

本文引用:白璐,郭静,伍实花,赵毅,吴梦瑶,陈灿,龚云,李春,张鹏. 金樱根质量控制方法提升研究及等级评价体系的建立[J]. 湖南中医药大学学报, 2022, 42(2): 206-212.

金樱根质量控制方法提升研究及等级评价体系的建立

白璐¹, 郭静¹, 伍实花¹, 赵毅¹, 吴梦瑶¹, 陈灿¹, 龚云¹, 李春², 张鹏^{1*}

(1. 株洲千金药业股份有限公司, 湖南 株洲 412007; 2. 中国中医科学院中药研究所, 北京 100700)

[摘要] **目的** 提升金樱根药材的质量控制方法, 对其进行安全性分析与等级评价。**方法** 对现行质量标准进行总结, 改进薄层鉴别方法, 建立特征图谱, 并对含量测定方法进行研究; 采用电感耦合等离子体质谱法测定其铅、镉、砷、汞、铜的残留量; 利用 SPSS 统计软件对其进行聚类分析。**结果** TLC 鉴别方法各斑点清晰, 分离度良好, 可以区分真伪, 建立的特征图谱有 5 个特征峰, 指认 1 个特征峰; 不同产地金樱根 5 种重金属平均含量分别为铅 0.7 mg/kg、镉 0.1 mg/kg、砷 0.1 mg/kg、铜 5.0 mg/kg, 汞低于 0.01 mg/kg; 30 批样品分为 3 类: 1 批特级, 9 批优质, 20 批合格。**结论** 本方法结果准确、简便、客观、重复性好, 可用于药材的质量控制; 不同产地重金属含量均在中国《药用植物及制剂进出口绿色行业标准》规定范围内, 处于安全水平; 本研究所提出的 3 个等级规格药材的不同等级特性区分明显, 实践中容易掌握, 对药材的采收加工、销售流通及临床应用具有一定的指导和实践意义。

[关键词] 金樱根; 薄层色谱; 特征图谱; 含量测定; 安全性评价; 等级评价

[中图分类号] R284.1 **[文献标志码]** A **[文章编号]** doi:10.3969/j.issn.1674-070X.2022.02.007

Improvement of quality control method and establishment of grade evaluation system for *Rose cymosa*

BAI Lu¹, GUO Jing¹, WU Shihua¹, ZHAO Yi¹, WU Mengyao¹, CHEN Can¹, GONG Yun¹, LI Chun², ZHANG Peng^{1*}

(1. Zhuzhou Qianjin Pharmaceutical Co., Ltd., Zhuzhou, Hunan 412007, China; 2. Institute of Chinese Materia Medica, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China)

[Abstract] **Objective** To improve the quality control method of *Rose cymosa*, and to carry out safety evaluation and grade evaluation. **Methods** The statutory standard of *Rose cymosa* were summarized. The thin-layer chromatography (TLC) identification method was improved, the characteristic map was established, and the content determination method was studied. The residues of lead, cadmium, arsenic, mercury and copper in *Rose cymosa* were determined by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). Cluster analysis of *Rose cymosa* was carried out using SPSS statistical software. **Results** The spots on TLC plate were clear and well-separated, which can be used to identify the authenticity. The established characteristic spectrum identified 5 characteristic peaks and identified 1 components. The average content of lead, cadmium, arsenic and copper was 0.7, 0.1, 0.1, 5.0 mg/kg, respectively, and mercury was less than 0.01 mg/kg. The 30 batches of samples were divided into 3 categories, 1 batch of super grade, 9 batches of high quality and 20 batches of qualified. **Conclusion** The proposed methods are accurate, simple, and objective, and can be used for quality control of *Rose cymosa*. The content of heavy metals in *Rose*

[收稿日期] 2021-11-23

[基金项目] 国家中药标准化项目(ZYBZH-C-HUN-21)。

[第一作者] 白璐, 女, 硕士, 中级工程师, 研究方向: 中药质量标准研究。

[通信作者] * 张鹏, 男, 博士, 高级工程师, E-mail: pengzhangbjmu@163.com。

cymosa from different areas was all within the limit prescribed in China's *Green Thade Standards Importing & Exporting Medicinal plants & Preparation*, which was at a safe level. This research proposes three ranks of medicinal materials specifications for different features to distinguish clearly, and easy to master in practice, which has certain guidance and practical significance for the collection, processing, sales, circulation and clinical application of medicinal materials.

[**Keywords**] *Rosa cymosa*; thin-layer chromatography; characteristic spectrum; content determination; safety evaluation; grade evaluation

金樱根为我国西南瑶族、苗族、壮药、土家族等多个少数民族的常用药材^[1-5],应用广泛,具有清热利湿、解毒消肿、活血止血、收敛固涩的功效。本品为蔷薇科植物金樱子 *Rosa laevigata* Michaux、小果蔷薇 *Rosa cymosa* Tratt.和粉团蔷薇 *R. multiflora* var. *cathayensis* Rehder & E. H. Wilson 的干燥根和茎^[6]。金樱根中主要含有三萜、黄酮、鞣质类成分,可治疗遗精、遗尿、痢疾泄泻、崩漏带下、子宫脱垂、痔疮、烫伤等,为妇科千金片、金鸡胶囊及广东凉茶等常用中药^[7-9]。

金樱根的不同现行标准来源基本一致,仅湖南省和广西省标准收录了3个基原,药用部位分别为根及茎与根及根茎。其余地方标准仅收录了蔷薇科植物金樱子的干燥根一个来源,质量标准在各现行标准中仅有显微鉴别与以金樱根对照药材为对照的薄层色谱鉴别。本研究从定性、定量和安全性等方面全面提升了金樱根的质控方法,为金樱根的质量控制提供依据。

1 仪器与试药

1.1 主要仪器

ATS 4 薄层色谱全自动点样仪(瑞士 CAMAG 公司);ADC 2 薄层色谱全自动展开仪(瑞士 CAMAG 公司);Derivatizer 薄层色谱全自动喷雾系统(瑞士 CAMAG 公司);Visualizer 2 薄层色谱数码成像系统(瑞士 CAMAG 公司);TH-II 薄层色谱显色加热器(上海科哲生化科技有限公司);Waters e2695 高效液相色谱仪、Waters 2998 PDA 检测器(美国 Waters 公司);iCAP RQ ICP-MS 电感耦合等离子体质谱仪(美国赛默飞世尔科技有限公司);AB204-S 电子天平、AB135-S 电子天平(瑞士梅特勒公司);KQ300DE 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);A11 分析型研磨仪(德国 IKA 公司)。

1.2 试药

金樱根对照药材(批号:12115-201306)购于中国食品药品检定研究院;蔷薇酸(Y-176-180516)购

于成都瑞芬思生物科技有限公司;乙醇(批号:P1433419)、甲醇(批号:P1441123)、二氯甲烷(批号:P1454839)均购于 General-Reagent 公司;乙腈(批号:177798)购于 Fisher 公司;磷酸(批号 20171008)购于天津市科密欧化学试剂有限公司;其他所用试剂均为分析纯。金樱根药材为株洲千金药业股份有限公司提供,共计 30 份,其标准收录情况及实验样品信息见表 1 和表 2。

2 方法与结果

2.1 薄层鉴别

2.1.1 供试品溶液的制备 取本品粉末(过二号筛)1 g,置具塞锥形瓶,加 95%乙醇 10 mL,密闭,超声处理 15 min,过滤,滤液作为供试品溶液。

2.1.2 对照品溶液的制备 取金樱根对照药材,同法制成对照药材溶液。取蔷薇酸对照品适量,加二氯甲烷-甲醇(1:1)制成 1 mg·mL⁻¹ 的对照品溶液。

2.1.3 薄层色谱 依据薄层色谱法(中华人民共和国药典 2015 年版四部通则 0502)试验,分别吸取对照品溶液 1 μL、供试品溶液 3 μL、对照药材溶液 3 μL,点于同一硅胶 G 薄层板上,以二氯甲烷:甲醇:水(9:1:0.1)为展开剂,展开剂蒸汽饱和 20 min 后展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇(m/V),在 105 ℃ 加热 5 min,在 365 nm 下检视。供试品色谱中,在与对照药材、对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。采用上述色谱法对 24 批不同产地(S1~S20)不同基原(S31~S33)和伪品(S35)药材进行薄层鉴别,结果样品中斑点清晰,比移值(R_f)合适,不同基原样品具有良好的一致性,可以达到区分伪品的目的。结果见图 1。

2.2 特征图谱与含量测定

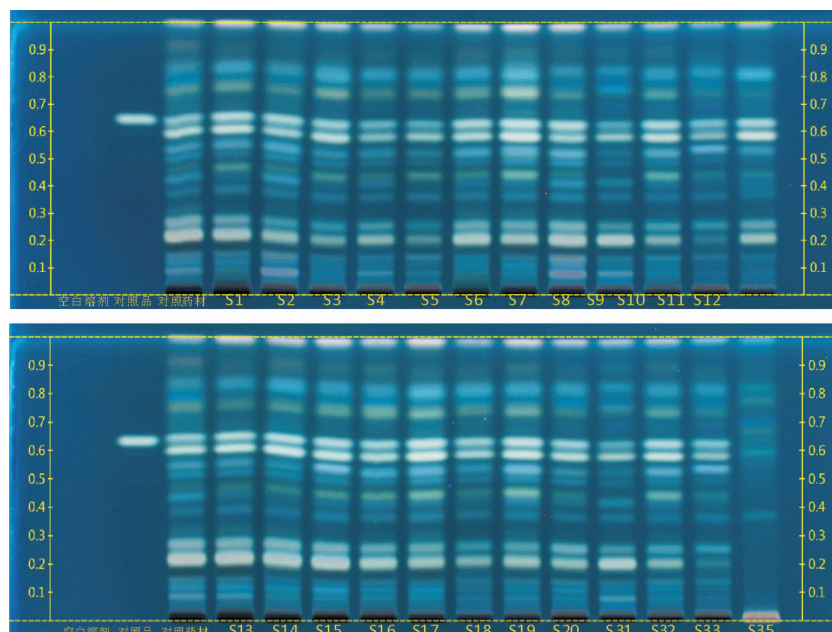
2.2.1 色谱条件与系统适用性 分别选用 ACE Excel 3 C₁₈-FPF 色谱柱(4.6 mm×150 mm,3 μm)、Waters Xselect HSS PFP(4.6 mm×150 mm,3.5 μm),

表1 金樱根标准收载情况

编号	名称	收载出处	收载基原
1	金樱根	湖北省中药材质量标准 ^[10] (2018年版)	蔷薇科植物金樱子 <i>Rosa laevigata</i> Michx.的干燥根,全年均可采收。
2	金樱根 壤裸旺	广西壮族自治区壮药材质量标准 ^[11] (第一卷)(2008年版)	蔷薇科植物金樱子 <i>Rosa laevigata</i> Michx.的干燥根,秋、冬季采挖。
3	金樱根 落懂紧	广西壮族自治区瑶药材质量标准 ^[12] (第一卷)(2014年版)	蔷薇科植物金樱子 <i>Rosa laevigata</i> Michx.、小果蔷薇 <i>Rosa cymosa</i> Tratt.、粉团蔷薇 <i>Rosa multiflora</i> Thunb. Var. <i>cathayensis</i> Rehd. Et Wils.的干燥根及根茎,全年均可采收。
4	金樱根	广东省中药材标准第一册 ^[13] (2004年版)	蔷薇科植物金樱子 <i>Rosa laevigata</i> Michx.的干燥根,全年均可采收。
5	金樱根	贵州省中药材、民族药材质量标准 ^[9] (2003年版)	蔷薇科植物金樱子 <i>Rosa laevigata</i> Michx.的干燥根,全年均可采收。
6	金樱根	湖南省中药材标准 ^[6] (2009年版)	蔷薇科植物金樱子 <i>Rosa laevigata</i> Michaux、小果蔷薇 <i>Rosa cymosa</i> Trattinnick、粉团蔷薇 <i>Rosa multiflora</i> var. <i>cathayensis</i> Rehder & E. H. Wilson 的干燥根和茎,全年均可采收。
7	金樱根	湖南省中药饮片炮制规范 ^[14] (2010年版)	蔷薇科植物金樱子 <i>Rosa laevigata</i> Michaux、小果蔷薇 <i>Rosa cymosa</i> Trattinnick、粉团蔷薇 <i>Rosa multiflora</i> var. <i>cathayensis</i> Rehder & E. H. Wilson 的干燥根和茎,全年均可采收。

表2 实验样品信息

批号	产地	基原	批号	产地	基原	批号	产地	基原
S1	湖南张家界	小果蔷薇	S13	贵州遵义	小果蔷薇	S25	贵州铜仁	小果蔷薇
S2	湖南怀化	小果蔷薇	S14	湖北宜昌	小果蔷薇	S26	湖南吉首	小果蔷薇
S3	湖南吉首	小果蔷薇	S15	贵州铜仁	小果蔷薇	S27	湖南张家界	小果蔷薇
S4	贵州铜仁	小果蔷薇	S16	湖南吉首	小果蔷薇	S28	湖南怀化	小果蔷薇
S5	贵州遵义	小果蔷薇	S17	湖南吉首	小果蔷薇	S29	广西桂林	小果蔷薇
S6	湖南吉首	小果蔷薇	S18	湖南张家界	小果蔷薇	S30	湖北吉首	小果蔷薇
S7	广西玉林	小果蔷薇	S19	湖南张家界	小果蔷薇	S31	安徽亳州	金樱子
S8	广西玉林	小果蔷薇	S20	广西河池	小果蔷薇	S32	湖南吉首	金樱子
S9	湖北恩施	小果蔷薇	S21	湖南吉首	小果蔷薇	S33	湖南吉首	粉团蔷薇
S10	湖南张家界	小果蔷薇	S22	湖南怀化	小果蔷薇	S34	广西桂林	小果蔷薇
S11	湖南怀化	小果蔷薇	S23	广西河池	小果蔷薇	S35	安徽亳州	山楂根
S12	湖南吉首	小果蔷薇	S24	湖北宜昌	小果蔷薇			



注:空白溶剂;95%乙醇;金樱根供试品:S1~S20、S31~S33;金樱根伪品:S35

图1 薄层色谱样品检测

甲醇(A)-乙腈(B)-0.1%磷酸水溶液(C)为流动相,梯度洗脱(0~10 min,5% A,15%~23% B,80%~72% C;10~23 min,5%A, 23% B,72% C;23~55 min,5% A, 23%~35% B,72%~60% C;55~62 min,5% A, 35%~39% B,60%~56% C;62~65 min,5% A, 39%~43% B,56%~52% C;65~80 min,5% A, 43%~55% B,52%~40% C;80~90 min,5% A, 55%~70% B, 40%~25% C);体积流量为 1.0 mL·min⁻¹;柱温为 30 ℃;检测波长为 210 nm;进样量为 10 μL。理论塔板数按蔷薇酸计算应不低于 5000。供试品色谱中共呈现 5 个特征峰,与参照物峰相应的峰为 S 峰,计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间,其相对保留时间应在规定值的±10%范围以内。规定值为 0.37(峰 1)、0.43(峰 2)、0.67(峰 3)、1.00(峰 4/S)、1.02(峰 5)。检测结果与图谱见表 3-4,图 2。

2.2.2 参照物溶液的制备 取蔷薇酸对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 mL 含蔷薇酸 0.15 mg 溶液,即得。

2.2.3 供试品溶液的制备 取金樱根样品(批号 S32、S33、S34),粉碎,过三号筛,约 1.0 g,精密称定,置 125 mL 具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 50 mL,密塞,称定重量,加热回流 1 h,放冷,用甲醇补足失重,摇匀,滤过,取续滤液,即得供试品溶液。

现行标准对金樱根缺少成分质控,仅以薄层鉴别作为定性鉴别,有学者采用 ACE Excel 3 C₁₈-PFP 色谱柱建立了基于同一色谱条件的金樱根指纹图谱和含量测定^[15],但专属色谱柱耐用性窄,且实

测过程中柱压过高,此次采用其他厂家色谱柱进行试验,扩充了色谱柱耐用性,新增了特征图谱检测,结果显示色谱柱耐用性良好,可提高检测效率,节约质量控制成本。

2.3 样品测定

取 30 批金樱根药材,按照药典通则及上述特征图谱和含量测定方法进行检测,结果如下表 5-7。

结果显示,30 批金樱根重金属及有害元素的含量中铅的含量在 0.2~1.8 mg/kg、镉的含量在 0.03~0.3 mg/kg、砷的含量在 0.03~0.3 mg/kg、铜的含量在 2.2~7.3 mg/kg、汞的含量均未超过 0.01 mg/kg。均在中国《药用植物及制剂进出口绿色行业标准》^[16]规定限度内,处于安全水平。

蔷薇酸是金樱根的有效成分之一,也是金樱根质量评价的重要指标。通过对不同产地金樱根进行蔷薇酸的含量测定,结果表明金樱根蔷薇酸含量在 0.25%~0.63%,说明不同产地的蔷薇酸含量存在差异。

30 批金樱根直径范围 1.1~5.9 cm,变异系数达到 47.2%,说明不同产地金樱根直径大小存在较大差异,可通过感官鉴别可直接分辨大小。醇溶性浸出物的含量在 12%~28%,均符合《湖南省中药材标准》(2009 年版)对金樱根浸出物规定的限量标准(不少于 10%)。

2.4 金樱根药材等级建立的研究

2.4.1 聚类指标的拟定与分级 考虑到传统药材采用“辨状论质”的原则,再结合药材关键质量属性,故选择直径、醇溶性浸出物、蔷薇酸含量作为金樱根药材分级指标。

表 3 不同色谱柱对蔷薇酸含量测定结果的比较

成分	样品 S32		样品 S33		样品 S34		标准规定
	ACE 色谱柱	Waters 色谱柱	ACE 色谱柱	Waters 色谱柱	ACE 色谱柱	Waters 色谱柱	
蔷薇酸	0.33%	0.32%	0.57%	0.56%	0.40%	0.39%	≥0.20%
相对偏差 RD/%	3.03%		1.75%		2.50%		≤10%

注:ACE 色谱柱为 ACE Excel 3 C₁₈-PFP;Waters 色谱柱为 Waters Xselect HSS PFP

表 4 不同色谱柱对样品的特征图谱测定结果的比较

特征峰	样品 S32		样品 S33		样品 S34		可接收范围
	ACE 色谱柱	Waters 色谱柱	ACE 色谱柱	Waters 色谱柱	ACE 色谱柱	Waters 色谱柱	
1	0.36	0.35	0.36	0.35	0.36	0.35	0.34~0.40
2	0.42	0.39	0.42	0.39	0.42	0.39	0.39~0.47
3	0.66	0.63	0.67	0.63	0.66	0.63	0.61~0.73
4(S)	1	1	1	1	1	1	1
5	1.03	1.02	1.03	1.02	1.03	1.02	0.92~1.12

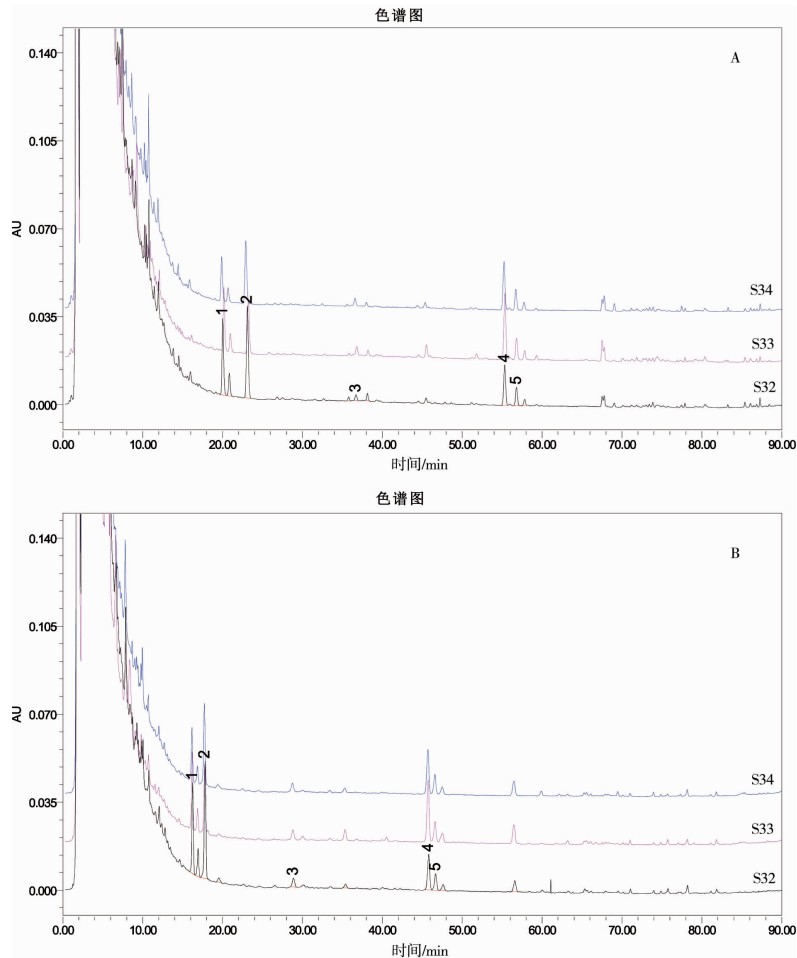
注:ACE 色谱柱为 ACE Excel 3 C₁₈-PFP;Waters 色谱柱为 Waters Xselect HSS PFP

2.4.2 分级 将每份金樱根样品的直径、浸出物、含量作为聚类指标,运用 SPSS 19.0 统计分析软件对 30 批金樱根样品进行分析,结果见图 3。

由图 3 可以看出,可将 30 批金樱根样品分为 3 类:样品 S16 聚为一类,为一等品;样品 S1、S3、S6、

S12、S17、S21、S25、S26、S29 聚为一类,为二等品;其他 20 份样品聚为一类,为统货样品。汇总分析见表 8。

同时结合各样品产地及含量结果情况分析,一等品 1 批,分布产地为湖南吉首(1 批);二等品共 9 批,分布产地为湖南吉首(6 批)、湖南张家界(1 批)、



注:A为 ACE Excel 3 C₁₈-PFP;B为 Waters Xselect HSS PFP

图 2 不同色谱柱下样品的色谱图

表 5 30 批金樱根重金属及有害元素的含量(mg/kg)

批号	铅	镉	砷	汞	铜	批号	铅	镉	砷	汞	铜
S1	0.5	0.10	0.03	未检出	3.5	S16	0.6	0.08	0.20	未检出	2.5
S2	0.5	0.20	0.06	未检出	4.1	S17	0.7	0.07	0.10	未检出	2.9
S3	1.5	0.40	0.20	0.0050	7.2	S18	0.3	0.20	0.10	未检出	5.5
S4	0.9	0.20	0.30	0.0040	6.6	S19	0.8	0.10	0.08	未检出	6.3
S5	0.5	0.10	0.30	未检出	4.4	S20	1.0	0.20	0.10	0.0030	6.3
S6	0.2	0.03	0.04	未检出	3.3	S21	0.6	0.08	0.06	未检出	2.3
S7	0.5	0.20	0.07	未检出	2.5	S22	0.3	0.10	0.12	未检出	4.6
S8	0.8	0.10	0.09	0.0030	7.3	S23	0.9	0.08	0.09	未检出	6.2
S9	0.8	0.20	0.20	0.0050	6.7	S24	0.3	0.09	0.20	未检出	2.9
S10	1.1	0.20	0.08	未检出	3.4	S25	0.5	0.20	0.10	0.0030	6.7
S11	1.6	0.30	0.20	0.0050	7.1	S26	0.5	0.10	0.08	未检出	4.1
S12	0.3	0.09	0.09	未检出	2.0	S27	0.9	0.20	0.30	0.0040	6.6
S13	1.8	0.30	0.20	0.0100	5.7	S28	0.8	0.10	0.09	0.0030	7.3
S14	0.2	0.09	0.10	0.0008	6.9	S29	0.7	0.20	0.10	0.0020	6.5
S15	0.8	0.20	0.08	未检出	4.9	S30	0.4	0.07	0.05	未检出	2.8

表 6 30批金樱根特征图谱、含量测定结果

批号	1	2	3	4(S)	5	含量/%	批号	1	2	3	4(S)	5	含量/%
S1	0.373	0.432	0.670	1	1.024	0.37	S16	0.372	0.431	0.669	1	1.024	0.30
S2	0.372	0.431	0.670	1	1.024	0.33	S17	0.372	0.432	0.670	1	1.024	0.63
S3	0.373	0.433	0.670	1	1.024	0.38	S18	0.373	0.433	0.671	1	1.024	0.41
S4	0.372	0.432	0.671	1	1.024	0.43	S19	0.372	0.431	0.670	1	1.024	0.55
S5	0.372	0.431	0.671	1	1.024	0.41	S20	0.374	0.433	0.671	1	1.024	0.36
S6	0.372	0.431	0.670	1	1.024	0.40	S21	0.362	0.427	0.664	1	1.025	0.37
S7	0.372	0.430	0.670	1	1.024	0.39	S22	0.365	0.423	0.668	1	1.026	0.37
S8	0.372	0.430	0.670	1	1.024	0.29	S23	0.364	0.423	0.673	1	1.025	0.41
S9	0.372	0.432	0.670	1	1.024	0.25	S24	0.363	0.424	0.663	1	1.027	0.40
S10	0.373	0.433	0.671	1	1.024	0.40	S25	0.362	0.424	0.667	1	1.026	0.26
S11	0.372	0.431	0.670	1	1.024	0.58	S26	0.368	0.422	0.672	1	1.027	0.58
S12	0.372	0.431	0.670	1	1.024	0.41	S27	0.365	0.426	0.664	1	1.027	0.45
S13	0.371	0.429	0.670	1	1.024	0.45	S28	0.361	0.427	0.668	1	1.026	0.39
S14	0.372	0.430	0.670	1	1.024	0.55	S29	0.364	0.428	0.670	1	1.028	0.63
S15	0.372	0.431	0.670	1	1.024	0.40	S30	0.370	0.429	0.673	1	1.026	0.55

表 7 30批金樱根浸出物、直径测定结果

批号	浸出物/%	直径/cm	批号	浸出物/%	直径/cm	批号	浸出物/%	直径/cm
S1	18	5.7	S11	19	3.0	S21	22	1.2
S2	12	4.2	S12	21	5.9	S22	14	2.4
S3	25	1.4	S13	18	1.6	S23	15	3.4
S4	17	1.6	S14	15	1.3	S24	17	2.9
S5	16	2.9	S15	18	1.6	S25	19	5.7
S6	21	5.9	S16	28	2.9	S26	21	3.0
S7	17	2.9	S17	22	2.5	S27	14	4.5
S8	13	1.4	S18	17	2.9	S28	16	4.4
S9	18	3.1	S19	19	3.0	S29	23	2.8
S10	15	1.1	S20	16	4.4	S30	15	5.4

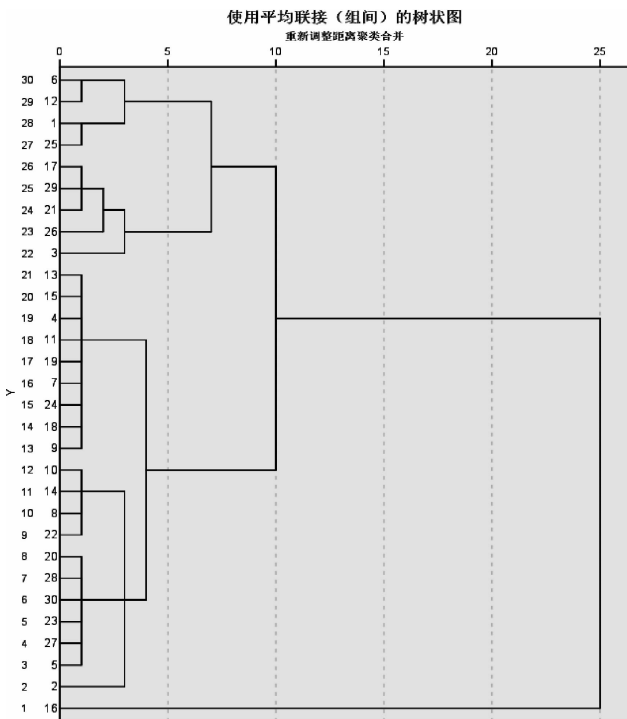


图 3 30批金樱根样品各指标聚类分析树状图

广西桂林(1批)、贵州铜仁(1批);二等品等级以上产地主要分布在湖南省、广西省、贵州省。

3 讨论

金樱根为常见药材,但在各省收录的质控标准简单,多以性状鉴别为主,仅少量含有薄层鉴别^[6,10],不仅方法的前处理过程较为复杂、耗时,而且不环保,本研究从提取溶剂、提取方式、展开剂方面对薄层鉴别方法作了优化筛选,且增加活性成分蔷薇酸作为对照,对影响薄层鉴别的主要因素如不同薄层板的比较、展开温度、湿度等进行考察,发现薄层板的种类、温湿度对分离效果影响均较小,优化后的方法展开斑点数目较多且清晰,分离效果好, R_f 值重复性好,可以区分伪品,对金樱根药材具有较好的鉴别效果。

金樱根主要含三萜、黄酮、鞣质类成分,其中质

表 8 金樱根药材分类汇总表

类别	批次	浸出物/%	平均直径/cm	蔷薇酸含量/%
一类	S16	28	2.9	0.30
二类	S1、S3、S6、S12、S17、S21、S25、S26、S29	18~25	≥1.2	0.26~0.63
三类	S2、S4、S5、S7-S11、S13-S15、S18-S20、S22-S24、S27、S28、S30	12~19	大小不等	0.25~0.58

控成分蔷薇酸与委陵菜酸同为三萜类同分异构体,较难分开,故文献采用五氟苯基混合键合在超高纯碱基去活硅胶基的 PFP-C₁₈ 柱^[15],兼顾 C₁₈ 与五氟苯基的双重特点,具有独特的选择性,相对于其他普通 C₁₈ 柱有明显的优势,但专用色谱柱柱压高,检验成本高,实验中尝试不同厂家不同规格 PFP 色谱柱,包含 SHIMADZU Shim-pack Scepter PFPP-120 (150 mm×4.6 mm, 3 μm)、菲罗门 Titank F5 (150 mm×4.6 mm, 3 μm)、Waters Xselect HSS PFP (250 mm×4.6 mm, 5 μm)、CAPCELL PAK PFP (250 mm×4.6 mm, 5 μm),经过多批次多基原样品测定,最终确定 Waters Xselect HSS PFP (150 mm×4.6 mm, 3.5 μm) 色谱柱检测结果与文献^[15]报道色谱柱结果一致,拓展了色谱柱的耐用性,所测定结果均一致,并根据实测结果建立金樱根药材的特征图谱,在一定程度上丰富了金樱根药材的鉴别方法,为其质量控制提供参考,提高了金樱根的质控标准。将不同产地金樱根按照提升后的质控方法进行检验,采用聚类分析法对 30 批金樱根药材进行等级评价,对中药材的等级标准进行有益尝试,结果显示,不同省份的不同批次样品质量波动较大,而湖南省样品优质且不同批次质量较稳定。

本研究从药材的特征性成分出发,分别从定性和定量两个方面对金樱根药材进行质量评价,结合传统的中药材分级方法和现代科学方法,制定一套金樱根药材完整的评价方法,达到提升该药材质量标准的目。本方法结果准确、简便、客观,重复性好,可用于药材的质量控制;不同产地重金属含量均在中国《药用植物及制剂进出口绿色行业标准》规定范围内,处于安全水平。本研究所提出的 3 个等级规格药材的不同等级特性区分明显,实践中容

易掌握,对药材的采收加工、销售流通及临床应用具有一定的指导和实践意义。

参考文献

- [1] 覃迅云,罗金裕,高志刚.中国瑶药学[M].北京:民族出版社,2002:930-932.
- [2] 国家中医药管理局《中华本草》编委会.中华本草苗药卷[M].上海:上海科学技术出版社,2005:504-505.
- [3] 贵州省药品监督管理局.贵州省中药材、民族药材质量标准 2003 年版[M].贵阳:贵阳科技出版社,2003:338.
- [4] 欧志安.湘西苗药汇编[M].长沙:岳麓书社,1990:675.
- [5] 杨德胜.土家族药学[M].西宁:青海人民出版社,2009:286-287.
- [6] 湖南省食品药品监督管理局.湖南省中药材标准[M].长沙:湖南科学技术出版社,2009:147-148.
- [7] 樊小瑞,李烧娆,林丽美,等.金樱子药材研究进展[J].中国药学杂志,2018,53(16):1-9.
- [8] 谭年秀,王嵩,江振霖,等.金樱根、茎提取物的抗炎、解热作用对比研究[J].中国现代中药,2012,14(9):19-22.
- [9] 黄小燕,马国需,陈路,等.小果蔷薇根的化学成分研究[J].中草药,2018,49(13):2978-2983.
- [10] 湖北省药品监督管理局.湖北省中药材质量标准[M].北京:中国医药科技出版社,2018:141.
- [11] 广西壮族自治区食品药品监督管理局.广西壮族自治区壮药材质量标准(第一卷)[M].南宁:广西科学技术出版社,2008:140.
- [12] 广西壮族自治区食品药品监督管理局,广西壮族自治区食品药品检验所.广西壮族自治区瑶药材质量标准(第一卷)[M].南宁:广西科学技术出版社,2014:131.
- [13] 广东省食品药品监督管理局.广东省中药材标准第一册(2004 年版)[M].广州:广东科技出版社,2004:139.
- [14] 湖南省食品药品监督管理局.湖南省中药饮片炮制规范[M].长沙:湖南科学技术出版社,2010:62.
- [15] 樊小瑞.金樱根化学成分及质量评价研究[D].北京:中国中医科学院,2018.
- [16] 中华人民共和国对外贸易经济合作部.药用植物及制剂进出口绿色行业标准[S].北京:中国标准出版社,2001:121.

(本文编辑 苏 维)