

浮小麦药材质量控制研究

孟霜¹,李慧峰²,闫艳²,张龙开²,崔健²,裴妙荣^{2*}

(1. 黑龙江中医药大学,哈尔滨 150040; 2. 山西中医学院,太原 030024)

〔摘要〕 目的:建立浮小麦药材的质量控制方法。方法:对浮小麦药材的性状鉴别、显微鉴别等方面进行生药学的研究;采用薄层色谱法(TLC)对浮小麦中 5-二十一烷基间苯二酚进行定性鉴别;采用高效液相色谱法建立浮小麦药材中 5-二十一烷基间苯二酚的含量测定方法。结果:对浮小麦的性状、显微特征进行了描述;薄层鉴别的色谱斑点清晰,特征性强,重复性好;在选定的高效液相色谱条件下 5-二十一烷基间苯二酚同其他成分达到较好的基线分离,5-二十一烷基间苯二酚在 129.5~259.0 ng 呈良好的线性关系, $Y=5.056.5X+201.5(r=0.9999)$;平均回收率为 101.26%,RSD 1.89%。结论:建立的方法简单易行、重复性好、结果准确,能有效鉴别和评价浮小麦药材,可作为浮小麦药材的质量控制方法。

〔关键词〕 浮小麦;质量控制;5-二十一烷基间苯二酚;HPLC

〔中图分类号〕 R284.1 〔文献标识码〕 A 〔文章编号〕 1005-9903(2012)24-0124-04

Criteria of Quality Control for *Triticum aestivum*

MENG Shuang¹, LI Hui-feng², YAN Yan², ZHANG Long-kai², CUI Jian², PEI Miao-rong^{2*}

(1. College of Pharmacy, Heilongjiang University of Traditional Chinese Medicine, Harbin 150040, China;
2. College of Pharmacy, Shanxi College of Traditional Chinese Medicine, Taiyuan 030024, China)

〔收稿日期〕 20120411(006)
〔基金项目〕 山西省地方中药材标准研究项目(2011035A)
〔第一作者〕 孟霜,硕士,从事中药活性成分及质量标准研究, Tel: 14797174336, E-mail: mengzhaoshuang@126.com
〔通讯作者〕 *裴妙荣,教授,硕士,从事中药及复方药效物质基础研究, Tel:0351-2272180, E-mail: peimr602@163.com

〔参考文献〕

[1] 陈翔,凌家俊,陈亮. 烟碱微透析回收率的体外测定方法 & 影响因素研究 [J]. 广州中医药大学学报, 2010, 27 (2) : 159.

[2] ANTOONG, LUDWIGM. Epidermal growth factor mediated targeting of chlorine-e6 selectively potentiates its photodynamic activity [J]. Cancer Res, 2000, 15 (60) : 2197.

[3] SHELEG SV, ZHAVRIDEA, KHODINA TV, et al. Photodynamic therapy with chlorin-e6 forsk in metastases of melanoma [J]. Photodermatol Photoimmunol Photomed, 2004, 20 (1) : 21.

[4] SasongkoL. Assessment of in vitro and in vivo recovery of gallamineusing microdialysis [J]. J Pharmacol Toxicol Methods, 2000, 44 (3) : 519.

[5] 晏亦林,叶勇,周莉玲,等. 磷酸川芎嗪微透析体外回收率的研究 [J]. 中药新药与临床药理, 2008, 19 (2) : 119.

[6] 张英丰,周莉玲. 温度及灌流液改性剂对青藤碱微透析探针体外物质转移系数的影响 [J]. 广州中医药大学学报, 2006, 23 (4) : 332.

[7] 张英丰,吴阳,周莉玲,等. 微透析技术进行药动学研究的发展趋势及局限性探讨 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17 (15) : 271.

[8] 聂颖兰,等. 微透析与现代分析技术在线联用的研究进展 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18 (5) : 253.

[9] 凌家俊,周莉玲,谢波. 微透析探针的重复利用性及线性探针的可行性研究 [J]. 广州中医药大学学报, 2008, 25 (3) : 265.

[10] Plock N, Buerger C, Kloft C. Successful management of discovered pH dependence in vancomycin recovery studies novel HPLC method for microdialysis and plasma samples [J]. Biomed Chromatogr, 2005, 19 : 237.

[责任编辑 顾雪竹]

[Abstract] **Objective:** To establish the quality control methods for *Triticum aestivum*. **Method:** The pharmacognostical methods were employed for the morphological and histological characters of *Triticum aestivum*. TLC was used to identify 5-heneicosyl resorcinol and the content of 5-heneicosyl resorcinol was determined by HPLC. **Result:** The morphological and histological characters of *Triticum aestivum* were observed. The spots were observed in the TLC with high characterisitic and good repeatability. Under the selected HPLC method, 5-heneicosyl resorcinol was well separated with others. The linear range of 5-heneicosyl resorcinol was 129.5-2 590 ng. $Y = 5\,056.5X + 201.5$ ($r = 0.999\,9$). The average recovery of 5-heneicosyl resorcinol was 101.26%, and the RSD was 1.89%. **Conclusion:** The established method is simple, feasible, reproducible and accurate. It is suitable for identification and evaluation of the quality, and can be used as the quality control standard of *Triticum aestivum*.

[Key words] *Triticum aestivum* Levis; the quality control; 5-heneicosyl resorcinol; HPLC

浮小麦为禾本科植物小麦的干燥轻浮瘪瘦的果实。原植物在我国各地均作为农作物栽培,夏季采收。浮小麦性凉,味甘咸,入心、脾、肾经,具有止汗、除热、益气的功效,对自汗、盗汗、骨蒸劳热等疾病有较好的疗效。2010年版《中国药典》一部仅在附录Ⅲ“成方制剂中本版药典未收载的药材和饮片”中记载了浮小麦,未对浮小麦药材做质量控制方面的要求。1987年版《山西中药材标准》收载了浮小麦药材,该药材标准仅对药材的性状、杂质和水溶性浸出物进行质量控制,质量标准非常不完善,难以有效地控制药材质量,保证临床疗效。本试验对10个不同产地及采集地样品对药材性状、显微特征进行了鉴别,采用TLC及HPLC,以5-二十一烷基间苯二酚为指标性成分进行定性、定量研究,建立了浮小麦的质量控制方法,以便对浮小麦药材的质量控制提供了依据,更好地保证其临床疗效。

1 仪器与试药

1.1 仪器 Waters2695(美国)高效液相色谱仪,十万分之一天平(梅特勒公司),KQ3200E型超声波清洗器(昂山市超声仪器有限公司),EL204型1/万天平(上海精密仪器有限公司)。

1.2 试药 5-二十一烷基间苯二酚对照品为自制,HPLC面积归一化法测得纯度>98%;薄层硅胶G板(青岛海洋化工厂);甲醇为色谱纯;水为超纯水;其他试剂均为分析纯。10个不同产地及收集时间的浮小麦药材经我院鉴定教研室裴香萍副教授鉴定均为禾本科植物小麦 *Triticum aestivum* L. 的干燥轻浮瘪瘦的果实。

2 方法与结果

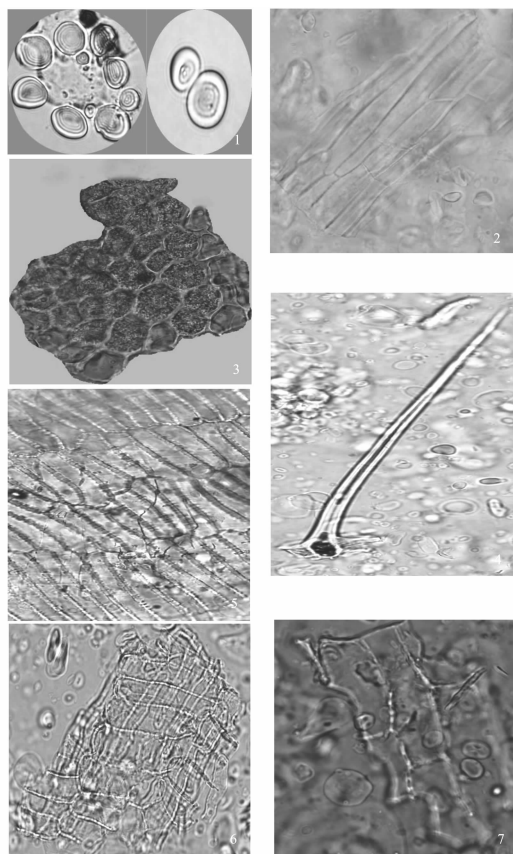
2.1 药材性状 呈长圆形,两端略尖,长约4~7 mm,直径约1.5~2.5 mm,表面浅黄棕色或黄白色,皱缩,腹面有一深陷的纵沟,背面稍隆起,顶端钝形,带有浅黄白色柔毛;另一端成斜尖形,有脐,质

硬,极瘪者质较软,断面白色或淡黄色,有粉性。气无,味淡^[1]。

2.2 粉末显微特征 粉末白色,有黄棕色果皮小片。淀粉类以单粒为主,大粒圆形、广卵形、圆三角形、盔帽形或肾形,略扁,少数一端尖突,直径32~42 μm,侧面观呈双透镜状、贝壳状,宽11~19 μm,两端稍尖或钝圆,脐点裂缝状;少复粒,由2~4或多分粒组成。种皮细胞棕黄色,表面观呈细长条形,排列整齐,直径10~28 μm,长约至250 μm,壁薄。糊粉层细胞呈类圆形或圆多角形,有细胞间隙,壁稍厚,内含细小糊粉粒。非腺毛单细胞,长40~950 μm,直径10~30 μm,壁厚5~10 μm。果皮表皮细胞表面呈类长方形或长多角形,长约66~224 μm,直径17~43 μm,垂周壁呈连珠状。横细胞成片,表面观呈长条形,排列整齐,直径7~22 μm,长40~243 μm,垂周壁连珠状增厚。横细胞与其下的管细胞垂直交错排列。管细胞呈长管状,各细胞以侧面短分枝相联结,有较大间隙。果皮中层细胞较大,表面观呈不规则多角形,壁稍厚,波状弯曲,部分壁连珠状,细胞间隙明显,有的彼此分离^[2]。见图1。

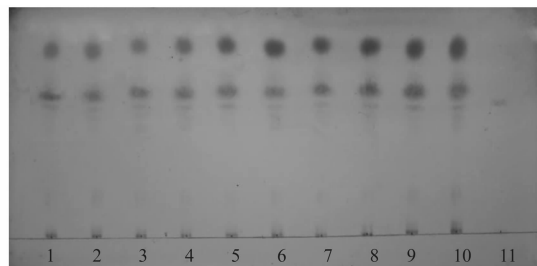
2.3 薄层色谱鉴别 取各批浮小麦粉末(过三号筛)5 g,置具塞锥形瓶中,加石油醚(60~90℃)50 mL,超声处理30 min,滤过,滤液浓缩至1 mL,作为供试品溶液。另取5-二十一烷基间苯二酚对照品,加甲醇制成每1 mL含0.26 mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B 试验),吸取供试品和对照品溶液各5 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(60~90℃)-丙酮-冰醋酸(10:5:0.2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%的硫酸乙醇溶液,105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中在与对照品色谱相应的位置上显相同颜色的斑点,薄层鉴别结果见图2^[3,4]。

2.4 含量测定



1. 淀粉粒;2. 种皮细胞;3. 糊粉层细胞;4. 非腺毛;
5. 果皮细胞;6. 横细胞和管细胞;7. 果皮中层细胞

图 1 浮小麦粉末显微特征



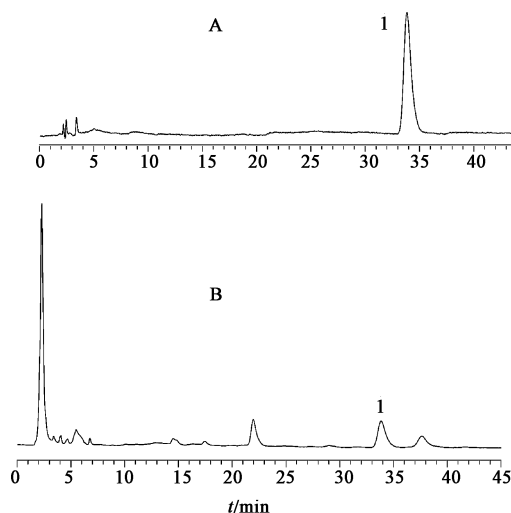
1~10. 各批浮小麦样品;11. 5-二十一烷基间苯二酚对照品

图 2 浮小麦的 TLC 色谱

2.4.1 色谱条件 色谱柱 Diamonsil C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-水 (95:5), 检测波长为 203 nm, 柱温为 30 ℃, 流速 1 mL·min⁻¹, 进样量 10 μL。对照品及其样品色谱图见图 3。

2.4.2 对照品溶液的制备 取 5-二十一烷基间苯二酚适量, 精密称定, 加甲醇制成 0.259 g·L⁻¹ 的溶液, 摇匀, 即得。

2.4.3 供试品溶液的制备 取不同产地浮小麦粉末 (过三号筛) 约 5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 95% 乙醇 25 mL, 称定质量, 加热回流 1 h, 放冷, 再称定质量, 用 95% 乙醇补足减失的质量, 摇



A. 对照品;B. 样品;1. 5-二十一烷基间苯二酚

图 3 浮小麦 HPLC 色谱

匀, 滤过, 取续滤液, 经 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 即得。

2.4.4 线性关系考察 精密量取 5-二十一烷基间苯二酚对照品溶液 (0.259 g·L⁻¹) 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0, 1.2, 1.6, 2.0 mL 于 2 mL 量瓶中, 分别加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 得不同质量浓度对照品溶液, 按上述色谱条件, 分别进样 10 μL 进行测定。以 5-二十一烷基间苯二酚的进样量为横坐标 (X), 色谱峰面积积分值为纵坐标 (Y), 绘制标准曲线, 得到回归方程 $Y = 5\,056.5X + 201.5$ ($r = 0.999\,9$), 表明 5-二十一烷基间苯二酚在 129.5 ~ 2 590 ng 与峰面积呈良好的线性关系。

2.4.5 精密度试验 分别精密吸取 5-二十一烷基间苯二酚对照品溶液 (0.051 8 g·L⁻¹) 10 μL, 连续进样 6 次测定, 结果 5-二十一烷基间苯二酚峰面积的 RSD 1.42%, 表明仪器精密度良好。

2.4.6 稳定性试验 取供试品溶液, 分别于配制后的 0, 2, 4, 6, 8, 10, 12 h 进样测定。结果 5-二十一烷基间苯二酚峰面积 RSD 1.08%, 表明供试品溶液在 12 h 内具有良好的稳定性。

2.4.7 重复性试验 取同一批样品, 共 6 份, 分别按 2.4.3 方法制得供试品溶液, 按上述色谱条件进样测定。结果样品中 5-二十一烷基间苯二酚的平均含量为 0.32 mg·g⁻¹, RSD 1.88%, 表明本含量测定方法重复性较好。

2.4.8 加样回收率试验 精密称取已知含量的样品 6 份, 分别精密加入 5-二十一烷基间苯二酚对照品适量, 按 2.4.3 方法操作, 制得供试品溶液, 按上述色谱条件测定, 计算加样回收率, 结果见表 1。

表 1 5-二十一烷基间苯二酚加样回收率

No.	取样量 /g	样品中 含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均 回收率 /%	RSD /%
1	2.598 3	0.831 5	0.83	1.679 7	102.20	101.26	1.89
2	2.795 3	0.894 5	0.91	1.819 7	101.67		
3	2.689 5	0.860 6	0.87	1.756 6	102.98		
4	2.589 8	0.828 7	0.81	1.635 4	99.59		
5	2.689 1	0.860 5	0.79	1.636 8	98.26		
6	2.702 6	0.864 8	0.88	1.769 8	102.84		

2.4.9 样品测定 取 10 批浮小麦药材,按 2.4.3 项下方法制备供试品溶液,分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10 μL,进行测定,以干燥品计算样品中 5-二十一烷基间苯二酚含量,每批药材各平行操作 2 份,结果见表 2。

表 2 10 批浮小麦含量测定

No.	产地	含量/%	RSD/%
1	山西临汾	0.032	1.63
2	河南洛阳	0.022	1.31
3	河北石家庄	0.025	1.69
4	河北安国	0.023	2.77
5	河南洛阳	0.026	1.05
6	安徽亳州	0.025	2.03
7	河北石家庄	0.023	1.53
8	河北安国	0.024	1.69
9	山西临汾	0.026	1.09
10	安徽亳州	0.021	1.51

3 讨论

考察了不同的展开剂系统,最终选用石油醚(60~90℃)-丙酮-冰乙酸(10:5:0.2)作为展开剂,展开显色后样品分离度较好,斑点清晰,重复性好。从薄层色谱结果来看,10 批不同产地的浮小麦样品中,均检出了 5-二十一烷基间苯二酚成分,斑点清晰且方法简便、快速、可行,故该法可作为浮小麦药材的定性鉴别依据。

考察了 95%乙醇加热回流,95%乙醇超声,甲

醇加热回流,甲醇超声 4 种方法的提取效率,结果表明 95%乙醇加热回流的提取效率最高,所以选用 95%乙醇加热回流作为含量测定的提取方法。

浮小麦药材首载于《本草纲目》谓:“甘、咸、寒、无毒。可益气除热,止自汗盗汗,骨蒸虚热,妇人劳热”^[5]。其同来源的小麦性平味甘,具有除热,利小便,养肝气止漏血唾血^[5]。两者药性不同,功能各异,不宜混用。但是现在市场上常出现用小麦伪充浮小麦做为药用,不少医生在临床应用两者时不分其功能主治,误认为小麦即浮小麦,或者两者互相替用^[6]。本实验对浮小麦性状、显微特征进行了鉴别。文中所做的性状描述能较好地与同来源的小麦相区分,显微特征可避免燕麦等其他伪充浮小麦做为药用。本实验对浮小麦药材进行提取分离纯化,得到 5-二十一烷基间苯二酚等单体化合物。经前期研究发现,浮小麦与小麦中 5-二十一烷基间苯二酚的含量是有差异的,所以选择 5-二十一烷基间苯二酚为指标性成分,制定了浮小麦药材的含量测定方法,为正确使用浮小麦提供一定的参考依据。

本文建立的浮小麦药材质量控制方法操作简便,耐用性较好,测定结果已通过山西省药品检验所的复核。该质量控制方法有较好的实用性和可靠性,可用于浮小麦药材的质量评价,以保证其临床用药的有效性和合理性。

[参考文献]

[1] 江苏新医学院. 中药大辞典. 下册[M]. 上海:上海科技出版社,2002:1951.

[2] 徐国钧,徐璐珊. 中药材粉末显微鉴定[M]. 北京:人民卫生出版社,1986:480.

[3] 黄小平,钟国跃,等. 决明子薄层鉴别方法研究[J]. 中草药,2010,33(8):1247.

[4] 温尚开,黄敏. 复方穿心莲片薄层鉴别的改进[J]. 中国实验方剂学杂志,2009,15(11):113.

[5] 李时珍,黄志杰. 本草纲目类编[M]. 沈阳:辽宁科技出版社,2006:339.

[6] 苏忠义,宋艳红. “二麦”小议[J]. 陕西中医函授,1986,(12):6.

[责任编辑 顾雪竹]