

射干的质量标准研究

梁丽娟^{1*},董婷霞²,詹华强²,赵奎君^{1#}(1.首都医科大学附属北京友谊医院,北京 100050;2.香港科技大学,香港)

中图分类号 R284.1;R917 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2013)11-1023-03
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2013.11.23

摘要 目的:进一步完善射干的质量标准。方法:对射干进行性状和显微鉴别;采用薄层色谱法对射干中的次野鸢尾黄素进行定性鉴别;常规检查项目按2010年版《中国药典》(一部)附录IX A杂质检查法、IX H水分测定法中的烘干法、附录IX K灰分测定法、附录X A浸出物测定法测定。结果:显微鉴别特征明显;薄层鉴别专属性强;射干中杂质的质量分数不得超过2.0%,水分不得超过10.0%,总灰分不得超过7.0%,酸不溶性灰分不得超过1.0%,冷浸法水溶性浸出物不得低于19.0%,热浸法水溶性浸出物不得低于21.0%,70%乙醇浸出物不得低于22.0%。结论:所建标准可以更好地控制射干药材的质量。

关键词 射干;质量标准;显微构造;薄层色谱法;常规检查项目

Study on the Quality Standard of *Belamcanda chinensis*

LIANG Li-juan¹, DONG Ting-xia², TSIM Wah-keung Karl², ZHAO Kui-jun¹(1.Beijing Friendship Hospital Affiliated to Capital Medical University, Beijing 100050, China; 2.The Hong Kong University of Science and Technology, Hong Kong, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To further improve the quality standards of *Belamcanda chinensis*. METHODS: *B. chinensis* for character and microscopic identification. TLC was used for qualitative identification of irisflorentin. Routine examinations were determined based on the determination method for A impurity, H oven drying method, K ash determination in the appendix IX and A extract determination in the appendix X of *Chinese Pharmacopoeia* (2010 edition). RESULTS: The microscopic characteristic is obvious and the TLC identification is specific; limits of foreign matter, moisture, total ashes and acid insoluble ash were not more than 2.0%, 10.0%, 7.0% and 1.0%, respectively; limits of extracts in water, hot water and 70% ethanol were not less than 19.0%, 21.0% and 22.0%, respectively. CONCLUSION: The established method is suitable for the quality control of *B. chinensis*.

KEY WORDS *Belamcanda chinensis*; Quality standard; Microscopic structure; TLC; Routine examination

射干 *Belamcanda chinensis* (L.) DC. 为鸢尾科射干属植物,主产于河南、湖北、浙江、安徽、江苏等省,最早收载于《神农本草经》,味苦、辛,性寒,归肺、肝经,具清热解毒、利咽消痰、散结消肿之功效,根茎入药。射干含有丰富的异黄酮类化合物,还含有醌类、酚类、三萜类、甾体类化合物及其他一些微量成分。近年来,有关射干的研究多集中在化学成分^[1]及含量测定^[2-3]方面,而有关射干中水分、总灰分、酸不溶性灰分、浸出物的测定尚未见报道。2010年版《中国药典》(一部)^[4]仅对射干药材的鉴别、含量测定、水分、总灰分、乙醇浸出物作出了相关规定,而对杂质、酸不溶性灰分、浸出物(冷浸和热浸)方面的质量标准没有记载。这些内容与药物的临床疗效、稳定性和安全性有密切关系。因此,本试验对射干药材的杂质、水分、总灰分、酸不溶性灰分、浸出物等检测项目进行了较为全面和系统的研究,为建立和完善射干的质量标准体系提供可靠的数据参考。

* 药师,硕士研究生。研究方向:中药质量控制及活性成分。电话:010-63138555。E-mail:lianglj2007@163.com

通信作者:主任药师,教授,硕士研究生导师。研究方向:中药质量分析与中药活性物质。电话:010-63138520。E-mail:zhao-1959292@sina.com

1 材料

1.1 仪器

高效液相色谱(HPLC)仪,含600型控制器、717型自动进样器、在线脱气机、Empower色谱工作站(美国Waters公司);SB5200型超声波清洗机[必能信超声(上海)有限公司];R200D型电子分析天平(德国Sartorius公司);R210型旋转蒸发器(瑞士Buchi公司);Cryotome Cryocut 3000型冷冻切片仪(德国Leica公司);GoodLook-1000型全自动薄层色谱(TLC)成像系统(上海科哲生化科技有限公司);硅胶GF₂₅₄预制板(德国Merck公司,批号:HX105601);Microscope Axiovert 135 ZEISS型显微镜(美国Diagnostic Instruments公司);SRJX型马弗炉(上海金沪电热仪器联营厂);PMC-130S型水浴锅(马来西亚Pensonic公司);1410型烘箱(美国VWR Scientific公司)。

1.2 试剂

水由Milli-Q系统制得,其他试剂均为分析纯;次野鸢尾黄素对照品(中国食品药品检定研究院,批号:557-200101)

1.3 药材

样品药材为从不同药材市场收集或从不同产地采集,共10批,均经笔者鉴定为鸢尾科植物射干 *B. chinensis* (L.) DC. 的干燥根茎,标本保存于香港科技大学中药研发中心。不同射

干样品来源见表1。

表1 不同射干样品来源

Tab 1 Different sources of *B. chinensis*

样品号	购买地/产地
SGC001	河南南召县(黄泽记)
SGC002	河南巩县(恒隆贸易公司)
SGC003	河南嵩县(金安贸易公司)
SGC004	河北石家庄(顺兴参茸行)
SGS001	安徽池州
SGS002	河南禹州
SGS003	河南禹州
SGS004	湖北黄冈
SGS005	湖北宜昌
SGS006	安徽亳州

注:SGC表示从市场购买的药材;SGS表示产地自采药材

note: SGC means medicinal material purchased from the market;

SGS means medicinal material gathered from producing area

2 方法与结果

2.1 性状鉴别

春季发芽时或秋季地上部分枯萎时收集射干的根茎,除去泥土,洗净,晾干。药材呈不规则结节状,长2~7 cm,直径10~20 mm,表面黄褐色、棕褐色或黑褐色,皱缩,有较密的环纹。上面有数个圆盘状凹陷的茎痕,偶有茎基残存,下面有残留细根及根痕。质硬,断面黄色、颗粒性,气微,味苦、微辛。

2.2 显微鉴别

在性状鉴别与药材数码成像拍摄的基础上,分别采用石蜡制片法与粉末制片法制作射干横切面永久制片与粉末制片^[6],光学显微镜下观察射干横切面与粉末特征,数码成像系统拍摄主要显微鉴别特征。

2.2.1 根茎横切面 木栓层由数层不规则的木栓细胞组成。皮层稀有叶迹维管束。内皮层不明显。柱维管束为周木型和外韧型,靠外侧排列较紧密。薄壁组织中含有草酸钙柱晶、淀粉粒及油滴。射干药材横切面的显微特征图见图1。

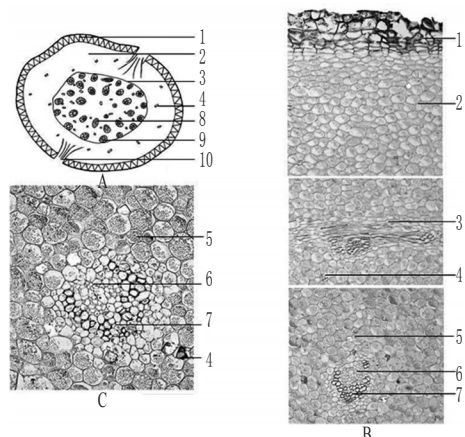


图1 射干药材横切面的显微特征图

A. 横切面简图; B. 横切面详图; C. 维管束; 1. 木栓层; 2. 皮层; 3. 内皮层; 4. 草酸钙柱晶; 5. 淀粉粒; 6. 韧皮部; 7. 木质部; 8. 外韧维管束; 9. 周木维管束; 10. 叶迹维管束

Fig 1 Microscopic features of transverse section of *B. chinensis*

A. sketch; B. section illustration; C. vascular bundle; 1. cork; 2. cortex; 3. endodermis; 4. columnar crystals of calcium oxalate; 5. starch granules; 6. phloem; 7. xylem; 8. collateral vascular bundles; 9. amphivasal vascular bundles; 10. leaf-trace vascular bundles

2.2.2 粉末 粉末橙黄色。草酸钙柱晶较多,棱柱形,多已破碎,完整者长49~240 μm,直径约至49 μm。淀粉粒单粒圆形或椭圆形,直径2~17 μm,脐点点状;复粒极少,由2~5分粒组成。薄壁细胞类圆形或椭圆形,壁稍厚或连珠状增厚,有单纹孔。木栓细胞棕色,垂周壁微波状弯曲,有的含棕色物。射干粉末的显微特征图见图2。

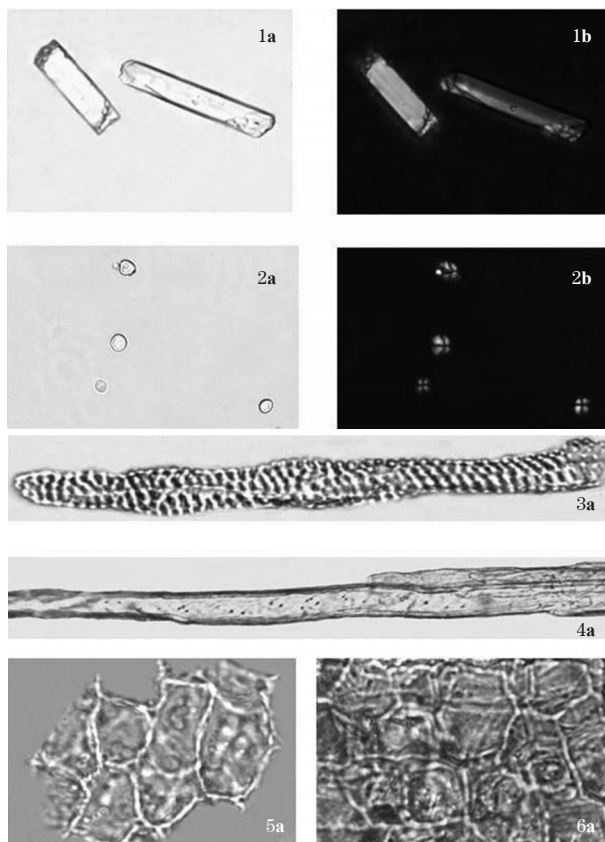


图2 射干粉末的显微特征图

1. 草酸钙柱晶; 2. 淀粉粒; 3. 网纹导管; 4. 纤维; 5. 薄壁细胞; 6. 木栓细胞; a. 显微镜下观察的特征图; b. 极化显微镜下观察的特征图

Fig 2 Microscopic features of the powder of *B. chinensis*

1. columnar crystals of calcium oxalate; 2. starch granules; 3. reticulate vessels; 4. fibres; 5. parenchyma cells; 6. cork cells; a. features under the light microscope; b. features under the polarized microscope

2.3 薄层鉴别

2.3.1 供试品溶液的制备 取射干粉末1.0 g,加甲醇10 ml,超声提取(功率:240 W,频率:60 kHz) 30 min,提取物再以2 000 r/min离心10 min,取上清液作为供试品溶液。

2.3.2 对照品溶液的制备 取次野鸢尾黄素对照品适量,加甲醇制成每1 ml含0.54 mg的溶液,作为对照品溶液。

2.3.3 薄层条件 以甲醇溶液作为空白对照,分别吸取对照品溶液、空白对照溶液、供试品溶液各4 μl,点于同一硅胶GF₂₅₄预制板上,以石油醚-乙酸乙酯(1:1, V/V)为展开剂,上行展开,展距7 cm,晾干,置紫外光灯(254 nm)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。薄层色谱图见图3。

2.4 常规项目检查

水分测定按2010年版《中国药典》(一部)附录IX H^[11]水分测定法中的烘干法,灰分测定按2010年版《中国药典》(一部)

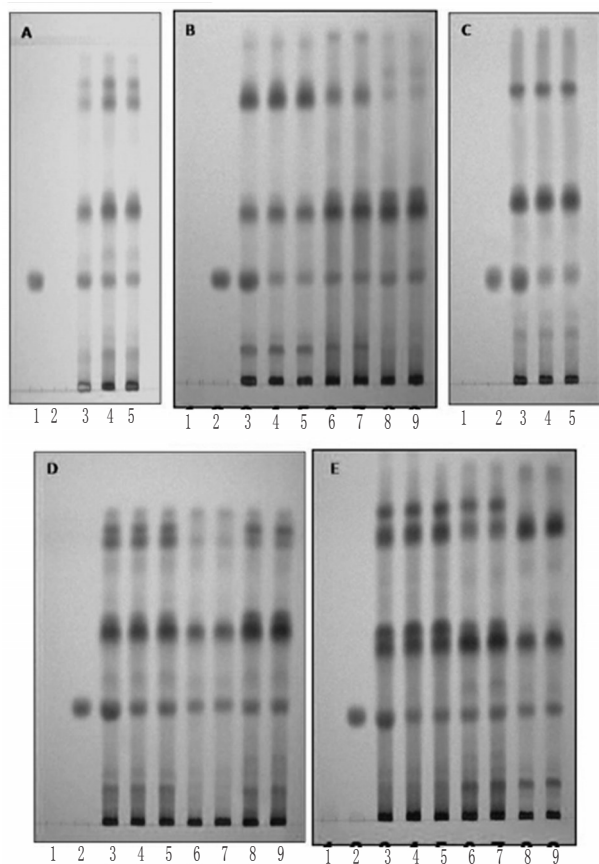


图3 薄层色谱图

A: 1.次野鸢尾黄素对照品; 2. 空白对照(甲醇); 3. SGS002中加入对照品; 4. SGS002; 5. SGS002重复
 B: 1.空白对照; 2.次野鸢尾黄素对照品; 3.SGC001中加入对照品; 4. SGC001; 5.SGC001重复; 6.SGC002; 7.SGC002重复; 8.SGC003; 9. SGC003重复
 C: 1.空白对照; 2.次野鸢尾黄素对照品; 3.SGC004中加入对照品; 4. SGC004; 5.SGC004重复
 D: 1.空白对照; 2.次野鸢尾黄素对照品; 3.SGS001中加入对照品; 4. SGS001; 5.SGS001重复; 6.SGS002; 7.SGS002重复; 8.SGS003; 9. SGS003重复
 E: 1.空白对照; 2.次野鸢尾黄素对照品; 3.SGS004中加入对照品; 4. SGS004; 5.SGS004重复; 6.SGS005; 7.SGS005重复; 8.SGS006; 9. SGS006重复

Fig 3 TLC chromatograms

A: 1. irisflorentin control; 2. blank control (MeOH); 3. SGS002 spiked with control; 4. SGS002; 5. SGS002 duplicate (d)
 B: 1. blank control; 2. irisflorentin control; 3. SGC001 spiked with substance control; 4. SGC001; 5. SGC001 (d); 6. SGC002; 7. SGC002 (d); 8. SGC003; 9. SGC003 (d)
 C: 1. blank control; 2. irisflorentin control; 3. SGC004 spiked with substance control; 4. SGC004; 5. SGC004 (d)
 D: 1. blank control; 2. irisflorentin control; 3. SGS001 spiked with substance control; 4. SGS001; 5. SGS001 (d); 6. SGS002; 7. SGS002 (d); 8. SGS003; 9. SGS003 (d)
 E: 1. blank control; 2. irisflorentin control; 3. SGS004 spiked with substance control; 4. SGS004; 5. SGS004 (d); 6. SGS005; 7. SGS005 (d); 8. SGS006; 9. SGS006 (d)

附录IX K^[4] 灰分测定法,浸出物测定按2010年版《中国药典》(一部)附录XA^[4]浸出物测定法分别采用热浸法及冷浸法对10个不同产地射干药材进行测定。射干药材中杂质、水分、灰分和浸出物测定结果见表2。

表2 射干药材中杂质、水分、灰分和浸出物测定结果(%)

Tab 2 Content determination of foreign matter, water, ash and extractives in *B. chinensis* (%)

样品号	杂质	水分	总灰分	酸不溶性灰分	热浸	冷浸	70%乙醇热浸
SGC001	0.65	7.95	5.76	0.52	33.33	30.68	34.16
SGC002	0.92	8.33	5.66	0.47	39.76	36.45	41.73
SGC003	1.18	9.61	5.43	0.42	38.96	35.21	42.69
SGC004	0.87	7.84	5.57	0.51	31.19	28.86	20.20
SGS001	0.78	6.14	5.77	0.80	31.10	29.19	32.80
SGS002	0.45	7.97	5.82	0.71	42.56	39.17	40.88
SGS003	0.61	7.32	5.51	0.58	21.78	20.18	28.10
SGS004	0.68	6.11	5.67	0.64	34.69	32.57	42.48
SGS005	0.83	7.14	6.55	0.65	18.88	17.53	23.41
SGS006	1.20	7.47	6.20	0.67	22.38	20.70	26.00
平均值	0.82	7.55	5.79	0.60	31.46	29.05	33.24
SD	0.24	1.03	0.34	0.12	8.15	7.39	8.51
RSD	29.42	13.60	5.86	19.83	25.89	25.43	25.60
最大值	1.20	9.61	6.55	0.80	42.56	39.17	42.69
最小值	0.45	6.11	5.43	0.42	18.88	17.53	20.20
建议限量	不超过 2.0%	不超过 10.0%	不超过 7.0%	不超过 1.0%	不低于 21.0%	不低于 19.0%	不低于 22.0%

3 讨论

射干含有大型的草酸钙柱晶,因而应在规定总灰分的同时一并规定酸不溶性灰分的限度检查。TLC的分离与鉴定结果显示,香港市售品与收集自不同产地的射干药材和次野鸢尾黄素对照品的斑点位置和颜色一致。常规项目测定结果表明,来自不同市场及产地的试验药材含量差异较大,射干中杂质的质量分数范围为0.45%~1.20%,水分为6.11%~9.61%,总灰分为5.43%~6.55%,酸不溶性灰分为0.42%~0.80%,浸出物冷浸和热浸分别为18.88%~42.56%、17.53%~39.17%,70%乙醇浸出物为20.20%~42.69%。

综上,本试验所建标准可以更好地控制射干药材的质量。

参考文献

- [1] 张伟东,王晓娟,杨万军,等.射干的化学成分研究[J].中国医院药学杂志,2011,31(6):435.
- [2] 张媛媛,秦民坚,束盼,等.射干药材的HPLC指纹图谱研究[J].药学与临床研究,2009,17(1):18.
- [3] 蔡鹰,丁安伟.射干药材HPLC指纹图谱研究[J].中国药房,2008,19(18):1398.
- [4] 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,2010:267、附录52、附录53、附录62.
- [5] 宗玉英,车镇涛.一种快速制备永久中药材切片的方法[J].中国中药杂志,2004,29(11):1122.

(收稿日期:2012-04-10 修回日期:2012-08-27)