

doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2020.13.016

瑶药花皮胶藤药材质量标准研究*

王凯, 欧春丽, 张文玉, 莫单丹, 周小雷, 王硕, 龚小妹[△]

(广西壮族自治区药用植物园·西南濒危药材资源开发国家工程实验室, 广西南宁 530023)

摘要:目的 制订瑶药花皮胶藤药材的质量标准。方法 对花皮胶藤进行性状鉴别、显微鉴别、薄层色谱鉴别;按2015年版《中国药典(一部)》通则2201、通则2302、通则0832分别测定浸出物、总灰分、酸不溶性灰分、水分。结果 样品的性状和显微特征明显;薄层色谱显色清晰,与其他斑点分离良好,无干扰;12个不同产地花皮胶藤药材的醇浸出物为11.50%~24.91%,总灰分为3.86%~8.62%,酸不溶性灰分为0.447%~4.253%,水分为11.63%~14.90%。结论 该方法操作方便,准确度高,可为制订花皮胶藤药材的质量标准提供参考。

关键词:花皮胶藤;中药材;质量标准;薄层色谱法

中图分类号:R932;R284.1;R286.0

文献标识码:A

文章编号:1006-4931(2020)13-0060-03

Quality Standard of Yao Medicine *Ecdysanthera utilis*

WANG Kai, OU Chunli, ZHANG Wenyu, MO Dandan, ZHOU Xiaolei, WANG Shuo, GONG Xiaomei

(Institute of Guangxi Medicinal Plant · National Engineering Laboratory of Southwest Endangered Medicinal Resources Development, Nanning, Guangxi, China 530023)

Abstract: Objective To formulate the quality control specification of Yao medicine *Ecdysanthera utilis*. **Methods** The characterization, microscopic identification, and thin layer chromatography(TLC) identification of *Ecdysanthera utilis* were carried out; the extract, total ash, acid insoluble ash, and moisture were determined respectively according to the General Regulation 2201, General Regulation 2302, and General Regulation 0832 in the *Chinese Pharmacopoeia* (Volume I, 2015 edition). **Results** The samples had obvious traits and microscopic features; the TLC color was clear, and it was well separated from other spots without interference. The alcohol extracts of *Ecdysanthera utilis* from 12 different places of origin were 11.50%–24.91%, total ash 3.86%–8.62%, acid insoluble ash 0.447%–4.253%, and moisture 11.63%–14.90%. **Conclusion** This method is easy to operate and has high accuracy, which can provide a reference for formulating the quality standard of medicinal material *Ecdysanthera utilis*.

Key words: *Ecdysanthera utilis*; Chinese medicinal material; quality standard; thin layer chromatography

花皮胶藤为夹竹桃科花皮胶藤 *Ecdysanthera utilis* Hay. et Kaw. 的茎皮,为104种瑶药经典老班药花九牛,又名花杜仲藤、刺耳南、刺耳蓝、眼角蓝,其味苦、涩,性微温,具有舒筋活络、活血消肿功效,主治风湿跌打、外伤筋断、小儿白疱疹等^[1-2]。目前,花皮胶藤与杜仲藤均以杜仲藤为正名 *Urceola micrantha* (Wallich ex G. Don) D. J. Middleton。《广西植物名录》记载,杜仲藤又名刺耳南,分布于广西上林、临桂、苍梧、藤县、合浦、东兴、钦州、平南、容县、陆川、博白、北流、白色、靖西、宁明、龙州、上思、金秀等地^[3-4]。《广西药用植物名录》记载,花皮胶藤用于小儿脓疱疹^[5]。《中华本草》记载,花杜仲藤味苦、辛,性平,具有祛风通络、活血消肿、解毒功效,主治小儿麻痹后遗症、风湿骨痛、跌打损伤、疮毒^[6-7]。本研究对其性状、显微鉴别、薄层鉴别及其灰分、水分、浸出物等进行了系统研究。现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

CP224S型电子分析天平(德国Sartorius,精度为0.0001g);DM2000型生物显微镜(德国徕卡公司);SX2-4JOA型箱式电阻炉(上海比乐得仪器实业有限公司);101-1型电热鼓风干燥箱(上海沪南科学仪器联营厂);W201型恒温浴锅(上海申生科技有限公司);高速万能粉碎机(天津泰斯特仪器有限公司);KQ5200型超声波清洗器(昆山超声波仪器有限公司,功率为250W,频率为25kHz);ZMQS50001型超纯水机(美国Millipore Milli-Q Academic);薄层色谱硅胶GF₂₅₄板(青岛海洋化工有限公司,批号为20180609,规格分别为50mm和100mm,厚度为0.20~0.25mm)。

1.2 试剂

水为超纯水,其余试剂均为分析纯,均购自成都市科龙化工试剂厂;花皮胶藤样品信息见表1,经广西药用植物园中药材标本馆刘寿养教授鉴定为正品。样品保

*基金项目:广西壮族自治区科学技术厅重大专项计划项目[桂科重1598005-10];广西药品监督管理局项目[MZY2015004];广西研究生创新创业教育暨联合培养基地示范建设项目[20170703];广西研究生创新创业教育暨联合培养基地示范建设项目[20180606]。

第一作者:王凯,男,大学本科,助理研究员,研究方向为药品生产和中药学,(电子信箱)312695048@qq.com。

[△]通信作者:龚小妹,女,硕士研究生,助理研究员,主要从事新药研发工作,(电子信箱)3376346607@qq.com。

表1 花皮胶藤样品信息

编号	药用部位	采集方式	产地/采集地	采集人/收集人	样品状态	质量(g)
1	茎皮	自购	广西大新	周小雷	药材	500
2	茎皮	自购	广西东兴	周小雷	药材	500
3	茎皮	自购	广西永福	王硕	药材	500
4	茎皮	自购	广西蒙山	周小雷	药材	500
5	茎皮	自购	广西横县	周雅琴	药材	500
6	茎皮	自购	广西天等	王硕	药材	500
7	茎皮	自采	广西上思那齐	黄捷,赵以民	药材	500
8	茎皮	自采	广西钦州大直	黄捷,赵以民	药材	500
9	茎皮	自采	广西防城港	黄捷,赵以民	药材	500
10	茎皮	自购	广西全州	赵以民,黄捷	药材	500
11	茎皮	自购	广西金秀	黄捷	药材	500
12	茎皮	自购	广西荔浦	周雅琴	药材	500

注:花皮胶藤样品9为我所中药标本室人员野外采集所得,制成腊叶标本后经广西药用植物中药材标本馆刘寿养教授、余丽莹教授鉴定为夹竹桃科植物花皮胶藤 *Ecdysanthera utilis* Hayata et Kawakami 的茎皮,试验中以该样品作为花皮胶藤的对照药材与其他样品进行对比研究。

存于广西药用植物研究所中药标本室。

2 方法与结果

2.1 性状鉴别

本品树皮厚1~3 mm,外表面紫褐色或棕褐色,粗糙,皮孔白色,密而明显,刮去栓皮显棕黄色。内表面淡红褐色,具细纵纹。折断面有稀疏白色胶丝相连,弹性差,气微,味微涩。详见图1和图2。



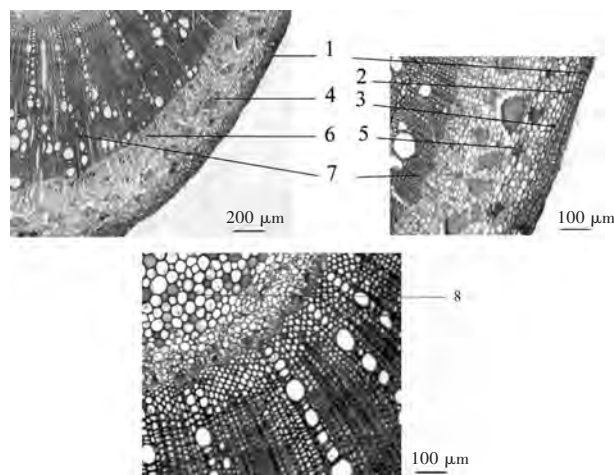
图1 花皮胶藤原植物



图2 花皮胶藤药材

2.2 显微鉴别(切片)^[8]

茎横切面:木栓层为4~8余列扁平细胞;栓内层细胞为2~5余列长方形细胞,壁稍增厚,有时可见石细胞散在;皮层较宽广,中柱鞘纤维和石细胞相伴,断续排列成环状;韧皮部外侧散有石细胞,射线1~3列细胞;导管大小不一,2~10个相连径向排列或单个散在,木纤维成群分布;髓部细胞类圆形,胞间隙小三角形。详见图3。

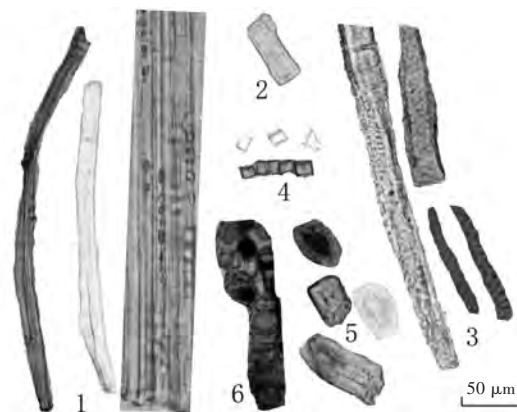


1. 木栓层 2. 木栓形成层 3. 栓内层 4. 纤维束
5. 石细胞群 6. 韧皮部 7. 木质部 8. 髓

图3 花皮胶藤茎横切面图

2.3 粉末显微特征

粉末呈棕色或红棕色。石细胞甚多,多形大壁厚,散在分布或成群分布,类方形、类长方形、长条形或不规则多角形,壁厚7~24 μm;草酸钙方晶较多,散在分布或成群分布,类方形、类长方形或多边形,直径5~15 μm,晶鞘显微多见;导管为螺纹导管、网纹导管、具缘纹孔导管;淀粉粒少见,单粒或复粒。详见图4。



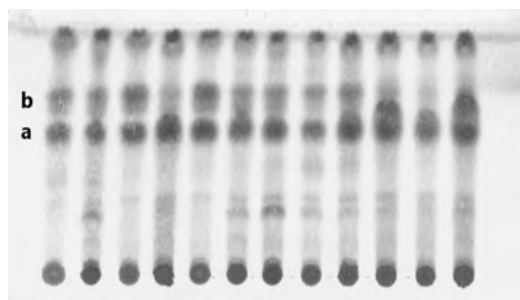
1. 纤维及晶鞘纤维 2. 射线细胞 3. 导管
4. 草酸钙方晶 5. 石细胞 6. 木纤维

图4 花皮胶藤粉末图

2.4 薄层鉴别

分别称取1~12号花皮胶藤药材粉末(过65目四

号筛)各5 g,加95%乙醇20 mL,超声提取1 h,滤过,滤液回收乙醇,水转移至分液漏斗中,用乙酸乙酯20 mL振摇提取,乙酸乙酯层用水15 mL洗涤,弃去水层,乙酸乙酯层置水浴上蒸干,残渣加甲醇2 mL使溶解,作为供试品溶液。另取花皮胶藤对照药材5 g,同法制成对照药材溶液。按2015年版《中国药典(一部)》附录VB薄层色谱法试验,吸取上述2种溶液各1 μ L,分别点于同一硅胶G薄层板上,以氯仿-乙酸乙酯-乙酸(90:10:1, V/V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%磷钼酸乙醇液(g/mL)。供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液色谱相应位置上显相同颜色的斑点。色谱图见图5。经耐受性试验考察,花皮胶藤薄层色谱系统耐受性条件为:温度10~40℃,相对湿度30%~70%。



1. 大新 2. 东兴 3. 永福 4. 蒙山 5. 横县 6. 天等
7. 上思那齐 8. 钦州大直 9. 花皮胶藤对照药材
10. 全州 11. 金秀 12. 荔浦

注:a,b为主斑点。

图5 花皮胶藤薄层色谱图

2.5 浸出物、总灰分、酸不溶性灰分和水分测定^[9]

浸出物测定按2015年版《中国药典(一部)》通则2201测定,以95%乙醇为溶剂,采用冷浸法;总灰分、酸不溶性灰分测定按2015年版《中国药典(一部)》通则2302中灰分测定法测定;水分按2015年版《中国药典(一部)》通则0832中水分测定法测定。结果见表2。鉴于本品来自于野生资源,产地和采收情况较复杂,暂定为总灰分不得超过9.0%,酸不溶性灰分不得超过5.0%,水浸出物不得低于15.0%,醇浸出物不得低于12.0%,水分不得超过15.0%。详见表2。

3 讨论

瑶药花皮胶藤药材的薄层鉴别方法中,曾以氯仿-丙酮(10:1, V/V)、氯仿-乙酸乙酯-乙酸(9:1:0.1, V/V/V)、氯仿-乙酸乙酯-乙酸(10:1:0.1, V/V/V)、氯仿-乙酸乙酯-乙酸(12:1:0.1, V/V/V)、氯仿-丙酮(9:1, V/V)、石油醚-丙酮(5:1, V/V)为展开剂进行层析预试验,结果以氯仿-乙酸乙酯-乙酸(90:10:1, V/V/V)为展开剂,以10%磷钼酸乙醇液(g/mL)为显色剂展开,所得薄层斑点清晰,分离效果

表2 各产地花皮胶藤水分、灰分及浸出物测定结果(%)

来源	水分	总灰分	酸不溶灰分	水浸出物	95%乙醇浸出物
广西大新	14.90	6.15	2.217	18.89	16.04
广西东兴	13.15	5.92	0.753	24.02	24.54
广西永福	14.31	8.62	4.253	17.14	15.69
广西蒙山	11.91	8.44	2.106	19.02	18.60
广西横县	13.94	5.00	1.411	14.56	11.50
广西天等	13.44	4.24	0.735	17.02	16.79
广西上思	12.77	4.92	0.447	25.67	24.91
广西钦州	11.63	4.15	0.709	20.64	19.16
广西防城港	12.44	3.86	0.476	18.62	17.99
广西全州	13.23	8.29	1.624	17.63	17.22
广西金秀	13.27	7.18	1.348	22.69	21.05
广西荔浦	11.69	8.61	1.600	17.72	16.23
平均值	13.06	6.28	1.470	19.47	18.31

好,故以此展开条件为展开系统。

化学成分预试验^[10]结果表明,瑶药花皮胶藤可能含有三萜、甾体、糖类、苷类、酚类、皂苷、蒽醌、内酯、鞣质、有机酸等化学成分,但目前尚无有关化学成分的研究报道。因此,瑶药花皮胶藤的薄层鉴别无对照品进行质量控制研究,只能以对照药材作为对照进行薄层层析研究。药材中有效成分检测指标的缺失严重影响其药材质量,建立瑶药花皮胶藤成分的定性定量检查方法,对于保证瑶药花皮胶藤药材的质量具有重要意义。因此,本研究中在其薄层色谱识方法的基础上,拟对其活性成分进行分离、纯化作为药材的质控指标,制订其含量限度,以期科学、有效地控制药材的质量,保证其临床疗效。

参考文献:

- [1] 覃迅云,罗金裕,高志刚. 中国瑶药学[M]. 北京:民族出版社, 2002:49-50.
- [2] 崔馨云,孙伟,熊超. 基于DNA条形码技术对23种未知黎药进行物种鉴定[J]. 中国中药杂志,2019,44(2):283-292.
- [3] 覃海宁. 广西植物名录[M]. 北京:科学技术出版社,2010:16.
- [4] 毕和平,韩长日,陈明松. 光度法测定杜仲藤中总黄酮[J]. 理化检验:化学分册,2008,44(5):453-457.
- [5] 方鼎. 广西药用植物名录[M]. 南宁:广西人民出版社, 1986:366.
- [6] 黄元河,黄云峰,潘乔丹. 广西百色市右江区药用植物资源多样性研究[J]. 中药材,2017,40(6):1274-1279.
- [7] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草(第6册)[M]. 上海:上海科学技术出版社,1999:286-287.
- [8] 张征. 川加皮药材薄层色谱法鉴别研究[J]. 临床医药文献杂志,2017,4(11):2136.
- [9] 樊溪源,王硕,周小雷,等. 铜钻药材质量标准[J]. 中国实验方剂学杂志,2015,21(4):48-51.
- [10] 袁经权,周小雷,王硕,等. 瑶药花九牛的化学成分预试验[J]. 中国民族民间医药,2010,19(23):7-13.

(收稿日期:2019-11-26)