

斑花黄堇质量标准研究

吴 江^{1,2}, 马如媛¹, 林鹏程^{2,3}

(1. 青海民族大学化工学院, 青海 西宁 810007; 2. 青海省青藏高原植物化学重点实验室, 青海 西宁 810007; 3. 青海民族大学药学院, 青海 西宁 810007)

摘要:目的 为斑花黄堇质量标准的制定与开发利用提供依据。方法 通过性状鉴别、基原鉴别、显微鉴别、薄层鉴别进行定性鉴别;通过水分、灰分(总灰分、酸不溶性灰分)、浸出物(醇溶性浸出物、水溶性浸出物)进行药材质量检测;采用 HPLC 法进行含量测定。结果 斑花黄堇显微特征为叶表皮细胞表面观呈多角形,垂周壁波状弯曲且连珠状增厚。花粉粒类圆形。非腺毛单细胞,壁厚。导管主要为梯形导管和螺纹导管。薄层鉴别显示不同来源的斑花黄堇出现相同位置的斑点,且斑点清晰,分离度好;斑花黄堇水分 7.38%~10.30%;总灰分 9.33%~16.20%;酸不溶性灰分 0.67%~3.34%;醇溶性浸出物 5.73%~8.64%;水溶性浸出物 17.73%~27.39%;异紫堇定碱含量 0.001%~0.018%。结论 建立的方法操作简便,精密度高,重复性好,可用于斑花黄堇的质量控制。

关键词:斑花黄堇;质量标准;HPLC

中图分类号: R282

文献标志码: B

文章编号: 1001-1528(2022)09-2971-04

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2022.09.041

斑花黄堇是具有活血散瘀、利气止痛等功能的罂粟科紫堇属植物。斑花黄堇的药用部位为全草,用于清热解毒、止痛、治热性传染病等^[1],主要分布在甘肃西南部、青海西南部、四川西北及西部地区、西藏东部和中部,适生于海拔 4 300~5 300 m 青藏高原。因其生境环境恶劣、分布区域狭窄、全草采挖等原因,资源面临濒危。藏药厂和藏医院已用灰绿黄堇等其他紫堇属作为替代药材使用^[2],资源利用杂乱。斑花黄堇藏药材依赖于原产地采挖,尚无规模化种植生产。为提高其用药质量,迫切需要建立斑花黄堇质量标准。鉴于此,对斑花黄堇的性状、基原、显微特征、薄层色谱、水分、灰分、浸出物、有效成分含量等项进行深入研究,为其质量标准的制定与开发利用提供依据。

1 材料

Sartorius BS 224 S 电子天平(德国 Sartorius 公司);KQ-500DE 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);OLYMPUS BX-51 显微成像仪(日本 Olympus 公司);卡玛数码薄层成像仪(瑞士卡玛公司);101-A 电热鼓风干燥箱(上海实验仪器厂有限公司);Aglient1200 型高效液相色谱仪(美国安捷伦有限公司)。

硅胶 G 板(10 cm×20 cm)(青岛海洋化工有限公司)。碘化铯钾(分析纯)(天津百世化工有限公司);碘化碘钾(分析纯)(天津百世化工有限公司);水合氯醛(分析纯)(天津百世化工有限公司);异紫堇定碱对照品(上海宝曼生物科技有限公司);甲醇、乙腈、磷酸(天津百世化工有限公司);其他试剂(分析纯)。

本研究所用药材收集不同产地及来源的斑花黄堇药材共计 8 批,经过青海民族大学药学院林鹏程教授鉴定为罂粟科植物斑花黄堇 *Corydalis conspersa* Maxim. 的草本植物,见表 1。

表 1 样品信息

编号	基原	产地
1	<i>Corydalis conspersa</i>	青海省治多县
2	<i>Corydalis conspersa</i>	青海省互助土族自治县
3	<i>Corydalis conspersa</i>	青海省祁连县
4	<i>Corydalis conspersa</i>	青海省贵德县
5	<i>Corydalis conspersa</i>	青海省达日县
6	<i>Corydalis conspersa</i>	青海省玉树县
7	<i>Corydalis conspersa</i>	青海省循化撒拉族自治县
8	<i>Corydalis conspersa</i>	青海省囊谦县

2 方法

2.1 药物鉴别

2.1.1 性状鉴别 本品丛生草本。根子红色,根茎短,簇生棒状肉质须根,茎发自基生叶腋,裸露,不分枝。总状花序头状,多花,花淡黄色,具棕色斑点。苞片菱形,棕褐色,具流苏状齿。气味浓。微苦。

2.1.2 基原鉴定 本品丛生草本,高 5~30 cm。根茎短,簇生棒状肉质须根,上部具叶和 1~4 茎。茎发自基生叶腋,基部稍弯曲,裸露,其上具叶,不分枝。基生叶多数,约长达花序基部;叶柄约与叶片等长,基部鞘状宽展;叶片长圆形,二回羽状全裂;一回羽片 2~8 对,对生或近对生;二回羽片常仅 3 枚,三深裂,裂片椭圆形或卵圆形,

收稿日期:2020-10-05

基金项目:青海省青藏高原植物化学重点实验室(2022-ZJ-Y14)

作者简介:吴 江(1963—),男,教授,从事天然药物化学研究。Tel:13086284837, E-mail:kjc8806782@126.com

约长 3~4 mm, 宽 2 mm, 较密集, 常呈覆瓦状叠压。茎生叶多数, 与基生叶同形, 较小。总状花序头状, 长 2~4 cm, 宽 2~2.5 cm, 多花、密集; 花近俯垂。苞片菱形或匙形, 下部的长 6~8 mm, 宽度常大于长度, 边缘紫色, 全缘或顶端具啮蚀状齿。花梗粗短, 长约 5 mm。萼片菱形, 棕褐色, 具流苏状齿。花淡黄色或黄色, 具棕色斑点。上花瓣长 1.5~2 cm, 具浅鸡冠状突起; 距圆筒形, 钩状弯曲; 蜜腺体约贯穿距长的 1/2。下花瓣与上花瓣相似, 爪较长。内花瓣具高而伸出顶端的鸡冠状突起; 爪细长。约长于瓣片 2 倍。雄蕊束披针形。柱头近扁四方形, 顶端 2 浅裂, 具 8 乳突。蒴果长圆形至倒卵圆形, 约长 1 cm, 宽 4 mm。

2.1.3 显微鉴别 本品粉末为黄棕色或灰绿色。叶表皮细胞表面观呈多角形, 垂周壁波状弯曲且连珠状增厚。叶表面气孔不定式。花粉粒类圆形, 表面具有网状纹理。纤维大多成束, 细长且壁厚。木栓细胞壁厚, 表面观呈类多角形。非腺毛单细胞, 壁厚。导管主要为梯形导管和螺纹导管。显微特征图见图 1~8。

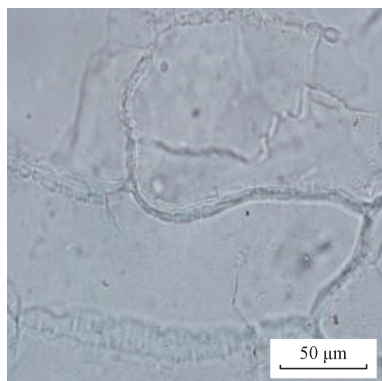


图 1 叶表皮细胞细胞壁连珠状增厚

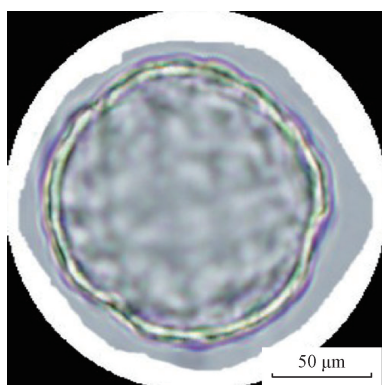


图 2 花粉粒

2.1.4 薄层鉴别

2.1.4.1 对照品溶液的制备 取异紫堇定碱对照品, 精确称量, 加入甲醇制成 0.05 mg/mL 的溶液, 即得。

2.1.4.2 供试品溶液的制备 取斑花黄堇粉末约 2.0 g, 精确称重, 加入具塞锥形瓶中, 加入氯仿-甲醇-浓氨水 (5:1:0.1) 25 mL, 于 20 ℃ 下超声提取, 过滤, 蒸发至

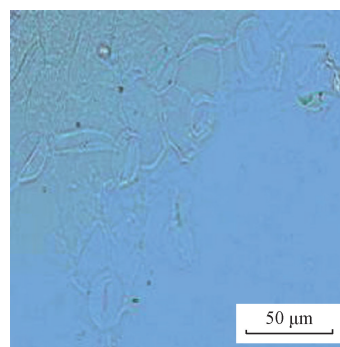


图 3 叶表面气孔

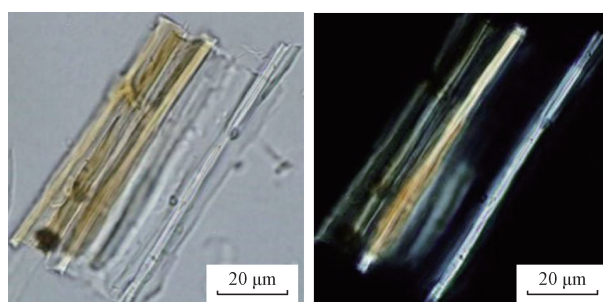


图 4 纤维束与纤维束 (偏光镜下)

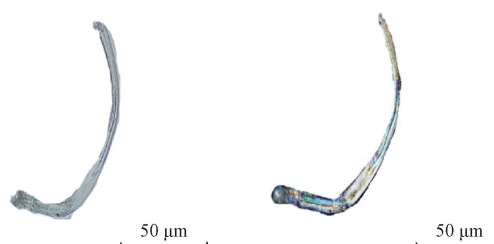


图 5 非腺毛与非腺毛 (偏光镜下)

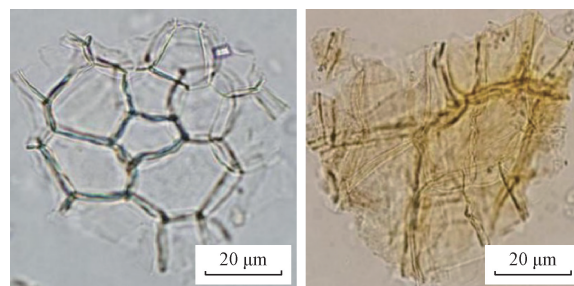


图 6 木栓细胞

干, 将残留物加至 1 mL 甲醇中, 并在 25 mL 量瓶中用甲醇稀释至规定体积。

2.1.4.3 鉴别方法 对照品溶液和供试品溶液各 5 μL, 将对照品溶液与供试品溶液点于同一硅胶 G 薄层板上, 展开剂为甲苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-氨水 (7:2.5:3:1.5:0.5) 的下层溶液, 进行展开, 取出, 晾干, 喷 3% AlCl₃ 乙醇溶液显色, 在 110 ℃ 的热板上烘烤 5 min, 在 365 nm 紫外线灯下观察。斑花黄堇色谱图和对照品溶液的色谱图中的斑点位于相应的位置呈现相同的颜色, 见图 9。



图 7 螺旋导管与梯纹导管

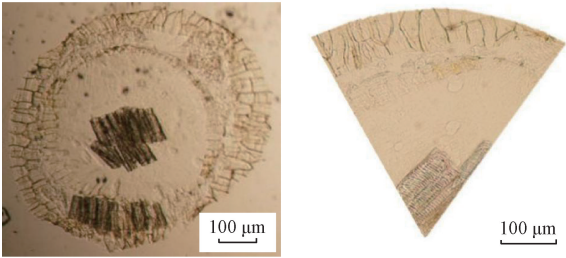
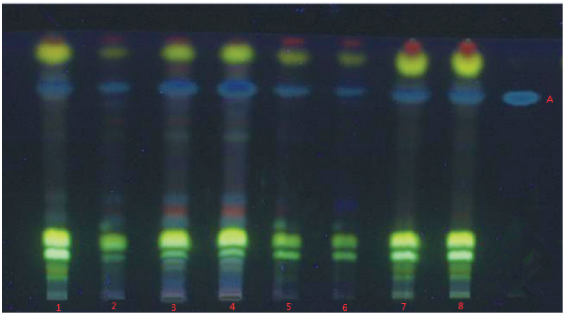


图 8 茎横切面



注：A 为异紫堇定碱对照品，1~8 为斑花黄堇样品。

图 9 斑花黄堇薄层色谱图

2.2 药物检查 对药材的常规检查可以有效地评价药材的优劣，对斑花黄堇的水分、总灰分和酸不溶性灰分及浸出物进行了检查^[3-4]，旨在建立斑花黄堇的水分检查、灰分检查、浸出物检查的标准限度，可在一定程度上反应药材质量。5 批斑花黄堇的水分分为 7.38%~10.30%；总灰分为 9.33%~16.20%；酸不溶性灰分为 0.67%~3.34%。醇溶性浸出物为 5.73%~8.64%；水溶性浸出液为 17.73%~27.39%。见表 2。

表 2 测定结果

编号	水分/%	总灰分/%	酸不溶性灰分/%	醇溶性浸出物/%	水溶性浸出物/%
1	10.30	9.33	0.73	6.69	26.21
5	7.38	11.30	1.11	5.73	17.73
6	9.87	9.42	0.67	7.22	27.39
7	8.25	16.20	3.34	6.89	25.23
8	8.85	14.74	2.32	8.64	25.21

2.3 含量测定

2.3.1 色谱条件 Hypersi BDS C₁₈ 色谱柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm)，流动相乙腈 (A) -0.2% 磷酸 (B) (0~

45 min, 5%~65% A)，梯度洗脱；体积流量 1.0 mL/min；柱温 30 ℃；检测波长 225 nm；进样体积 10 μL。理论板数按异紫堇定碱峰计算应不低于 5 000。色谱图见图 10~11。

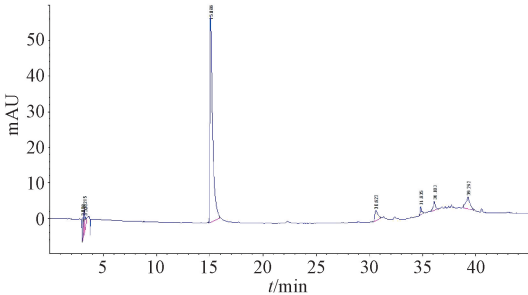


图 10 异紫堇定碱对照品色谱图

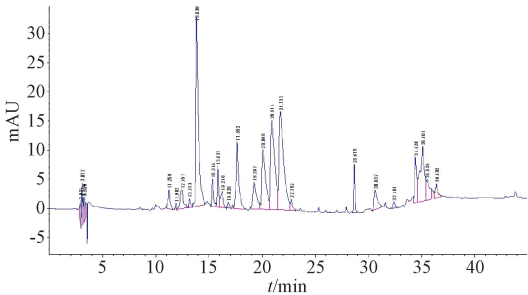


图 11 斑花黄堇色谱图

2.3.3 方法学考察

2.3.3.1 线性关系考察 准确吸取 1、2、4、6、8、16 μL 异紫堇定碱对照品溶液，在“2.3.1”项下的色谱条件下进样测定，以对照品质量浓度为横坐标 (X)，峰面积为纵坐标 (Y) 进行回归，得到回归方程为 $Y = 91.363X - 19.846$ ， $r = 0.9996$ 。异紫堇定碱在 0.05~0.8 μg 的范围内线性关系良好。

2.3.3.2 精密度试验 精密吸取对照品溶液 6 份，连续进样 6 次，记录峰面积，测得峰面积 RSD 为 0.41%，表明仪器的精密度良好。

2.3.3.3 稳定性试验 取同一份供试品溶液，分批次在室温下 0、4、8、12、24 h 进样测定，测得异紫堇定碱 RSD 为 0.81%。结果表明供试品溶液在室温下 24 h 内稳定。

2.3.3.4 重复性试验 取 6 个样品，约 2 g，在“2.1.4.2”项下方法制备，在“2.3.1”项下的色谱条件下进样测定。测得斑花黄堇中异紫堇定碱的含量为 0.007%，RSD 为 0.93%。结果表明方法重复性良好。

2.3.3.5 加样回收率试验 准确称量 6 个样品 (约 2.0 g)，加入 0.05 mg 的对照品溶液，在“2.1.4.2”项下方法制备，在“2.3.1”项下的色谱条件下进样测定，记录峰面积。斑花黄堇中异紫堇定碱的平均加样回收率为 96.40%，RSD 为 1.13%。

2.3.3.1 样品含量测定 将收集到的 8 批斑花黄堇药材，分批次在“2.1.4.2”项下方法制备供试品溶液，在“2.3.1”项下的色谱条件下进样测定，计算斑花黄堇中异紫堇定碱含量，见表 3。样品中的异紫堇定碱含量为

0.001%~0.018%。

表 3 含量测定结果

编号	异紫堇定碱/%
1	0.005
2	0.007
3	0.006
4	0.001
5	0.018
6	0.001
7	0.004
8	0.003

3 讨论

本研究通过性状特征可有效区别不同来源及易混淆品种的紫堇属藏药,其薄层图谱斑点清晰可见,分离度好,能够有效鉴别药材真伪。对水分、灰分、浸出物等项进行测定,初步确定各限量标准,斑花黄堇的水分含量应低于 9.0%,总灰分含量应低于 15.0%,酸不溶性灰分含量应低于 2.0%,醇溶性浸出物含量应高于 5.0%,水溶性浸出物含量应高于 17.0%。利用 HPLC 法测定异紫堇定碱的含量,各产地斑花黄堇含量差异大。其化学成分因受海拔、土壤、温度、光照、水分、坡度等多种生态因子的影响^[5-11]。

综上所述,本研究可作为斑花黄堇质量标准制定的参考,为其人工种植及开发利用提供质量保证。

参考文献:

- [1] 叶菊,孙立卿,确生,等.四种紫堇属藏药化学成分预实验及其生物碱含量测定[J].西北民族大学学报(自然科学版),2017,38(3):42-47.
- [2] 确生,陈卫东,杨红澎,等.青海斑花黄堇藏药资源调查[J].中药材,2017,40(11):2551-2556.
- [3] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:2020年版四部[S].北京:中国医药科技出版社,2020.
- [4] 邢潇,张航,徐彤彤,等.藜芦茎叶的质量标准研究[J].农业与技术,2019,39(24):18-21.
- [5] 杜清,吴江,刘明地,等.响应面法优化斑花黄堇中总黄酮的提取工艺[J].中药新药与临床药理,2019,30(5):608-613.
- [6] 吴蕾蕾,刘翔,卢叶,等.藏药矮紫堇质量标准研究[J].时珍国医国药,2017,28(10):2374-2377.
- [7] 陈惟思,汪晶,杨忠辉,等.藏药赛北紫堇的质量标准研究[J].中国医药导报,2019,16(21):116-119.
- [8] 黄华花,王明军,黄鸣清,等.金橘质量标准的研究[J].中成药,2020,42(4):1017-1020.
- [9] 房蕴歌,朱厚达,刘晓谦,等.苦参药材和饮片质量标准修订研究[J].中国中药杂志,2020,45(8):1756-1763.
- [10] 何育霖,蒙春旺,张潇,等.赶黄草药材质量标准研究[J].中药材,2017,40(10):2366-2371.
- [11] 陈海娟,刘亚蓉,刘学良.藏药长毛风毛菊的质量标准研究[J].中药材,2015,38(3):507-509.

2020 年版《中国药典》矿物药质量标准变化分析

陈旭华, 徐光临, 刘力*

(上海中医药大学附属曙光医院,上海 200120)

摘要:目的 对 2020 年版《中国药典》25 种天然矿物药质量标准的变化进行分析,以期为矿物药的应用和分析提供参考。方法 以 2015 年版《中国药典》为参照,2020 年版《中国药典》中矿物药的来源、性状、鉴别、检查、含量测定进行比较;并对矿物药定性、定量分析方法的最新进展进行总结。结果 2020 年版《中国药典》中,有 8 味矿物药的质量标准修订。目前矿物药定性、定量检测研究方法报道较多,但均未被纳入 2020 年版《中国药典》矿物药的质量控制,今后有望用于完善矿物药的质量标准。

关键词:矿物药;质量标准;分析方法

中图分类号:R282

文献标志码:B

文章编号:1001-1528(2022)09-2974-05

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2022.09.042

我国矿物药药用历史悠久,早在《周礼》之中就有丹砂、雄黄、矾石、磁石等的记载,是传统中药不可或缺的

一部分。我国药用矿产资源丰饶,分布广泛,但由于地质条件复杂,产地不同其共生矿产及伴生矿产往往会有所不

收稿日期:2020-11-15

基金项目:国家中医药传承创新工程内涵建设[ZY(2018-2020)-CCCX-2003-10]

作者简介:陈旭华(1996—),女,研究生。Tel:(021)53827660,E-mail:cexhanan@outlook.com

*通信作者:刘力(1961—),女,主任药师,博士生导师,从事中药学和临床药学研究。Tel:(021)53817660,E-mail:liuli2750@163.com