

大荨麻根的质量标准研究及不同采收期的考察

邱洪^{1*}, 代兵², 潘永雪¹ (1. 解放军第44医院药剂科, 贵阳 550009; 2. 解放军第273医院药械科, 新疆 库尔勒 841000)

中图分类号 R284.1; R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2015)24-3431-03

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2015.24.41

摘要 目的: 研究大荨麻根的质量标准, 并对不同采收期的样品含量进行考察。方法: 采用薄层色谱法鉴别大荨麻根中东莨菪内酯, 以环己烷-二氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸(6:10:7:1.2, V/V/V/V)为展开剂; 采用醇溶性热浸法测定含量; 并对大荨麻根不同时期采挖的药材进行了相关对比研究。结果: 东莨菪内酯薄层色谱特征明显; 醇溶性热浸法测定大荨麻根的含量较高(RSD≤1%)。大荨麻根秋末至初春采收的浸出物含量最高, 此阶段为适宜采挖期。结论: 本研究建立的质量标准可准确地对大荨麻根进行定性、定量研究, 不同采收期的考察有利于有效地控制大荨麻根药材的质量。

关键词 大荨麻根; 东莨菪内酯; 薄层色谱法; 浸出物

Study on the Quality Standard of Root of *Urtica dioica* and Different Harvest Periods

QIU Hong¹, DAI Bing², PAN Yong-xue¹ (1. Dept. of Pharmacy, 44 Military Hospital of China, Guiyang 550009, China; 2. Dept. of Drug and Device, 273 Military Hospital of China, Xinjiang Korla 841000, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To study the quality standard of root of *Urtica dioica* and investigate the sample's content in different harvest periods. METHODS: TLC was conducted to identify the scopoletin in the root of *U. dioica* with the developing agent of hexane-dichloromethane - ethyl acetate - formic acid (6:10:7:1.2, V/V/V/V); alcohol-hot dipping was used to determine the content; and the root of *U. dioica* in different harvest periods were comparatively researched. RESULTS: The lactone thin-layer chromatogram feature was obvious, alcohol-hot dipping showed the contents of root of *u. dioica* was relatively high(RSD≤1%), the extract content of root of *U. dioica* was the highest from late fall to early spring, and the stage was suitable excavation period. CONCLUSIONS: The established quality standard can be used for accurately qualitative and quantitative, and studying different harvest periods is conducive to effectively control the quality of root of *U. dioica*.

KEYWORDS Root of *Urtica dioica*; Scopoletin; TLC; Extract

大荨麻根为荨麻科植物大蝎子草 *Girardinia suborbiculata* C.J.Chen sub sp.triloba. 的新鲜或干燥根。目前对大蝎子草的研究主要集中于其植物生态学^[1]、药效学及临床等方面^[2-7],

对其质量的研究内容较少。大蝎子草含有总黄酮、东莨菪内酯、芹菜素等^[8-9]。陶玲等对大蝎子草进行了全草的研究, 在草根中分离鉴定出32个成分; 草茎中分离鉴定出31个成分; 草

2010, 45(1):87.

[4] Höchel J, Schuett B, Ludwig M, et al. Implications of different application sites on the bioavailability of a transdermal contraceptive patch containing ethinyl estradiol and gestodene: an open-label, randomized, crossover study [J]. *Int J Clin Pharmacol Ther*, 2014, 52(10):856.

[5] Liu X, Ding C, Ge Q, et al. Determination of norelgestromin in rabbit plasma by LC-MS/MS and its application to the pharmacokinetic study of ORTHO EVRA [J]. *J Chromatogr B Analyt Technol Biomed Life Sci*, 2009, 877(3):311.

[6] Crosignani PG, Nappi C, Ronsini S, et al. Satisfaction and compliance in hormonal contraception: the result of a multicentre clinical study on women's experience with the ethinylestradiol/norelgestromin contraceptive patch in Ita-

ly [J]. *BMC Womens Health*, 2009, 9(1):18.

[7] Schwartz JI, Dunbar S, Yuan J, et al. Influence of taranabant, an orally active, highly selective, potent cannabinoid-1 receptor (CB1R) inverse agonist, on ethinyl estradiol and norelgestromin plasma pharmacokinetics [J]. *J Clin Pharmacol*, 2009, 49(1):72.

[8] 于燕莉, 潘菡清, 井莉, 等. 高效毛细管电泳法测定痹痛宁贴剂中东莨菪碱及乌头碱的含量 [J]. *解放军药理学学报*, 2005, 21(1):65.

[9] 丁菊英, 王晓娜, 王晓坤. HPLC测定小儿温里止泻贴剂中桂皮醛的含量 [J]. *食品与药品*, 2014, 16(3):210.

[10] 李怀国, 何宝凝, 李子鸿, 等. HPLC法测定伤科贴膏中栀子苷的含量及其稳定性研究 [J]. *中国药房*, 2014, 25(27):2544.

(收稿日期: 2014-10-24 修回日期: 2015-06-06)

(编辑: 刘柳)

* 副主任药师。研究方向: 医院药学。电话: 0851-3830009。

E-mail: Benbento@sina.com

叶中分离鉴定出32个成分^[10-13]。为了提高大苘麻根质量的可控性,笔者用薄层色谱(TLC)和浸出物的检测方法对不同时期采收的大苘麻根进行了相关对比研究。

1 材料

1.1 仪器

QY-20型三用紫外分析仪(上海澳瑞德精密仪器有限公司);AUW-220D型电子天平(日本岛津公司);CH-250型超声波清洗器(北京创新德超声电子研究所);HH-4型数显恒温水浴锅(常州国华电器有限公司);101A-1型电热恒温干燥箱(上海浦鸿仪器厂);TU-1901型双光束紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司)。

1.2 试剂

东莨菪内酯对照品(中国食品药品检定研究院,批号:110768-200504);石油醚、甲酸、甲醇、磷酸、二氯甲烷、乙醇、乙酸乙酯、三氯甲烷和环己烷均为分析纯,水为娃哈哈纯化水。

1.3 药材

大苘麻根采集于贵阳药用植物园、贵州省龙里县龙山镇贵州同济堂中药材种植公司基地、贵阳乌当区,经贵阳中医药大学何顺志教授鉴定为苘麻科蝎子草属植物大蝎子草 *Girardinia suborbiculata* C.J.Chen sub sp.triloba的根。

2 方法与结果

2.1 大苘麻根中东莨菪内酯的TLC鉴别试验

分别取3批样品粉末约4g,置于索氏提取器中,加二氯甲烷加热回流提取3h,提取液蒸干,残渣加无水乙醇1ml溶解,作为供试品溶液。取东莨菪内酯对照品适量,加无水乙醇制成每1ml含0.5mg的溶液,作为对照品溶液。按TLC法^[14]试验,吸取上述4种溶液各5~10μl,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶G薄层板上,以环己烷-二氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸(6:10:7:1.2, V/V/V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。结果,供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点,详见图1。经3批样品验证结果表明,此方法专属性强、重现性好,故将此TLC鉴别方法收入质量标准草案正文。

2.2 浸出物测定

2.2.1 水溶性浸出物测定 测定用的供试品需粉碎,使能通过二号筛,并混合均匀。(1)冷浸法。取供试品约4g,精密称定,置于250ml锥形瓶中,精密加水100ml,密塞,冷浸,前6h内时时振摇,再静置18h,用干燥滤器迅速滤过;精密量取续滤液20ml,置于干燥至恒质量的蒸发皿中,在水浴上蒸干后,于105℃干燥3h,置干燥器中冷却30min,迅速精密称定质量。以干燥品计算供试品中水溶性浸出物的含量,结果详见表1。(2)热浸法。取供试品约2g,精密称定,置于100ml锥形瓶中,精密加水50ml,塞紧,称定质量,静置1h后,连接回流冷凝管,加热至沸腾,并保持微沸1h。放冷后,取下锥形瓶,密塞,再称定质量,用水补足减失的质量,摇匀,用干燥滤器滤过;精密量取滤液25ml,置于干燥至恒质量的蒸发皿中,在水浴上蒸干后,于105℃干燥3h,置干燥器中冷却30min,迅速精密称定质量,以干燥品计算供试品中水溶性浸出物的含量,结果详见表1。

2.2.2 醇溶性浸出物测定 按水溶性浸出物测定法测定,以乙醇作溶剂,结果详见表2。(1)冷浸法。取供试品约4g,精密称定,置于250ml锥形瓶中,精密加乙醇100ml,密塞,按“2.2.1”项下冷浸法试验,结果详见表2。(2)热浸法。取供试品

约2g,精密称定,置于100ml锥形瓶中,精密加入乙醇50ml,塞紧,按“2.2.1”项下热浸法试验,结果详见表2。

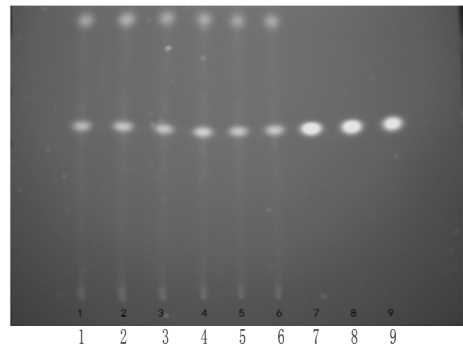


图1 3批大苘麻根中东莨菪内酯薄层色谱图

1、2.贵阳药用植物园大苘麻根;3、4.贵州省龙里县龙山镇贵州同济堂中药材种植公司基地大苘麻根;5、6.贵阳乌当区大苘麻根;7~9.东莨菪内酯对照品

Fig 1 TLC diagrams of scopoletin in 3 batches of the root of *U. dioica*

1, 2. the root of *U. dioica* in Guiyang medicinal botanical garden; 3, 4. the root of *U. dioica* in Guizhou Tongjitang of Chinese herbal medicines planting base of Longshan Town, Longli County, Guizhou Province; 5, 6. the root of *U. dioica* in Wudang District, Guiyang City; 7-9. reference substance of scopoletin

表1 3批大苘麻根的水溶性浸出物含量(%)

Tab 1 Contents of water-soluble extracts in 3 batches of the root of *U. dioica* (%)

来源	含量		RSD	含量		RSD
	冷浸法	平均值		热浸法	平均值	
贵阳药用植物园	7.64	7.61	0.56	10.02	10.02	0.07
	7.58			10.01		
贵州省龙里县龙山镇贵州同济堂中药材种植公司基地	7.50	7.48	0.48	10.13	10.11	0.28
	7.45			10.09		
贵阳乌当区	7.68	7.65	0.55	10.26	10.23	0.41
	7.62			10.21		

表2 3批大苘麻根的醇溶性浸出物含量(%)

Tab 2 Contents of alcohol-soluble extracts in 3 batches of the root of *U. dioica* (%)

来源	含量		RSD	含量		RSD
	冷浸法	平均值		热浸法	平均值	
贵阳药用植物园	4.48	4.47	0.32	6.11	6.10	0.23
	4.46			6.09		
贵州省龙里县龙山镇贵州同济堂中药材种植公司基地	4.40	4.38	0.65	5.97	5.95	0.48
	4.36			5.93		
贵阳乌当区	4.47	4.45	0.64	6.17	6.15	0.46
	4.43			6.13		

比较表1、表2的测定结果,大苘麻根药材水溶性浸出物比醇溶性浸出物含量高,但参照相关文献资料,大苘麻根药材中主要含有黄酮类、香豆素类等脂溶性成分,多数类似成分的水溶性差,易溶于甲醇或乙醇,所以选择用醇溶性浸出物测定大苘麻根药材比较合理;而醇溶性浸出物中热浸法测定结果比冷浸法含量高。因此,浸出物选择用醇溶性热浸法。

2.3 大苘麻根采收期的考察

2.3.1 不同季节药材的TLC鉴别对比试验 采收初春、夏季、初秋、立冬四个季节的样品各一批进行验证。分别取药材粉

末约4g,按“2.1”项下方法试验。结果,供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点,详见图2。经4批样品验证结果表明,初春和秋末采收的大蓍麻根含东莨菪内酯高,夏季和初秋采收的大蓍麻根含东莨菪内酯较低,故将秋末至初春采挖作为大蓍麻根采收的最佳时节。

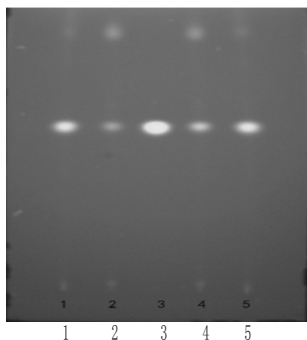


图2 不同季节药材 TLC 图

1.初春;2.夏季;3.东莨菪内酯对照品;4.初秋;5.立冬

Fig 2 TLC identifications of samples in different seasons

1.early spring; 2.summer; 3.reference substance of scopoletin; 4.early autumn; 5.beginning of winter

2.3.2 不同季节药材的浸出物对比试验 采收初春、夏季、初秋、立冬四个季节的样品(采自贵阳药用植物园)各一批,按浸出物测定法^[14]项下方法测定。分别取供试品约2g,精密称定,置于100ml锥形瓶中,精密加入乙醇50ml,塞紧,按“2.2.2”项下热浸法试验,结果详见表3。

表3 4批药材醇溶性浸出物含量(%)

不同季节	含量	
	热浸法	平均值
初春	6.66	6.6
	6.61	
夏季	4.16	4.1
	4.13	
初秋	4.65	4.6
	4.62	
立冬	6.83	6.8
	6.80	

表3结果表明,初春和立冬采收的大蓍麻根浸出物含量高,夏季和初秋采收的大蓍麻根浸出物含量较低,故将秋末至初春采挖作为大蓍麻根采收的最佳时节,即头年11月至翌年3月间为适宜采挖期。结合实际情况,拟定本品的采收季节为秋末至初春。

3 讨论

3.1 展开剂的选择

笔者曾采用环己烷-三氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸(6:10:7:1.2, V/V/V/V)、甲苯-乙酸乙酯-丙酮-甲醇(5:1:1:0.3, V/V/V/V)、三氯甲烷-甲醇-水(40:10:1, V/V/V)、石油醚(60~90℃)-乙酸乙酯(7:3, V/V)、环己烷-二氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸(6:10:7:1.2, V/V/V/V)为展开剂,结果只有环己烷-二氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸(6:10:7:1.2, V/V/V/V)展开的荧光斑点明显,干扰小,其他方法分离效果均不理想。

3.2 供试品溶液制备方法的选择

提取溶剂分别采用70%乙醇、30%乙醇、三氯甲烷、二氯甲烷、甲醇等溶剂对样品进行加热回流提取。结果,二氯甲烷荧光斑点比较明显,专属性强,重现性好,干扰小。

3.3 提取时间的选择

取样品4份,分别加入二氯甲烷回流提取1、2、3、4h。结果,提取3h的样品与提取4h的含量相近,故选用提取3h为提取时间。

3.4 含量测定方法的选择

曾采用高效液相色谱法测定大蓍麻根中的东莨菪内酯、芹菜素、齐墩果酸和熊果酸等,但含量太低,以此作为指标成分意义不大。

综上所述,本试验所建立的用TLC定性鉴别东莨菪内酯的方法,专属性强,重现性好,干扰小。用浸出物方法测定含量较为理想。不同采收期的考察有利于有效地控制大蓍麻根药材的质量。

参考文献

- [1] 中国科学院中国植物志编辑委员会.中国植物志[M].2004年版.北京:科学出版社,2004:56、103、104.
- [2] 陶玲,支娜,柏帅,等.大蝎子草抗炎镇痛活性部位研究[J].时珍国医国药,2009,20(6):1404.
- [3] 郑庆霞,李洪庆.大蝎子草提取物抗风湿活性的初步研究[J].山地农业生物学报,2009,28(5):429.
- [4] 沈祥春,支娜,许立,等.大蝎子草乙酸乙酯部位对脂多糖诱导巨噬细胞炎症介质表达的影响[J].中华中医药杂志,2010,25(9):1397.
- [5] 支娜,陶玲,沈祥春.大蝎子草水层部位对LPS诱导大鼠腹腔巨噬细胞iNOS与TNF- α 的影响[J].中药药理与临床,2010,26(3):39.
- [6] 邱晓.大蓍麻的化学、药理与临床研究[J].国外医药植物药分册,2000,15(1):9.
- [7] 江震献,张晓林,彭霞,等.蝎子草抗菌活性成分的研究[J].时珍国医国药,2012,23(3):619.
- [8] 刘文炜,沈祥春,陶玲,等.紫外分光光度法测定大蝎子草药材中总黄酮的含量[J].中国药房,2010,21(43):4088.
- [9] 刘文炜,沈祥春,陶玲,等.蓍麻属植物大蝎子草化学成分及质量标准研究[J].中国药学杂志,2012,47(23):1943.
- [10] 陶玲,刘文炜,沈祥春,等.大蝎子草根、茎、叶的挥发性成分GC-MS分析[J].中国药学杂志,2009,44(24):1931.
- [11] 李晓红,李兵兰,赵永娜,等.蓍麻属植物的化学成分及药理作用研究进展[J].中国民族民间医药杂志,2007(87):190.
- [12] 袁艺,艾克蕙,陈光英.毛果蝎子草化学成分研究[J].中药材,1999,22(4):191.
- [13] 冯宝民,刘菁琰,王惠国,等.红火麻化学成分分离与鉴定[J].沈阳药科大学学报,2011,28(5):350.
- [14] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:一部[S].2010年版.北京:中国医药科技出版社,2010:附录VI B、附录XA.

(收稿日期:2015-02-16 修回日期:2015-06-09)

(编辑:余庆华)