

文章编号: 1674-8085(2019)05-0086-05

瑶药七爪风的质量分析初步研究

魏江存^{1,2}, 秦祖杰¹, 谢臻², *陈勇², 张如³, 邱美雁¹,
韩倩², 陈良妮²

(1. 广西国际壮医院壮瑶药研发中心, 广西, 南宁 530201; 2. 广西中医药大学科学实验中心, 广西, 南宁 530200;

3. 广西壮族自治区妇幼保健院药剂科, 广西, 南宁 530003)

摘要: **目的** 建立七爪风的质量分析方法。**方法** 根据2015版《中国药典》的实验方法对七爪风药材的水分、总灰分及醇浸出物进行测定。**结果** 广西10批不同采集时间和不同地域的七爪风药材均具有相同的植物形态和药材性状, 实验测定结果: 水分为8.52%~11.01%, 总灰分为4.54%~7.18%, 酸不溶性灰分为0.59%~1.32%, 浸出物为16.81%~20.95%。**结论** 本研究的七爪风鉴别方法, 可用于该药材的质量控制分析, 该实验研究结果可为建立七爪风药材的质量标准提供科学依据以便更好的开发利用其药材。

关键词: 七爪风; 性状鉴别; 质量分析

中图分类号: R284.1

文献标识码: A

DOI:10.3969/j.issn.1674-8085.2019.05.017

PRELIMINARY STUDY ON QUALITY ANALYSIS OF *RUBUS REFLEXUS*

WEI Jiang-cun^{1,2}, QIN Zu-jie¹, XIE Zhen², *CHEN Yong², ZHANG Ru³, QIU Mei-yan¹, HAN Qian²,
CHEN Liang-ni²

(1. Guangxi International Zhuang Medical Hospital, Zhuangyao Pharmaceutical Research and Development Center, Nanning, Guangxi 530201, China;

2. Scientific Experimental Center of Guangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanning, Guangxi 530200, China;

3. Pharmacy Department of Guangxi Women and Children's Health Hospital, Nanning, Guangxi 530003, China)

Abstract Objective: To establish a quality analysis method for *Rubus reflexus*. **Methods:** According to the method of Chinese Pharmacopoeia (2015 edition), the water content, total ash content and alcohol-soluble extract of *R. reflexus* were determined. **Results:** Ten batches of *R. reflexus* from different areas and different collecting times in Guangxi all had the same plant morphology and medicinal properties. The experimental results showed that the contents of water, total ash, acid-insoluble ash and extract were 8.52%~11.01%, 4.54%~7.18%, 0.59%~1.32% and 16.81%~20.95% respectively. **Conclusion:** The method can be used for the quality control of *R. reflexus*. The experimental results can provide scientific basis for the development and utilization of *R. reflexus* and the establishment of its quality standard.

Key words: *Rubus reflexus*; trait identification; quality analysis

收稿日期: 2019-03-17; 修改日期: 2019-04-26

基金项目: 国家自然科学基金项目(81660701); 广西自然科学基金项目(2016GXNSFAA380148); 国家中医药管理局科研三级实验室中(壮)药化与质量分析实验室(国中医药发2009[21]号)

作者简介: 魏江存(1989-), 男, 广西贺州人, 药师, 硕士, 主要从事中药、民族药质量分析及其药效机制研究(E-mail: WJC2553@163.com);

秦祖杰(1966-), 男, 广西灵川人, 教授, 硕士, 硕士导师, 主要从事民族药学及中医内科学教学与科研(E-mail: 109741754@qq.com);

谢臻(1979-), 男, 广西玉林人, 副教授, 博士, 主要从事中药质量控制及复方配伍研究(E-mail: xie_zhen@126.com);

*陈勇(1961-), 男, 江西南昌人, 教授, 硕士生导师, 主要从事中药及其制剂质量分析研究(E-mail: 1401086015@qq.com);

张如(1984-), 女, 广东揭西人, 主管中药师, 主要从事中药饮片、中药质量标准研究(E-mail: 284978283@qq.com);

邱美雁(1986-), 女, 广西桂平人, 主管中药师, 主要从事中药学相关研究(E-mail: 326577249@qq.com);

韩倩(1995-), 女, 广西南宁人, 硕士生, 主要从事中药学专业研究(E-mail: 244366797@qq.com);

陈良妮(1991-), 女, 江苏南通人, 硕士生, 主要从事中药学专业研究(E-mail: 459657992@qq.com)。

瑶药七爪风为蔷薇科植物深裂锈毛莓 (*Rubus reflexus* Ker. var. *lanceolobus* Metc) 的干燥根, 又叫深裂锈毛莓、老虎爪、拦路蛇、红泡刺等, 属风湿跌打损伤药, 具有祛风除湿、强筋骨、收敛止血、活血调经的功效。《广西中药资源名录》^[1]、《中华本草》^[2]、《广西植物名录》^[3]、《全国中草药名鉴》^[4]、《药用植物辞典》^[5]和《中国现代瑶药》^[6]等书中对其药用价值都有详细的记载。它主要分布于广西、广东、湖南等地方^[6]。主要用于小儿疳积、崩漏、痈疮肿毒、月经不调等症^[1]。瑶药七爪风主治风湿痹痛、四肢麻木不遂等^[2], 常用于风湿关节炎疼痛、四肢麻痹瘫痪、痢疾等^[4]。近年来七爪风植物的治疗作用越来越引起人们的关注, 研究发现, 七爪风主要含黄酮类、三帖、有机酸、糖类和苷类等化合物^[7]。

目前对七爪风的药用价值研究报道较少, 还没有比较完善的质量标准控制分析方法。为开发七爪风药用资源, 并建立科学的药材质量标准控制方法, 确定七爪风药材适宜的采收季节, 本研究对七爪风药材的性状特征、药材各项检查及浸出物测定等方面进行了相关的实验研究。目前国内对七爪风的化学成分有一定的研究基础, 但未见有相关质量控制分析方面的研究报道。现将瑶药七爪风进行系统的质量分析相关研究, 其结果将为七爪风资源的开发和利用提供一定的科学依据。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

101A-3E 电热鼓风干燥箱 (上海实验仪器厂有限公司); SX2-4-10 箱式电阻炉-马弗炉 (上海实验仪器厂有限公司); HWSZ6 型电热恒温水浴锅 (上海一恒科学仪器有限公司); SQP 电子分析天平 (赛多利斯科学仪器 (北京) 有限公司)。

1.2 试剂

乙醇 (分析纯, 国药集团化学试剂有限公司)。

2 药材

瑶药七爪风药材共 10 批均采自于广西不同地区, 经广西中医药大学药学院药用植物教研室郭敏

教授鉴定为蔷薇科植物深裂锈毛莓 (*Rubus reflexus* Ker.var.*lanceolobus* Metc) 的干燥根, 采摘回来的药材在 50℃下烘烤 48 h, 具体来源见表 1。

表 1 七爪风药材样品信息
Table 1 *Laggera alata* sample information

药材编号	药材来源	采集时间	采集部位	干燥方式
LLJ-1	广西富川县	2017 年 11 月	全草	烘干
LLJ-2	广西昭平县	2018 年 7 月	全草	烘干
LLJ-3	南宁上林县	2017 年 12 月	全草	烘干
LLJ-4	桂林龙胜县	2018 年 6 月	全草	烘干
LLJ-5	桂林恭城县	2018 年 7 月	全草	烘干
LLJ-6	桂林平乐县	2017 年 11 月	全草	烘干
LLJ-7	百色靖西市	2017 年 10 月	全草	烘干
LLJ-8	百色那坡县	2018 年 6 月	全草	烘干
LLJ-9	百色田阳县	2018 年 7 月	全草	烘干
LLJ-10	广西钟山县	2017 年 12 月	全草	烘干

3 植物形态与性状鉴别

3.1 植物形态鉴别

瑶药七爪风属攀援灌木, 约有 2 m 高。单叶, 心状长卵形, 上面无毛或沿叶脉疏生柔毛, 下面密被锈色绒毛, 沿叶脉有长柔毛, 有不整齐的粗锯齿或重锯齿, 基部心形; 叶柄长 2~5 cm, 被绒毛并有稀疏小皮刺; 托叶宽倒卵形, 长宽各约 1~2 cm, 被长柔毛, 梳齿状或不规则掌状分裂。

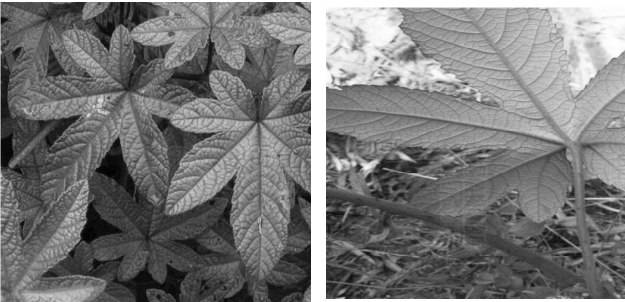


图 1 七爪风药材
Fig.1 *Rubus reflexus*

3.2 药材性状鉴别

七爪风药材呈圆柱形, 常扭曲, 直径 0.1~2 cm, 具多数须根。表面浅红色、棕色。药材质硬, 不易折断。断面黄白色, 有裂隙。气微, 味淡。

4 实验结果

4.1 水分测定

4.1.1 测定方法

参照 2015 年版《中国药典》第四部 0832 通则水分测定法进行测定,将药材粉末各 3.0 g(过 2 号筛)平铺在干燥至恒重的扁形称量瓶中,厚度小于 5 mm,疏松样品小于 10 mm,精密称定,药材在 105 ℃干燥 5 h 后,盖好瓶盖,转移到干燥器中,静置 30 min 冷却,精密称定,在 105 ℃干燥 1 h,静置放冷,称重,连续两次称重的差异不超过 5 mg

为止。根据减失的重量,计算七爪风药材中水分百分含量(%)。

4.1.2 水分测定结果

实验参照“4.1.1”项下的水分测定方法,对广西 10 批不同地域和采摘季节的七爪风药材平行测定 3 份,结果见表 2。

表 2 七爪风药材水分含量测定结果 (n = 10)

Table 2 Determination of moisture content

药材编号	药材来源	采集时间	水分含量 (%)	水分平均含量 (%)
LLJ-1	广西富川县	2017 年 11 月	8.52	
LLJ-2	广西昭平县	2018 年 07 月	8.91	
LLJ-3	南宁上林县	2017 年 12 月	10.48	
LLJ-4	桂林龙胜县	2018 年 06 月	9.65	
LLJ-5	桂林恭城县	2018 年 07 月	9.83	9.79
LLJ-6	桂林平乐县	2017 年 11 月	11.01	
LLJ-7	百色靖西市	2017 年 10 月	10.29	
LLJ-8	百色那坡县	2018 年 06 月	8.67	
LLJ-9	百色田阳县	2018 年 07 月	10.78	
LLJ-10	广西钟山县	2017 年 12 月	9.76	

由表 2 可知,广西地区 10 批瑶药七爪风药材的水分含量都有一定的差异性,药材水分平均含量为 9.79%。2017 年 11 月广西桂林平乐县采摘的七爪风药材水分含量在 10 批七爪风药材中含量最高,为 11.01 %,故以最高值的 120%设限^[8-11],暂定七爪风药材水分不高于 13.21%。

4.2 灰分测定

4.2.1 总灰分测定

参照 2015 年版《中国药典》第四部通则 2302 灰分测定法,取七爪风药材粉末约 4 g(过 2 号筛),置炽灼至恒重的坩埚中,称定重量(准确至 0.01 g),缓慢加热,注意防止药材燃烧,至到药材完全炭化时,将坩埚放于马弗炉中,逐渐升高温度至 600 ℃,使完全灰化并到恒重。根据残渣重量,计算七爪风药材中总灰分的含量(%)。

4.2.2 酸不溶性灰分测定

取上面所得灰分,在坩埚中缓慢加入稀盐酸大约 10 mL,用表面皿覆盖坩埚,放在水浴上加热 10 min,表面皿用热水约 5 mL 冲洗,洗液并入坩埚中,采用无灰滤纸过滤,用纯水冲洗坩埚内的残渣于滤纸上,并冲洗至洗液不显氯化物反应为止。滤纸和滤渣移到同一坩埚中,称定重量,缓缓加热,至完全炭化时,将坩埚放置于马弗炉中,逐渐把温度升高到 600 ℃,使完全灰化并至恒重。根据残渣重量,计算药材中酸不溶性灰分的含量(%)。

4.2.3 灰分测定结果

实验参照 4.2.1 和 4.2.2 项下的测定方法,对 10 批广西不同产地和采集时间的七爪风药材进行测定,结果见表 3。

表 3 七爪风药材中灰分含量测定结果 (n=10)
Table 3 Determination of ash content

药材编号	药材来源	采集时间	总灰分平均含量 (%)	RSD (%)	酸不溶性灰分平均含量 (%)	RSD (%)
LLJ-1	广西富川县	2017 年 11 月	6.15	1.21	0.78	1.52
LLJ-2	广西昭平县	2018 年 7 月	5.07	0.82	0.64	0.89
LLJ-3	南宁上林县	2017 年 12 月	5.82	0.73	1.21	0.54
LLJ-4	桂林龙胜县	2018 年 6 月	6.13	1.91	0.96	1.86
LLJ-5	桂林恭城县	2018 年 7 月	4.54	1.65	0.81	1.38
LLJ-6	桂林平乐县	2017 年 11 月	6.21	1.08	0.69	0.96
LLJ-7	百色靖西市	2017 年 10 月	4.63	2.21	1.32	0.82
LLJ-8	百色那坡县	2018 年 6 月	6.46	1.49	0.86	0.79
LLJ-9	百色田阳县	2018 年 7 月	5.72	0.95	0.59	1.27
LLJ-10	广西钟山县	2017 年 12 月	7.18	1.74	0.85	2.35

由表 3 可知, 广西地区 10 批七爪风药材的总灰分、酸不溶性灰分含量均有一定的差异, 总灰分测定中含量最高的是 2017 年 12 月广西钟山县采集的七爪风为 7.18%, 故以最高值的 120%设限^[8-10], 暂定七爪风药材总灰分不高于 8.62%。酸不溶性灰分测定中含量最高的是 2017 年 10 月百色靖西市采集的七爪风为 1.32%, 故以最高值的 120%设限^[8-11], 暂定七爪风药材酸不溶性灰分不高于 1.58%。

4.3 浸出物测定

测定用的药材需粉碎, 使能通过二号筛, 并混合均匀。

4.3.1 测定条件的选择

七爪风药材分别用纯水、10%乙醇、2%乙醇、30%乙醇、40%乙醇、50%乙醇、60%乙醇、70%乙醇、80%乙醇和 95%乙醇做为溶剂, 按照《中国药典》2015 年版第四部通则 2201 醇溶性浸出物测定法(冷浸法和热浸法, 以纯水和乙醇为溶剂)进行测定, 测定药材中浸出物含量百分比, 结果见表 4 和表 5。

实验结果表明, 在冷浸法和热浸法中, 用 20%乙醇溶剂热浸法测定的七爪风药材浸出物含量最高, 故采用 20%乙醇作为提取溶剂。

表 4 纯水与乙醇冷浸法的考察

Table 4 Investigation of cold water leaching of pure water and ethanol

溶剂浓度(%)	浸出物平均百分含量 (%)	RSD (%)
纯水	12.56	0.82
10%乙醇	14.17	0.93
20%乙醇	15.26	1.91
30%乙醇	13.89	1.52
40%乙醇	12.76	1.21
50%乙醇	10.37	1.82
60%乙醇	8.79	2.43
70%乙醇	8.02	1.26
80%乙醇	7.16	1.81
95%乙醇	6.98	2.62

表 5 纯水与乙醇热浸的考察

Table 5 Investigation of hot water immersion in pure water and ethanol

溶剂浓度(%)	浸出物平均百分含量 (%)	RSD (%)
纯水	16.32	1.25
10%乙醇	16.93	1.93
20%乙醇	17.54	1.75
30%乙醇	16.21	0.94
40%乙醇	15.28	1.32
50%乙醇	12.72	1.48
60%乙醇	10.53	0.72
70%乙醇	9.96	0.85
80%乙醇	9.16	1.46
95%乙醇	8.52	1.71

4.3.2 测定方法

参照《中国药典》2015 年版第四部通则 2201 醇溶性浸出物测定方法进行测定,精密称定药材 3.0 g,置 100 mL 的锥形瓶中,精密量取 60 mL 水,密塞,称定重量,静置 1 h,回流 1 h 后,放置冷却,取下锥形瓶,密塞,补足减少的重量,摇匀,用干燥滤器过滤,精密量取滤液 25 mL,放到已经干燥至恒重的蒸发皿中,水浴蒸干后,于 105 °C 干燥 3

h,置干燥器中冷却 30 min,迅速精密称定其重量。根据浸膏的重量计算七爪风药材中浸出物的含量(%)。

4.3.3 浸出物测定结果

实验参照 4.3.2 项下的浸出物测定方法,对 10 批广西不同产地和采集季节的七爪风药材进行浸出物测定,结果见表 6。

表 6 七爪风药材中浸出物含量测定结果 (n = 10)

Table 6 Determination of extractive content

药材编号	药材来源	采集时间	出物含量 (%)	浸出物平均含量	RSD (%)
LLJ-1	广西富川县	2017 年 11 月	18.64	18.64	1.26
LLJ-2	广西昭平县	2018 年 7 月	17.99		2.05
LLJ-3	南宁上林县	2017 年 12 月	20.95		1.74
LLJ-4	桂林龙胜县	2018 年 6 月	18.56		0.95
LLJ-5	桂林恭城县	2018 年 7 月	17.83		1.21
LLJ-6	桂林平乐县	2017 年 11 月	16.81		0.64
LLJ-7	百色靖西市	2017 年 10 月	19.67		1.62
LLJ-8	百色那坡县	2018 年 6 月	18.79		2.18
LLJ-9	百色田阳县	2018 年 7 月	19.02		0.43
LLJ-10	广西钟山县	2017 年 12 月	18.15		1.71

由表 6 可知,广西地区 10 批不同产地七爪风药材的浸出物含量具有一定的差异,平均含量为 18.64%。2017 年 11 月桂林平乐县采集的七爪风药材浸出物含量在 10 批七爪风药材浸出物测定中含量最低为 16.98%,故以最低值的 80% 设限^[8-11],暂定七爪风药材浸出物不低于 13.59%。

5 小结

本实验对广西不同产地和采集季节的七爪风药材进行水分、灰分及浸出物等相关项目检查测定。实验结果如下:七爪风药材水分不高于 13.21%,总灰分不高于 8.62%,酸不溶性灰分不高于 1.58%,浸出物不低于 13.59%。各项检查测定结果均符合规定,结果表明,不同产地和采集时间均对药材水分、灰分及浸出物有影响。本研究对瑶药七爪风药材水分、灰分以及醇溶性浸出物进行了测定,其实验结果可为七爪风药材质量标准的建立以及开发利用提供科学依据。

参考文献:

[1] 方鼎. 广西中药资源名录[M]. 南宁: 广西民族出版社, 1993:114.

[2] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草第 4 卷[M].上海:上海科学技术出版社,1999:2880.

[3] 覃海宁,刘演. 广西植物名录[M].北京:科学出版社, 2010:183.

[4] 谢宗万,余友琴. 全国中草药名鉴[M].北京:人民卫生出版社,1996:421.

[5] 江纪武. 药用植物辞典[M].天津:天津科学技术出版社, 2005:701.

[6] 戴斌. 中国现代瑶药[M]. 南宁:广西科学技术出版社,2009:106.

[7] 周小雷,王硕,樊溪源,等. 瑶药七爪风的化学成分预实验研究[J].中国民族民间医药,2012,21(02):2-3.

[8] 魏江存,陈勇,阙祖亮,等. 六棱菊的质量标准初步研究[J]. 井冈山大学学报:自然科学版,2017,38(04): 89-92+101.

[9] 胡淑曼,王聪,刘红兵,等. 龙葵药材质量标准的研究[J]. 时珍国医国药,2016,27(10):2375-2378.

[10] 魏江存,陈勇,康梦莹,等. 瑶药红凉伞的质量标准初步研究[J].广西中医药大学学报,2016,19(04):62-64.

[11] 庞丹清,魏中璇,陈勇,等. 广西壮药材粪箕笃质量标准的研究[J].井冈山大学学报:自然科学版,2018,39(1): 82-86.