剂,热浸法测定,浸出物不得少于 23%。TLC 斑点清晰,分离度好;芒果苷的进样量在 0.4~1.4 μg ($r=0.9999$) 与峰面积积分值呈良好线性关系,平均回收率为 100.45%,RSD 1.59($n=10$),芒果苷含量不得少于 2%。结论:所建标准可用于扁桃叶药材的质量控制。

[关键词] 扁桃叶;质量标准;芒果苷

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)22-0127-03

[doi] 10.11653/syjf2013220127

Quality Standard of Leaves of Zhuang Drugs *Mangifera sylvatica*

WEI Song-ji*, WANG Xiao-xin, XUE Ya-xin, WEI Wei

(Guangxi Institution of Traditional Chinese Medicine, Nanning 530001, China)

[Abstract] **Objective:** To provide scientific basis for the utilization and development of the leaves of *Mangifera sylvatica* by establishing its quality control standard. **Method:** According to Chinese Pharmacopoeia (2010 edition), the property and microscopic characteristics of *M. sylvatica*, moisture, total ashes content, acid-insoluble ashes content were identified by TLC. The content of dingsenoside mangiferin in *M. sylvatica* was determined by HPLC. **Result:** Macroscopic and microscopic characteristics of *M. sylvatica* were described. The moisture in the leaves was below 12%, with the total ash content of 16%, the content of acid-insoluble ash was equal or below 5%. The content of hot homeopathic alcohol was above 23%. The spot of TLC were clear and well-separated. The linear range of dingsenoside mangiferin were 0.4-1.4 μg ($r=0.9999$); the average recoveries were 100.45% and RSD of them were 1.59%; the contents of mangiferin in the leaves were above 2%. **Conclusion:** The quality standard is suitable for the leaves of *M. sylvatica*.

[Key words] *Mangifera sylvatica*; quality standard; mangiferin

扁桃叶为漆树科植物扁桃 *Mangifera sylvatica* Roxb. 的干燥叶,其主要成分为芒果苷^[1],具有止咳、化痰、平喘等作用^[2]。扁桃叶为广西地方壮族人民习用药材,尚未收载于药材标准。此次拟收载于《广西壮药质量标准(第二卷)》,本文通过实验考察了扁桃叶的性状及显微特征,水分、总灰分、酸不

溶灰分及浸出物,及扁桃叶中芒果苷的薄层鉴别,含量测定,制定出了扁桃叶的质量标准。

1 材料

1.1 仪器 CH20 型生物显微镜(日本奥林巴斯公司),LC-20A 型高效液相色谱仪[岛津国际贸易(上海)有限公司],岛津-ODSC₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm,5 μm),BP211D 型电子分析天平(德国 Sartorius 公司),Millipore simplicity-185 型超纯水器(美国密理博公司),SB3200-T 型(上海必能信超声有限公司),LG16-W 型高速离心机(北京医用离心机厂)。

1.2 试剂 芒果苷对照品(中国药品生物制品检定

[收稿日期] 20130501(008)

[基金项目] 广西壮药质量标准研究项目(MZY2010017)

[通讯作者] * 韦松基,教授,学士,从事中药及民族药的开发及研究, Tel: 13317717044, E-mail: weisongji@126.com

定所,批号 11607-200301,供含量测定),聚酰胺薄膜(台州市路桥四甲生化塑料厂),甲醇(北京化工厂,优级纯),水(超纯水),甲醇(天津市四友生物医学技术有限公司,色谱纯),磷酸(中国医药(集团)上海化学试剂公司,分析纯),其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 药材性状 本品叶片呈狭披针形或线状披针形,无毛,薄革质,略内卷。展开长 10~30 cm,宽 2~4 cm,先端骤尖,基部楔形,叶缘浅波状,羽状网脉,中脉两面隆起,侧脉约 20 对,叶柄长 1.5~3.5 cm,上面具槽,基部增粗。上表面黄绿色至浅绿色,下表面浅黄色至深绿色,叶柄稍弯曲。气微,味微涩。

2.2 粉末鉴别 粉末淡绿色。气孔为不定式,保卫细胞半圆形,副卫细胞 3~4 个。导管为螺纹或具缘纹孔导管,直径 22~80 μm 。木纤维常成束,直径 13~40 μm ,胞腔线形,纹孔明显;韧皮纤维壁厚,直径 30~80 μm 。方晶散在,直径 12~30 μm 。棕色体常见。腺鳞,头为 8 个细胞,常含棕色物质。

2.3 水分、总灰分、酸不溶灰分及浸出物的测定

2.3.1 测定方法 水分测定参照《中国药典》2010 年版一部附录 IX H 第一法测定;总灰分及酸不溶灰分参照《中国药典》2010 年版一部附录 IX K 测定;浸出物参照《中国药典》2010 年版一部附录 X A 测定,分别以水、乙醇、稀乙醇为溶剂,采用冷浸法及热浸法测定本品浸出物的含量。

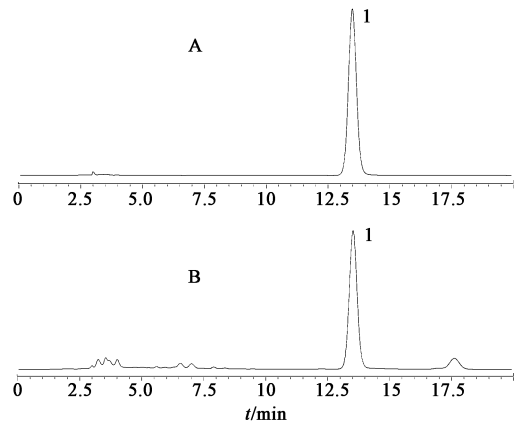
2.3.2 测定结果 10 批扁桃叶药材的水分、总灰分、酸不溶灰分及浸出物的测定结果的平均值分别为水分 8.26%,总灰分 11.32%,酸不溶灰分 2.83%;水冷浸出物 16.25%,水热浸出物 25.14%,乙醇冷浸出物 17.25%,乙醇热浸出物 21.21%,稀乙醇冷浸出物 25.96%,稀乙醇热浸出物 28.13%。综合考虑各因素的影响,建议扁桃叶水分不得过 12%,总灰分不得过 16%,酸不溶灰分不得超过 5%,浸出物以稀乙醇为溶剂,热浸法测定,浸出物不得少于 23%。

2.4 扁桃叶中芒果苷的薄层鉴别 取本品粉末 1 g,加 40% 甲醇 50 mL,密塞,超声提取 30 min,滤过,滤液作为供试品溶液。另取扁桃叶对照药材 1 g,同法制成对照药材溶液。再取芒果苷对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。吸取供试品溶液、对照品溶液各 5 μL ,分别点于聚酰胺薄膜,以乙醇-水(1:1)为展开剂,饱和 30 min,展开,取出,晾干,在紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品及对照药材色谱相

应的位置上,显相同颜色的斑点。

2.5 扁桃叶中芒果苷的含量测定

2.5.1 色谱条件 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,日本岛津 ODS- C_{18} 色谱柱(4.6 mm \times 250 mm,5 μm),柱温 30 $^{\circ}\text{C}$,以乙腈-0.1% 磷酸(30:70)为流动相,检测波长 258 nm。理论板数按芒果苷峰计算不低于 3 000。见图 1。



A. 对照品;B. 扁桃叶药材;1. 芒果苷

图 1 扁桃叶药材 HPLC

2.5.2 对照品溶液的制备 精密称取芒果苷对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 约含 0.1 mg 的溶液,即得。

2.5.3 供试品溶液的制备 取本品粉末(过二号筛)约 50 mg,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 40% 甲醇 50 mL,密塞,称定质量,浸泡 30 min,超声处理(功率 250 W,频率 53 kHz)30 min,放冷,再称定质量,用 40% 甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.5.4 标准曲线的制备 精密称取芒果苷对照品 1 mg,置于 10 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,制成 0.1 $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的对照品溶液。分别精密吸取对照品溶液 4,6,8,10,12,14 μL 注入液相色谱仪,测定峰面积,以进样量为横坐标(X),峰面积为纵坐标(Y),绘制标准曲线,并计算回归方程为 $Y = 3\,481\,766.71X + 28\,989.46$ ($r = 0.999\,9$)。表明对照品进样量在 0.4~1.4 μg ,进样量与峰面积呈良好线性关系。

2.5.5 精密度试验 取对照品溶液,连续进样 6 次,每次 5 μL ,测得芒果苷峰面积分值, RSD 1.39%,表明仪器精密度良好。

2.5.6 稳定性试验 取同一份供试品溶液,分别于 0,2,4,8,12,24 h 进样,测得芒果苷峰面积, RSD 1.65%,表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.5.7 重复性试验 取扁桃叶药材粉末 6 份,每份

约 50 mg,精密称定,制备供试品溶液,测定并计算芒果苷含量,6 次测定的 RSD 1.54%,表明重复性良好。

2.5.8 加样回收试验 采用加样回收法,取已知含量的同一批样品 6 份,每份约 25 mg,精密称定,分别加入适量芒果苷,制备供试品溶液,测定并计算芒果苷的含量,结果见表 1。

2.5.9 样品测定 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ L,注入液相色谱仪,按外标法计算供试品中芒果苷的含量,结果见表 2。

表 1 芒果苷回收试验测定

No.	取样量 /mg	测得总量 /mg	回收率 /%	平均回 收率/%	RSD /%
1	26.3	2.975	99.3	100.45	1.59
2	26.4	2.975	98.9		
3	26.3	2.985	99.9		
4	26.1	2.970	99.7		
5	26.0	3.010	102.7		
6	26.4	3.025	102.2		

注:加入量均为 1.5 mg。

表 2 扁桃叶中芒果苷的含量测定

No.	产地	批号	芒果苷	水分	总灰分	酸不溶灰分	稀乙醇冷浸出物 %
1	邕宁县五塘镇	20100420	4.45	9.18	12.36	2.70	26.68
2	上思县思阳镇	20110612	4.17	10.17	10.37	2.37	25.99
3	田东县郊	20110511	3.96	10.10	11.32	2.67	26.31
4	田阳县郊	20110711	4.54	8.73	10.81	2.61	25.53
5	凭祥市区	20110705	4.80	8.45	10.65	1.98	27.60
6	武鸣县双桥镇	20101225	4.88	7.15	10.34	2.54	25.43
7	南宁老虎岭	20110610	4.83	6.13	8.58	3.78	29.07
8	广西中医学院	20110323	4.27	6.73	13.50	3.63	23.96
9	武鸣县大明山	20110705	3.23	5.65	10.64	1.74	26.43
10	横县百合镇	20110223	2.86	10.30	14.60	4.26	22.70

考虑到不同品种与产地扁桃叶芒果苷含量不一以及工业化生产方法的不一致,扁桃叶的使用因剂型的不同纯度要求也不一致,故将扁桃叶中芒果苷的含量适当降低,暂规定扁桃叶中芒果苷的含量不得少于 2.0%。

3 小结与讨论

在进行扁桃叶中芒果苷的薄层鉴别时,曾考虑过正丁醇-乙酸-水、甲苯-正丁醇-甲酸、氯仿-甲醇-水、石油醚-乙酸乙酯、氯仿-乙酸乙酯-甲酸等不同比例的展开系统,但效果都不好。结果选用聚酰胺薄膜,以乙醇-水(1:1)为展开剂,饱和 30 min,展开,取出,晾干,在紫外光灯(365 nm)下检视效果较好。

芒果苷是一种四羟基吡啶的碳糖苷,属双苯吡酮类化合物。根据其可溶于热稀甲醇的性质,以甲醇为溶液,其紫外最大吸收峰为 258nm(甲醇为溶剂),故以此作为 HPLC 测定波长。

扁桃叶中芒果苷的含量与文献报道的芒果叶中芒果苷的含量相似^[3-4]。扁桃与芒果同是漆树科植物,在植物形态等方面十分相似。扁桃叶是否具有与芒果叶相似的止咳、化痰、平喘作用,有待进一步的实验研究。

有相关的文献报道,扁桃叶中挥发油和没食子酸的含量测定^[5],但是因为缺乏相关的药理学的研

究,故没有列入本标准。

扁桃叶药材还没有药品质量标准。曾有文献报道有关扁桃叶中芒果苷的含量测定方法^[7-9],但都没有建立相关的质量标准。本文建立的扁桃叶药材质量标准,对规范扁桃叶的生产、使用、制定含芒果苷原料药制剂的质量标准,以及扁桃叶药材质量标准的制定提供科学的实验依据。

[参考文献]

- [1] 思秀玲,韦松,许学健,等.扁桃叶化学成分研究[J].中国中药杂志,1995,20(5):295.
- [2] 邓家刚,郑作文,曾春晖.芒果苷的药效学实验研究[J].中医药学刊,2002,7(12):37.
- [3] 邹登峰,高雅,张可峰.不同品种芒果叶中芒果苷含量的测定[J].安徽农业科学,2010,38(6):2947.
- [4] 邓家刚,冯旭,王勤,等.不同产地及不同品种芒果叶中芒果苷的含量对比研究[J].中成药,2006,28(12):1755.
- [5] 孟丽丽,刘红星,吴怀恩.扁桃叶挥发油化学成分研究[J].广西植物,2011,31(2):278.
- [7] 戴航.扁桃叶有效化学成分及药理研究[D].南宁:广西大学,2003.
- [8] 周荣光,杨兆祥,王金,等.扁桃叶的化学成分研究[J].天然产物研究与开发,2012,24(9):1217.
- [9] 孟丽丽,刘红星,吴怀恩.扁桃叶挥发油化学成分研究[J].广西植物,2011,31(2):278.

[责任编辑 顾雪竹]