

龙葵药材质量标准

刘林凤¹, 高宝益¹, 高淑红¹, 徐丽霞¹, 李慧博¹, 李菊花², 刘振东³, 刘来正^{1*}

(1. 山西药科职业学院, 太原 030031; 2. 太原市食品药品检验所, 太原 030012;
3. 山西双人药业有限公司, 山西 运城 043100)

[摘要] 目的: 修订和完善龙葵药材的质量标准。方法: 依据 2010 年版《中国药典》附录药品标准研究方法对龙葵药材进行显微、薄层鉴别, 对 10 批龙葵药材的水分、灰分、酸不溶性灰分进行检查, 并测定其有效成分含量。结果: 确定了龙葵药材的显微特征, 并建立了其 TLC 鉴别方法; 水分不得 >10.0%, 酸不溶性灰分不得 >3.0%; 澳洲茄碱进样量在 1.002 ~ 20.04 μg 内呈良好线性关系, 澳洲茄边碱进样量在 1.023 ~ 20.46 μg 内呈良好线性关系。结论: 不同产地所含澳洲茄碱与澳洲茄边碱的总量差异较大, 建立的方法能准确反映龙葵的内在质量, 可作为龙葵药材质量标准的修订内容。

[关键词] 龙葵; 质量标准; 薄层色谱法; 高效液相色谱法; 澳洲茄碱; 澳洲茄边碱

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)09-0077-03

[doi] 10.11653/syjf2013090077

Quality Standard of *Solanum nigrum*

LIU Lin-feng¹, GAO Bao-yi¹, GAO Shu-hong¹, XU Li-xia¹,

LI Hui-bo¹, LI JU-hua², LIU Zhen-dong³, LIU Lai-zheng^{1*}

(1. Shanxi Pharmaceutical Occupational College, Taiyan 030031, China;
2. Taiyuan Institute for Food and Drug Control, Taiyan 030012, China;
3. Shanxi Shuangren Pharmaceutical Co. Ltd, Yuncheng 043100, China)

[Abstract] **Objective:** To revise and improve quality standard of *Solanum nigrum*. **Method:** According to the research methods of pharmaceutical standard in 2010 version of 'Chinese Pharmacopoeia' Appendix, *S. nigrum* was identified by TLC and microscopy. Moisture, ash and acid insoluble ash from 10 batches of *S. nigrum* were detected, and the content of active ingredients were determined. **Result:** Microscopic characteristics of *S. nigrum* was determined, identification methods of TLC was established; The content of moisture could not more than 10%, acid insoluble ash could not more than 3.0%; Solasonine was linear in the range of 1.002-20.04 μg, but solamargine was linear in 1.023-20.46 μg. **Conclusion:** The total content of solasonine and solamargine from *S. nigrum* in different areas had significant difference. This established method could accurately reflect the inherent quality of *S. Nigrum*, which could be used as the amendments of quality standard for *S. nigrum*.

[Key words] *Solanum nigrum*; quality standard; TLC; HPLC; solasonine; solamargine

龙葵主要含澳洲茄碱、澳洲茄边碱及 β-澳洲茄

边碱等生物碱类成分和黄酮类成分, 用于治疗疮疖肿痛、跌打扭伤、小便不利等症^[1]。以龙葵为主药, 制成的龙葵补肾合剂、龙葵银消片、龙葵止咳冲剂等可用于治疗肝癌、肺癌、膀胱癌等疾病^[2]。目前, 对龙葵药材的质量控制可见于 1977 年版《中国药典》和 1987 年版《山西省中药材标准》等省市地方标准, 但只有简单的性状鉴别, 可控性差。因此, 本实验对分布于山西和流通于山西、河北医药市场的 10 批龙葵药材进行了显微、薄层鉴别, 并检查其水分、

[收稿日期] 20121116(003)

[基金项目] 山西省中药材地方标准研究编制专项 (2011011A)

[第一作者] 刘林凤, 学士, 副教授, 从事中药教学工作, Tel: 0351-7820585, E-mail: sxswwlf@163.com

[通讯作者] * 刘来正, 本科, 副教授, 从事中药教学工作, Tel: 0351-7820668, E-mail: laizhengliu@163.com

总灰分、酸不溶性灰分及有效成分含量,建立了龙葵的质量标准,为龙葵药材的质量控制提供了实验依据。

1 材料

LC-2010 型高效液相色谱仪(日本岛津公司), ODS-AP 型色谱柱(4.6 mm × 200 mm, 5 μm, 大连依利特公司), DMBA300-C 型 Motic 教师 300 万像素数码一体化显微镜系统(Motic Digital Class 2.0 控制软件, 麦克奥迪实业集团有限公司), FA2014 型 1/万电子天平(上海精科天平), SX2.5-10 型箱式电阻炉(上海树立仪器仪表有限公司), DHG-9075A 型电热恒温鼓风干燥箱(上海一恒科技有限公司), QE-100 型二两装高速中药粉碎机(武汉市屹立工具有限公司), 薄层层析硅胶 G(化学纯, 青岛海洋化工厂分厂)。

澳洲茄碱、澳洲茄边碱对照品(北京恒元启天化工技术研究院, 批号分别为 MUST-12022516, MUST-12010601), 乙腈为色谱纯, 其他试剂均为分析纯。

10 批龙葵药材经山西药科职业学院副教授刘来正鉴定为茄科茄属草本植物龙葵 *Solanum nigrum* L. 的干燥地上部分。药材信息见表 1。

表 1 10 批龙葵药材信息

No.	产地或经销部门	收集时间、方式	批号
LK02	山西太原南郊	2007-07-11 采集	20070711
LK03	山西平陆	2007-07-15 采集	20070715
LK04	山西定襄	2007-07-20 采集	20070720
LK05	山西晋城华草药业	2007-07-25 购置	20070701
LK06	山西双鹤医药公司	2007-07-24 购置	不详
LK11	山西稷山	2007-08-23 采集	20070823
LK12	山西省大同药材公司	2007-09-15 购置	不详
LK13	山西太原南郊	2011-09-16 采集	20110916
LK14	山西绛县药材公司	2011-09-28 购置	不详
LK15	山西运城神农百草堂	2011-10-17 购置	不详

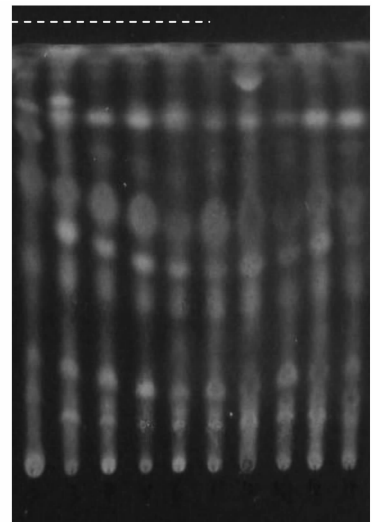
2 方法与结果

2.1 显微鉴别 取龙葵茎横切面, 水合氯醛加热透化, 间苯三酚和浓盐酸染色, 稀甘油装片。结果表皮 1 层细胞具有毛茸。皮层由 2~3 层厚角组织细胞和大型薄壁细胞组成。中柱鞘纤维椭圆形, 断续分散在皮层和韧皮部之间。双韧型初生维管束 8~10 个, 内外韧皮部中有时可见砂晶细胞。形成层成环形排列, 次生木质部发达, 髓宽广。

分别取龙葵药材粉末, 水装片观察淀粉粒; 水合

氯醛加热透化, 稀甘油装片观察其他组织细胞。结果粉末呈棕黄色、棕绿色或黄绿色。多见螺旋导管和孔纹导管, 直径 7.8~113.4 μm, 少见网纹导管和梯纹导管, 偶见环纹导管。纤维成束或散在, 直径 8.5~105.1 μm, 壁厚 3.2~17.2 μm。果皮细胞类方形, 类多角形或不规则形, 表面具角质纹理, 大小 26.3~98.6 μm。种皮细胞不规则形, 细胞壁皱波状。非腺毛大多破碎, 以 2~3 细胞多见。偶见腺毛、草酸钙晶体、花粉粒和淀粉粒^[3]。

2.2 TLC 鉴别 取本品粉末各 3 g, 加甲醇 30 mL, 超声处理 30 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 2 mL 使溶解, 作为供试品溶液。另取龙葵对照药材 3 g, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法《中国药典》2010 年版一部附录 VIB 试验, 吸取上述溶液各 5 μL, 分别点于同一硅胶 H 薄层板上, 以二氯甲烷-甲醇-氨水(8:1.5:0.4)为展开剂, 展开, 取出, 吹干, 喷以 10% 硫酸乙醇试液, 加热至斑点显色清晰, 置紫外灯(365 nm)下检视。结果供试品色谱中, 在与对照药材相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点^[4]。见图 1。



1. LK02; 2. LK03; 3. LK04; 4. LK05; 5. LK06; 6. LK11; 7. LK12; 8. LK13; 9. LK14; 10. LK15

图 1 龙葵 TLC

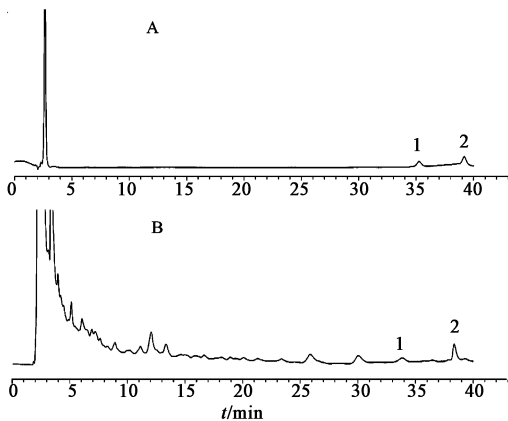
2.3 水分检查 照《中国药典》2010 年版一部附录 IX H 第一法进行试验, 结果在 10 批药材测定结果中, 最高测定值 8.14%。以最高测定值的 120% 设限, 为 9.77%, 故暂规定本品水分不得 >10.0%。

2.4 灰分检查 照《中国药典》2010 年版一部附录 IX K 进行试验, 结果在 10 批药材测定结果中, 总灰分最高测定值 15.82%, 最低 9.33%, 酸不溶性灰分测定值最高 2.5%, 最低 0.74%。总灰分测定值较

高的批次为自己采集的药材,因采集时携带的泥土较多造成。以最高测定值的120%设限,故暂规定本品总灰分不得>17.0%,而酸不溶性灰分不得>3.0%^[5]。

2.5 含量测定 照《中国药典》2010年版一部附录VI D进行测定。

2.5.1 色谱条件与系统适用性试验^[6] 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,流动相乙腈(A)-0.5%磷酸水溶液(B)进行梯度洗脱(0~25 min,21% A;25~35 min,21%~25% A;35~40 min,25% A),柱温40℃,流速1.0 mL·min⁻¹,检测波长203 nm,进样量20 μL。理论板数按澳洲茄碱峰计算不低于4 000。见图1。



A. 对照品;B. 供试品;1. 澳洲茄碱;2. 澳洲茄边碱

图2 龙葵 HPLC

2.5.2 对照溶液的制备 精密称取澳洲茄碱、澳洲茄边碱对照品适量,分别加80%乙醇配制0.2 g·L⁻¹的对照品溶液,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.5.3 供试品溶液的制备 取本品约2.5 g,精密称定,精密加入80%乙醇50 mL,超声处理40 min,以80%乙醇补足减失的质量,滤过,精密量取续滤液25 mL,蒸干,残渣用80%乙醇转移至5 mL量瓶中,并定容至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得^[7]。

2.5.4 方法学考察 通过对龙葵的含量测定进行方法学考察,结果表明澳洲茄碱进样量在1.002~20.04 μg呈良好线性关系;澳洲茄边碱进样量在1.023~20.46 μg呈良好线性关系。仪器精密性、方法重复性、供试液稳定性、方法准确度均良好^[8]。10批次龙葵中澳洲茄碱与澳洲茄边碱总含量0.079%~0.243%,不同产地所含澳洲茄碱与澳洲茄边碱的总量差异较大,建立的方法能够准确

反映龙葵的内在质量。

3 讨论

分别从山西各地采集到5批样品,从药材市场收集到10批样品,在15批样品中按地域不同、采集时间不同等原则,选择了10批有代表性的药材进行各项试验。

对龙葵叶表皮、茎横切面、叶横切面、叶柄横切面、果皮、种皮和粉末进行显微观察、数据测量和图片拍摄。考虑到生产检验的实际情况,编制龙葵质量标准正文时,只选择了较易操作的茎横切面和粉末特征,其他内容则在起草说明中进行了表述。在对10批样品测定灰分时,市场采购的批次数据低于采集的批次。分析原因为采集时携带泥土较多,未经清洗就晒干而导致总灰分较高。

薄层条件以二氯甲烷-甲醇-氨水(8:1.5:0.4)为展开剂,以10%硫酸乙醇试液显色,置紫外灯(365 nm)下检视斑点分离效果佳,但由于采用硅胶薄层来分离生物碱,略有影响,部分斑点出现拖尾现象。含量测定采用HPLC同时测定龙葵中澳洲茄碱与澳洲茄边碱的含量,实现了对龙葵中主要生物碱成分的质量控制,初步建立了龙葵药材的质量标准,为龙葵的临床安全、合理用药提供科学依据。

[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,1986:630.
- [2] 梅全喜,张志群,管静,等. 龙葵的临床应用研究进展[J]. 亚太传统医药,2011,7(11):168.
- [3] 张可锋,高雅,陈旭. 壮药百脉根的显微鉴别[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(7):151.
- [4] 张岩,徐连明,陈祥,等. 龙葵中澳洲茄边碱的提取工艺[J]. 中国实验方剂学杂志,2011,17(17):5.
- [5] 单会娇,王冰. 龙葵药材中可溶性糖的动态积累[J]. 中国实验方剂学杂志,2010,16(9):100.
- [6] 李明慧,丁岗,孟兆青,等. 龙葵药材中澳洲茄碱、澳洲茄边碱的含量测定[J]. 中国天然药物,2007,5(5):360.
- [7] 罗习珍,陈来,刘建军,等. 高效液相色谱法测定龙葵中的澳洲茄胺[J]. 时珍国医国药,2009,20(2):273.
- [8] 王燕,鲍家科,金杨,等. 岩陀药材质量标准研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2011,17(10):85.

[责任编辑 仝燕]