

not exceed 13.0%, the total ash content should not exceed 4.4%, the acid insoluble ash content should not exceed 0.4%, and the extract content extracted by 50% ethanol should not be less than 25.0%. The study results are reliable and can provide a reference for the establishment of qualitative quality standards for Choerospondiatis Cortex.

Key words: Choerospondiatis Cortex; quality standard; morphological identification; microscopic identification; TLC

南酸枣树皮为漆树科植物南酸枣 *Choerospondias axillaris* (Roxb.) Burt et Hill. 的树皮, 别名五眼果、酸枣、酸醋树等, 主要分布于广西、广东、湖南、湖北等地, 全年可采^[1]。其主要含有南酸枣苷、(+)-儿茶素、柚皮素、没食子酸、乔松素等化学成分^[2-3]。南酸枣树皮性寒, 味酸涩, 具有清热毒、杀虫收敛、消食滞功效, 可用于治疗汤火伤、食滞腹满、疮疡溃烂、疝气等^[4]。此外, 南酸枣树皮水煎液可通过调控蛋白酪氨酸磷酸酶 (PTEN) 介导的信号通路, 显著改善慢性难愈合创面模型大鼠的细胞结构异常, 促进创面组织修复^[5]。现阶段对南酸枣树皮的研究主要集中于其化学成分和药理作用^[6-7], 以及其果实和栽培方式的研究^[8-11], 而对其性状特征、显微鉴别及薄层色谱 (TLC) 等质量控制方面的研究未见报道。因此, 本研究中以南酸枣树皮药材进行性状、显微鉴别和 TLC 鉴别, 并对不同产地药材样品进行水分、总灰分与酸不溶性灰分及浸出物的含量测定, 为其质量标准的建立提供参考。现报道如下。

1 仪器与试药

1.1 仪器

DMB-1223 型 Motic 生物显微镜 (麦克奥迪实业集团有限公司); EL204 型电子天平 (梅特勒-托利多仪器有限公司); HWS-24 型电热恒温水浴锅、SX2 系列 12-10A 型箱式电阻炉 (上海齐欣科学仪器有限公司); DHG-9203A 型电热恒温鼓风干燥箱 (泰州市苏京实验仪器科技有限公司); UPK-II 型优普系列超纯水机 (成都超纯科技有限公司); KQ5200DE 型超声波清洗器 (昆山市超声仪器有限公司); DL-1 型电子万用炉 (上海科恒实业发展有限公司); DFY-500 型摇摆式粉碎机 (温岭市林大机械有限公司); ZF-7 型暗箱式三用紫外分析仪 (上海嘉鹏科技有限公司)。

1.2 试药

南酸枣苷对照品 (批号为 AF22032901)、柚皮素对照品 (批号为 AF20110451)、乔松素对照品 (批号为 AF20092707), 均购于成都埃法生物科技有限公司, 含量均不低于 98.0%; 硅胶 G 薄层板 (青岛海洋化工有限公司, 批号为 20220608); 试验所用试剂均为分析纯, 水为超纯水。南酸枣树皮药材均采集于广西壮族自治区野外, 经广西中医药大学韦松基教授鉴定为正品, 样品信息见表 1, 以编号 NSZSP-11 药材作为对照药材。

表 1 南酸枣树皮药材样品信息

Tab. 1 Information of Choerospondiatis Cortex samples

编号	采集地点	采集时间
NSZSP-1	南宁市武鸣区双桥镇	2020-06
NSZSP-2	南宁市兴宁区四塘镇	2020-06
NSZSP-3	梧州市藤县平福乡	2020-06
NSZSP-4	防城港市防城区峒中镇	2020-07
NSZSP-5	防城港市防城区那良镇	2020-07
NSZSP-6	防城港市上思县思阳镇	2020-07
NSZSP-7	南宁市武鸣区大明山	2020-07
NSZSP-8	南宁市高峰林场	2020-06
NSZSP-9	防城港市上思县公正乡	2020-08
NSZSP-10	崇左市扶绥县龙头乡	2020-08
NSZSP-11	南宁市武鸣区大明山	2020-06

2 方法与结果

2.1 性状鉴别

药材样品为灰褐色, 呈不规则片状或槽状卷片, 厚 2~3 mm, 其中未除去粗皮的老皮, 外表面粗糙, 呈灰棕色至棕褐色, 有宽纵裂纹及细纵裂纹, 栓皮呈鳞片状剥落, 小枝粗壮, 暗紫褐色, 无毛, 具灰棕色椭圆形横长皮孔。除去外皮者, 表面为淡黄色, 内表面为黄白色。质韧, 难折断, 断面具纤维性。详见图 1。

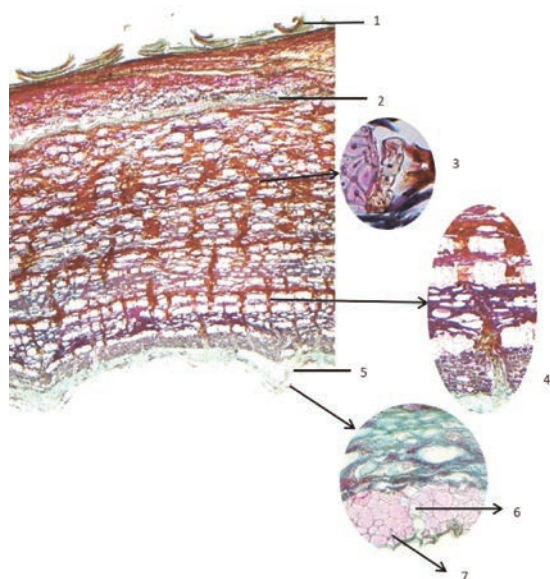


图 1 南酸枣树皮药材外观图

Fig. 1 The picture of Choerospondiatis Cortex

2.2 显微鉴别^[12]

横切面: 取新鲜药材样品直径 3~10 mm 部分, 石蜡切片, 经双重染色制成永久片^[12]。生物显微镜下可见落皮层多残存, 内侧有数个木栓组织层带, 层带内壁有增厚且木化的木栓细胞, 两层带间为颓废的皮层组织, 细胞壁木化。纤维束多角形, 占大部分, 射线 3~4 列细胞, 近韧皮部时向一方偏斜; 草酸钙方晶多散在纤维束内。多散在异形石细胞和薄壁细胞, 含少数气孔。详见图 2。



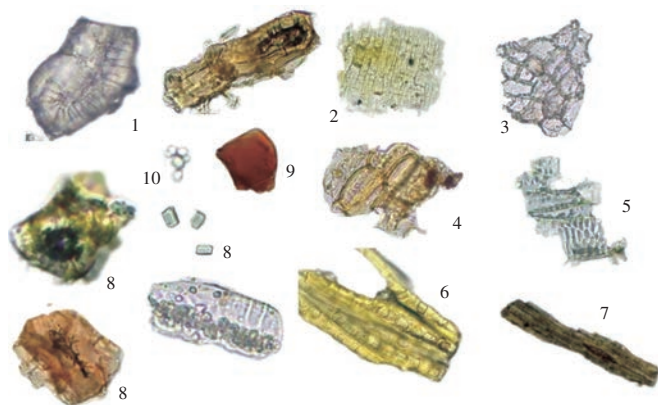
1. 落皮层 2. 木栓层 3. 石细胞层 4. 射线 5. 韧皮部
6. 草酸钙方晶 7. 纤维束

图2 南酸枣树皮药材横切面显微图(×40)

1. Rhytidome 2. Phellem layer 3. Stone cell layer 4. Ray 5. Phloem
6. Calcium oxalate square crystal 7. Fiber bundle

Fig.2 Microscopic view of the cross-section of Choerospondiatis Cortex (×40)

粉末特征:呈红棕色。木射线和晶鞘纤维较多,直径102~904 μm;草酸钙方晶和淀粉粒多散在,方晶直径7~9 μm,淀粉粒直径2~7 μm;石细胞众多,呈圆锥形、卵圆形、类方形或不规则分枝状,壁厚者层纹明显,直径18~33 μm;含棕色块;纤维细胞多角形,垂周壁薄,有的呈细波状弯曲。详见图3。



1. 石细胞 2. 木栓细胞 3. 表皮细胞 4. 表皮细胞及油细胞
5. 具缘纹孔导管 6. 晶鞘纤维 7. 木射线 8. 草酸钙方晶
9. 棕色块 10. 淀粉粒

图3 南酸枣树皮药材粉末显微图(×40)

1. Stone cell 2. Cork cell 3. Epidermal cell 4. Epidermal and oil cells
5. Bordered pit vessel 6. Crystal sheath fiber 7. Wood ray
8. Calcium oxalate square crystal 9. Brown block 10. Starch grain

Fig.3 Microscopic view of the powder of Choerospondiatis Cortex(×40)

2.3 水分、灰分、浸出物测定

水分测定:取各批次药材样品粉末适量,精密称定,按2020年版《中国药典(四部)》通则0832水分测定法第二法(烘干法)^[13]^[14]测定药材样品水分含量,结果见表2。可见,11批药材样品水分含量为10.24%~10.41%,平均10.33%。考虑到该药材产于气候较湿润的南方,故初步拟订南酸枣树皮药材水分含量不得过13.0%。

总灰分测定:取各批次药材样品粉末适量,精密称定,按2020年版《中国药典(四部)》通则2302灰分测定法^[13]^[234]测定药材样品总灰分含量,结果见表2。可见,11批药材样品总灰分含量为3.24%~3.93%,平均3.64%。初步拟订南酸枣树皮药材总灰分含量不得过4.4%。

酸不溶性灰分测定:取各批次药材样品粉末适量,精密称定,按2020年版《中国药典(四部)》通则2302灰分测定法^[13]^[234]测定药材样品酸不溶性灰分含量,结果见表2。可见,11批药材样品酸不溶性灰分含量为0.26%~0.34%,平均0.31%。初步拟订南酸枣树皮药材酸不溶性灰分含量不得过0.4%。

浸出物测定:取各批次药材样品粉末适量,精密称定,按2020年版《中国药典(四部)》通则2201浸出物测定法^[13]^[232]项下醇溶性浸出物测定法测定药材样品浸出物含量,结果见表2。可见,11批药材样品50%乙醇浸出物含量为29.87%~33.58%,平均31.30%。考虑到南酸枣树皮药材样品来源的差异性,初步拟订浸出物含量不少于25.0%。

2.4 TLC鉴别^[14-15]

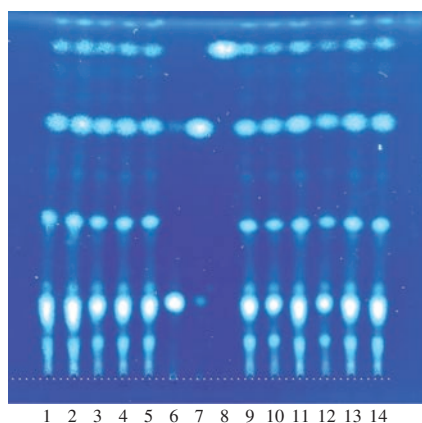
取药材样品粉末(过1号筛,下同)0.5 g,精密称定,置50 mL磨口锥形瓶中,加80%甲醇10 mL,超声

表2 药材样品水分、灰分、浸出物含量测定结果(%,n=3)

Tab.2 Results of the content determination of water, ash, and extracts in medicinal materials samples (%, n=3)

编号	水分	总灰分	酸不溶性灰分	浸出物
NSZSP-1	10.25	3.71	0.31	30.09
NSZSP-2	10.29	3.49	0.33	29.87
NSZSP-3	10.35	3.70	0.29	31.96
NSZSP-4	10.24	3.93	0.33	30.27
NSZSP-5	10.38	3.71	0.33	33.58
NSZSP-6	10.41	3.45	0.30	33.29
NSZSP-7	10.32	3.88	0.26	30.00
NSZSP-8	10.35	3.24	0.32	30.26
NSZSP-9	10.30	3.77	0.26	30.40
NSZSP-10	10.40	3.56	0.31	32.61
NSZSP-11	10.29	3.64	0.34	31.98

(功率 250 W、频率 40 kHz, 下同)提取 60 min, 滤过, 取滤液, 即得供试品溶液。取南酸枣苷、柚皮素、乔松素对照品各适量, 加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的单一对照品溶液。取对照药材粉末 0.5 g, 精密称定, 同供试品溶液制备方法制备对照药材溶液。按 2020 年版《中国药典(四部)》通则 0502 TLC 法, 吸取上述溶液各 5 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-甲醇-甲酸(7:1:0.6, V/V/V)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5% 三氯化铝乙醇溶液, 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰, 置紫外光灯(365 nm)下检视。结果供试品溶液色谱中, 在与对照药材溶液色谱和对照品溶液色谱相应位置上显相同颜色斑点。详见图 4。



1-5, 9-13. 供试品溶液(编号 NSZSP-1 至 NSZSP-5, NSZSP-6 至 NSZSP-10) 6. 南酸枣苷对照品溶液 7. 柚皮素对照品溶液
8. 乔松素对照品溶液 14. 对照药材溶液

图 4 薄层色谱图

1-5, 9-13. Test solution (No. NSZSP-1 to NSZSP-5, NSZSP-6 to NSZSP-10) 6. Choerospondin reference solution 7. Naringenin reference solution 8. Josephine reference solution 14. Reference medicinal materials solution

Fig. 4 TLC chromatograms

3 讨论

TLC 预试验中, 比较了不同极性展开系统, 如石油醚-乙酸乙酯-甲酸(10:1:0.6, V/V/V), 三氯甲烷-甲醇-甲酸(8:1:0.6, V/V/V), 三氯甲烷-甲醇-甲酸(7:1:0.6, V/V/V)等^[14-15]。最终确定以三氯甲烷-甲醇-甲酸(7:1:0.6, V/V/V)为展开系统, 分离度相对较高, 斑点清晰。比较了不同显色剂和不同展距, 发现以 15 cm 为展距, 斑点分离度最佳。确定以 5% 三氯化铝乙醇溶液为显色剂, 置紫外光灯(365 nm)下检视, 显绿色荧光斑点, 且斑点清晰易见。同时, 还分别考察了不同提取溶剂对药材样品浸出物含量的影响, 以水、不同体积分数(30%, 50%, 70%, 95%)乙醇为提取溶剂, 均分别采用冷浸法和热浸法, 结果热浸法浸出物含量高于冷浸法浸出物含量, 50% 乙醇浸出物含量明显高于其他体

积分数乙醇浸出物, 故选择 50% 乙醇作为提取溶剂。

药材样品项目检查中, 11 批药材样品水分含量为 10.24%~10.41%, 总灰分含量为 3.24%~3.93%, 酸不溶性灰分含量为 0.26%~0.34%, 50% 乙醇热浸法浸出物含量为 29.87%~33.58%。

综上所述, 初步拟订南酸枣树皮药材样品水分含量不得过 13.0%, 总灰分含量不得过 4.4%, 酸不溶性灰分含量不得过 0.4%, 50% 乙醇浸出物含量不少于 25.0%。本研究结果可靠, 可为南酸枣树皮药材质量定性标准的建立提供参考。

参考文献

- [1] 江苏新医学院. 中药大辞典[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1977: 1314.
- [2] 李长伟, 崔承彬, 蔡兵, 等. 南酸枣中没食子酰葡萄糖苷类化学成分及其体外抗肿瘤抗缺氧抗菌活性[J]. 国际药学研究杂志, 2014, 41(4): 449-455.
- [3] WEI WY, SU YJ, LI C, et al. A Summary of Studies on the Bark of a National Medicine *Choerospondias axillaris* [J]. Medicinal Plant, 2021, 12(5): 81-83.
- [4] 广西壮族自治区革命委员会卫生管理服务局. 广西中草药: 第 2 册[M]. 南宁: 广西人民出版社, 1970: 336.
- [5] 何晓微, 黄欣, 狄钾骐, 等. 壮药南酸枣树皮对大鼠慢性难愈合创面 PTEN、VEGF 表达的影响[J]. 海南医学院学报, 2019, 25(11): 801-804.
- [6] LI CW, CUI CB. One new and nine known flavonoids from *Choerospondias axillaris* and their *in vitro* antitumor, anti-hypoxia and antibacterial activities[J]. Molecules, 2014, 19(12): 21363-21377.
- [7] LI CW, HAN B, CAI B, et al. Choerosponins A and B, Two New Cytotoxic Bridged-Ring Ketones and the Determination of Their Absolute Configurations[J]. Molecules, 2017, 22(4): 531.
- [8] 李婷婷, 侯梦丹, 邓欣妍, 等. 贵州习水国家级自然保护区 4 种植被类型树附生苔藓植物多样性研究[J]. 生态环境学报, 2022, 31(8): 1556-1565.
- [9] 买凯乐, 朱昌叁, 冯立新, 等. 桂西北不同种源香椿、南酸枣早期表现[J]. 广西林业科学, 2022, 51(2): 236-240.
- [10] 高阳, 巴元富, 李宏宇, 等. 不同贮藏温度条件下南酸枣果实色泽和质地的变化[J]. 经济林研究, 2021, 39(4): 239-245.
- [11] 李若熙, 王洋, 康旭, 等. 南酸枣乳酸菌饮料发酵条件的优化[J]. 食品研究与开发, 2022, 43(24): 134-141.
- [12] 温海成, 刘华钢, 韦松基, 等. 壮药盒果藤的鉴别特征研究[J]. 中华中医药杂志, 2018, 33(2): 737-740.
- [13] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(四部)[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- [14] 唐炳兰, 莫单丹, 龚小妹, 等. 瑶药大猪屎豆质量标准研究[J]. 中国药业, 2022, 31(4): 67-70.
- [15] 王凯, 欧春丽, 张文玉, 等. 瑶药花皮胶藤药材质量标准研究[J]. 中国药业, 2020, 29(13): 60-62.

(收稿日期: 2022-07-23; 修回日期: 2022-11-08)