

木蝴蝶药材质量标准研究

林善远

(广东省新兴中药学校, 新兴, 527400)

摘要 目的:研究木蝴蝶药材的质量标准。方法:性状鉴定,粉末显微鉴定,以黄芩苷对照品作对照进行 TLC 鉴别,按《中华人民共和国药典》2010 年版(一部)要求对其中的水分、总灰分、酸不溶灰分、杂质、醇溶性浸出物等指标进行分析。结果:市售 5 批药材中水分、醇溶性浸出物含量均符合药典标准,醇溶性浸出物含量以云南最高,达 31.09%。确定了木蝴蝶药材总灰分范围:3.16%~3.99%;酸不溶灰分范围:0.01%~0.06%;杂质含量范围:0.04%~0.09%,并对其含量限度提出了建议。结论:研究结果为进一步完善木蝴蝶药材质量标准提供依据。

关键词 木蝴蝶;黄芩苷;薄层层析;质量标准

Study on the Quality Standards of Semen Oroxyli

Lin Shanyuan

(Guangdong Xinxing Chinese Medicine School, Xinxing 527400, China)

Abstract Objective: To study the quality standards of Semen oroxyli. **Methods:** Characteristic identification, microscopic identification and thin layer chromatography (TLC) were adopted, and baicalin was used as reference control. Analysis was given according to the standards on moisture, total ash, insoluble ash and impurity in acid, alcohol - soluble extract in Chinese pharmacopoeia (year 2000 edition). **Results:** The contents of moisture and alcohol-soluble extract of the five bunch of medicine sold in market all complied with the standards of Chinese pharmacopoeia. The Semen oroxyli in Yunnan had the most contents of alcohol-soluble extract, accounting for 31.09%. The range of contents of total ash, insoluble ash and impurities of the Semen oroxyli were identified to be 3.16% to 3.99%, 0.01% to 0.06%, and 0.04% to 0.09% respectively. Advises on its content limit was proposed. **Conclusion:** These results can provide references for further studies on the quality standards of Semen oroxyli.

Key Words Semen oroxyli; Baicalin; TLC; Quality standards

中图分类号:R282 文献标识码:A doi:10.3969/j.issn.1673-7202.2014.09.035

木蝴蝶为紫葳科植物木蝴蝶 (*Oroxylum indicum* (L.) Vent.) 的干燥成熟种子,别名玉蝴蝶、千张纸、破布子,主产云南、广西、贵州,四川、广东、福建也有分布^[1]。木蝴蝶主含白杨素、黄芩苷元、黄芩苷元-7-O-β-D-龙胆二糖苷、木蝴蝶甲素等化学成分^[2-8]。文献记载,木蝴蝶性寒,味苦,入肺、肝经。有润肺,疏肝,和胃,生肌之功效,主治风热咳嗽、喉痹、音哑、肝胃气病、疮口不敛^[9]。现载入 2010 年版《中华人民共和国药典》(以下简称《中华人民共和国药典》)(一部),但检测项目仅有性状、显微、薄层鉴别,水分检查和浸出物测定,不能全面、有效反映和控制药材质量。为此,采集和收集了 5 批不同产地木蝴蝶药材,按照《中华人民共和国药典》2010 年版(一部)检测项目对其质量进行了分析研究,增加了总灰分、酸不溶性灰分,杂质检查项目,旨在较全面评价木蝴蝶药材质量,确保制药企业投料准确和临床用药安全。

1 材料

1.1 仪器 FW315 中草药粉碎机(天津泰斯特仪器有限公司);FA2004B 电子天平(上海越平科学仪器有限公司);DHG-9140A 电热恒温干燥箱(上海鸿都电

子科技有限公司);SX₂-4-10 箱式电阻炉(沈阳市节能炉厂);MODEL XSP-2CBA 生物显微镜(上海光学仪器五厂);KQ-300D 中国超声仪专业清洗仪器(东莞市科桥超声波设备有限公司)。

1.2 试剂 黄芩苷对照品(中国食品药品检定研究院,批号:110715-201117)

1.3 药材 从云南普洱、耿马,广西邕、宁武鸣、凭祥等地购回木蝴蝶药材共 5 个样品,编号 1~5,经广东省新兴中药学校彭瑞松副主任中药师鉴定为紫葳科植物木蝴蝶的干燥成熟种子。

2 方法与结果

2.1 木蝴蝶药材的性状鉴别 本品为蝶形薄片,除基部外三面延长成宽大菲薄的翅,长 5~8 cm,宽 3.5~4.5 cm。表面浅黄白色,翅半透明,有绢丝样光泽,上有放射状纹理,边缘多破裂。体轻,剥去种皮,可见一层薄膜状的胚乳紧裹于子叶之外。子叶 2,蝶形,黄绿色或黄色,长径 1~1.5 cm。气微,味微苦。

2.2 木蝴蝶药材的显微鉴别 本品粉末黄色或黄绿色。种翅细胞长纤维状,壁波状增厚,直径 20~40 μm。胚乳细胞多角形,壁呈念珠状增厚。(见图 1)

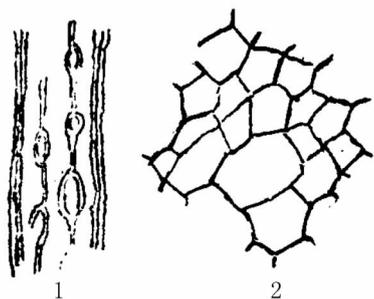


图1 木蝴蝶粉末显微特征(10X10)

注:1、种翅细胞,2、胚乳细胞

2.3 木蝴蝶药材的薄层色谱鉴别 取样品1和样品3粉末各0.1 g,加甲醇25 mL,超声处理30 min,滤过,取滤液作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品,加甲醇分别制成每1 mL含1 mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录VI B)试验,吸取上述三种溶液各5 μ L,分别点于同一聚酰胺薄膜上,以醋酸为展开剂展开,展距13.0 cm,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点;喷以1%三氯化铁乙醇溶液,日光下显相同的暗绿色斑点。(见图2)

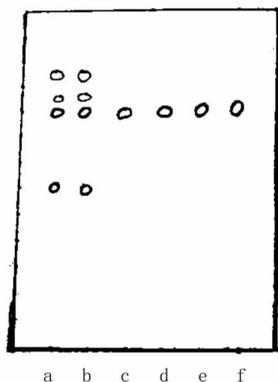


图2 木蝴蝶薄层色谱图

注:a:样品1甲醇提取液,b:样品2甲醇提取液,c、d、e、f:黄芩苷对照品

2.4 木蝴蝶药材的水分测定 取木蝴蝶药材样品1号至5号,粉碎成细粉,过2号筛,按《中华人民共和国药典》请标示版本一部附录IX H水分法(烘干法)测定。根据5批样品测定结果分析,测定结果最高值为4.15%,最低值为3.98%,平均值为4.09%(见表1)。

2.5 木蝴蝶药材的总灰分、酸不溶灰分测定

2.5.1 总灰分测定 坩埚准备:高温炉逐渐升至(550 \pm 15) $^{\circ}$ C,恒温30 min,开炉门稍冷,取出,置石棉网上放冷约10 min,置干燥器中30 min,时而放热,取出,称定重量(准确至0.000 1)。再按上述方法灼烧、冷却、称重,直至恒重。称量供试品(过二号筛,混合均匀)3 g,称量瓷坩埚与供试品的总重量(准确至0.000 1)。

炭化:在电炉上无石棉网状态炭化至无烟状态,约30 min。灰化:高温炉逐渐升至(550 \pm 15) $^{\circ}$ C,恒温4 h,关闭高温炉冷却30 min,取出,置石棉网上放冷10 min,干燥器30 min,称定重量(准确至0.000 1)。再按上述方法灼烧、冷却、称重,直至恒重。根据残渣重量,计算供试品中总灰分的含量(%)。5批样品总灰分测定结果最高值为3.99%,最低值为3.16%,平均值为3.49%。

2.5.2 酸不溶性灰分测定 取前面得到的总灰分,于坩埚中加入稀盐酸10 mL,覆盖表面皿;沸水浴10 min;用热水5 mL冲洗表面皿,洗液并入坩埚;将坩埚内容物用无灰滤纸滤过;洗涤滤纸至洗液不显氯化物反应;折叠滤纸,放入坩埚;干燥、炭化:在电炉上烘30 min,滤纸炭化;灰化:高温炉升至(550 \pm 15) $^{\circ}$ C,恒温1 h,关闭高温炉冷却30 min,取出,置石棉网上放冷10 min,干燥器30 min,称定重量(准确至0.000 1)。再按上述方法灼烧、冷却、称重,直至恒重。根据残渣重量,计算供试品中酸不溶性灰分的含量(%)。结果最高值为0.06%,最低值为0.01%,平均值为0.03%。

2.6 木蝴蝶药材的杂质检查 取木蝴蝶药材样品1号至5号,按《中华人民共和国药典》一部附录IX A杂质检查法检查。5批样品杂质测定结果最高值为0.09%,最低值为0.04%,平均值为0.07%。(见表1)

2.7 木蝴蝶药材浸出物测定 取木蝴蝶药材样品1号至5号,粉碎成细粉,过2号筛,按《中华人民共和国药典》一部附录X A浸出物测定法(醇溶性浸出物测定法 热浸法),溶媒为70%乙醇,测定。5批样品70%乙醇浸出物测定结果最高值为31.09%,最低值为24.27%,平均值为28.30%。(见表1)

表1 木蝴蝶药材的水分、总灰分、酸不溶灰分、杂质和浸出物测定结果

样品	产地	水分 (%)	总灰分 (%)	酸不溶灰分 (%)	杂质 (%)	70%乙醇浸出物 (%)
1	普洱	4.15	3.99	0.01	0.04	30.03
2	耿马	4.13	3.16	0.06	0.06	31.09
3	邕宁	4.09	3.30	0.04	0.09	27.97
4	武鸣	4.11	3.42	0.02	0.08	28.13
5	凭祥	3.98	3.56	0.03	0.07	24.27

3 讨论

1)通过对木蝴蝶药材的性状、粉末进行鉴别和对其水分及70%乙醇浸出物进行检查,结果表明,所检项目均符合《中华人民共和国药典》2010年版(一部)的要求,说明市售药材质量相对稳定。

2)测定木蝴蝶药材的总灰分、酸不溶性灰分、杂质含量等项目直接反映出其纯度,是确保木蝴蝶药材质

量的重要指标,如三项检查结果超出《中华人民共和国药典》规定的最高限量,则说明木蝴蝶药材不符合规定,不能临床用药。本研究首次增加了总灰分、酸不溶性灰分、杂质等项目的检查,结果5批次木蝴蝶药材的总灰分最高值为3.99%,最低值为3.16%,范围为3.16%~3.99%。酸不溶灰分测定最高值为0.06%,最低值为0.01%,范围为0.01%~0.06%。杂质测定结果最高值为0.09%,最低值为0.04%,范围为0.04%~0.09%。为提高木蝴蝶药材的纯度,控制木蝴蝶药材的杂质含量,根据《中华人民共和国药典》一部有关规定并参考相关文献^[10-13],建议暂定总灰分检查限度不得超过5.0%,酸不溶灰分检查限度不得超过0.10%,杂质检查限度不得超过0.10%。

3) 据陈亮亮^[2]等人对木蝴蝶化学成分进行研究,表明木蝴蝶主含白杨素、黄芩苷元等成分。王锐^[3]等人对木蝴蝶的化学成分和药理作用研究,证实木蝴蝶具有润肺,疏肝,和胃,生肌之功效。曹阳阳^[14]等人及张爱玲^[15]等人用HPLC法测定木蝴蝶中木蝴蝶苷B和黄芩苷的含量,结果是木蝴蝶药材中木蝴蝶苷B质量在0.061~1.525 μg和黄芩苷0.042~6.900 μg。参考这些研究结果,进一步完善了木蝴蝶药材质量标准。

4) 本研究以《中华人民共和国药典》2010年版(一部)为依据,进行了相关的实验研究,取得了较满意的实验数据,进一步补充和完善了木蝴蝶药材的质量标准。

参考文献

[1] 赵志远. 最新中草药真伪鉴别实用大全[M]. 北京: 中国电子音像出

版社, 2003: 352-352.

- [2] 陈亮亮, 宋晚凯, 候文彬, 等. 木蝴蝶化学成分的研究[J]. 中草药, 2007, 38(2): 186-187.
- [3] 王锐, 袁晓春, 何媚, 等. 木蝴蝶的化学成分和药理作用[J]. 广东农业科学, 2011, 22(22): 121-122.
- [4] 殷文光, 李曼玲, 康琛. 木蝴蝶研究进展[J]. 中国中药杂志, 2007, 32(19): 1665-1968.
- [5] 蔡鹰, 丁安伟. 木蝴蝶药材 HPLC 指纹图谱研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2007, 13(12): 6-7.
- [6] 胡庭俊, 刘姗姗, 赵灵颖, 等. 木蝴蝶提取物制备及其抗菌抗炎活性的研究[J]. 中国畜牧兽医, 2010, 37(3): 225-228.
- [7] 彭霞, 姜明辉, 张雯洁, 等. 木蝴蝶树皮中黄芩苷和白杨素的 HPLC 分析[J]. 药物分析杂志, 2008, 28(5): 769-770.
- [8] 台海川, 彭霞, 卯明霞. RP-HPLC 法测定木蝴蝶树皮中黄芩苷的含量[J]. 中国民族民间医药, 2008, 6(6): 24-26.
- [9] 王强, 徐国钧. 地道药材图典西南卷[M]. 福州: 福建科学技术出版社, 2002: 119-120.
- [10] 姚丽红. 浅谈中药材的灰分含量[J]. 基层中药志, 1996, 10(3): 24-25.
- [11] 傅泉炎. 中药含水量与中药仓储质量的关系[J]. 中国药业, 2002, 11(5): 70-71.
- [12] 杨增, 张君, 张福, 等. 中药饮片中水分、总灰分、酸不溶性灰分的连续测定[J]. 中国卫生检验杂志, 2009, 5(5): 68-69.
- [13] 张海珠, 周浓, 李海峰. 云连药材水分、灰分和浸出物的含量测定[J]. 大理学院学报, 2011, 12(12): 38-40.
- [14] 曹阳阳, 晏仁义, 杨滨, 等. HPLC 测定广西木蝴蝶中木蝴蝶苷 B 和黄芩苷的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(4): 104-105.
- [15] 张爱玲, 文毅, 傅国强. RP-HPLC 法测定木蝴蝶中黄芩苷的含量[J]. 江西中医学院学报, 2006, 18(5): 31-32.

(2013-12-25 收稿 责任编辑: 徐颖)

世界中医药学会联中药化学专业委员会第三届学术年会在河南郑州召开

2014年8月20-22日,世界中医药学会联合会中药化学专业委员会第三届学术年会在河南省郑州市召开。本届学术年会由世界中医药学会联合会中药化学专业委员会主办,河南中医学院承办。大会以“中药化学研究思路与方法”为主题。来自中国内地、韩国、日本等国的150多名专家和学者参加。

河南中医学院院长郑玉玲教授、世界中联秘书处魏金明社长、世界中联中药化学专业委员会会长匡海学教授、河南中医学院药学院院长冯卫生教授等专家出席会议,大会开幕式由世界中联中药化学专业委员会秘书长、中国药科大学孔令义教授主持。

世界中联中药化学专业委员会会长、黑龙江中医药大学校长匡海学教授致开幕词,总结了中药化学专业委员会一年内的成绩及今后的发展方向。世界中联魏金明社长代表世界中医药学会联合会致辞,向各位领导、来宾和代表表示欢迎,对河南中医学院的组织和服务工作表示感谢,并介绍了世界中医药学会联合会和中药化学专业委员会在国际交流与合作、推进中医药国际传播、组织建设和学术内涵建设等方面所做的努力和取得的成绩。

开幕式后,本届学术年会学术研讨会正式开始,来自清华

大学、北京大学、中国药科大学、第二军医大学、复旦大学、南开大学、暨南大学、中国科学院、上海中医药大学、黑龙江中医药大学、天津中医药大学、辽宁中医药大学、上海交通大学、山东大学、北京中医药大学、山西中医学院、内蒙古民族大学,以及日本明治药科大学、长崎国际大学等24位本领域的知名学者做了大会特邀报告,介绍他们的最新研究成果,展示了他们在中药及天然药物的药效物质基础、质量控制,中药及天然药物化学成分的生物活性、生物合成、生物转化、结构修饰和改造,中药化学与临床药学研究等领域的先进研究方法,探讨了在目前新形势下中药化学在中医药基本理论、创新药物研发方面的应用。来自全国各地中药化学相关领域的150多名专家代表参加了本次会议,并进行了深入的学术交流。大会出版了论文专辑,共收集论文122篇,评选出优秀论文一等奖、二等奖和三等奖共12篇。

会议期间诸位领导和参会人员还参观了河南中医学院新校区,重点考察了药学院实验室。匡海学会长表示,希望借助世界中医药学会联合会的国际学术和联络平台,不断壮大学术团队,培养中药化学专业的优秀人才尤其是青年人才,充分发挥中药化学专业在中药现代化发展中的作用。