

文章编号: 1674-8085(2017)04-0089-04

六棱菊的质量标准初步研究

魏江存,*陈 勇, 阙祖亮, 魏中璇, 叶 信, 庞丹清, 庾延和, 张 昕

(广西中医药大学药学院, 广西, 南宁 530020)

摘 要: **目的** 建立六棱菊的质量分析方法。**方法** 根据 2015 年版《中国药典》的方法对六棱菊药材的水分、总灰分及醇溶性浸出物进行测定。**结果** 广西 10 批不同产地及不同采集时间的六棱菊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 5.19%~10.86%, 总灰分为 5.91%~10.74%, 酸不溶性灰分为 0.44%~0.92%, 浸出物为 14.64%~19.95%。**结论** 此六棱菊鉴别方法, 可用于该药材的质量控制, 研究结果可为六棱菊药材的开发利用以及建立其药材的质量标准提供科学依据。

关键词: 六棱菊; 性状鉴别; 质量分析

中图分类号: R927.11

文献标识码: A

DOI:10.3969/j.issn.1674-8085.2017.04.016

A PRELIMINARY STUDY ON THE QUALITY STANDARD OF *LAGGERA ALATA*

WEI Jiang-cun,*CHEN Yong, QUE Zu-liang, WEI Zhong-xuan, YE Xin, PANG Dan-qing,
YU Yan-he, ZHANG Xin

(College of Pharmacy, Guangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanning, Guangxi 530020, China)

Abstract Objective: To establish a method for quality analysis of *Laggera alata*. **Methods:** According to the Chinese Pharmacopoeia of 2015, the water, total ash and alcohol-soluble extract were determined. **Results:** 10 batch Guangxi *L. alata* collected in different areas and different collection time had similar plant morphology and medicinal properties, the experiment results showed that the water content was 5.19% ~ 10.86%, total ash was 5.91% ~ 10.74%, acid insoluble ash was 0.44% ~ 0.92%, extract content was 14.64% ~ 19.95%. **Conclusion:** The identification method of the *L. alata* can be used for the quality control of the medicinal material. The results of the study can provide scientific basis for the development and utilization of the *L. alata* and the establishment of the quality standard.

Key words: *Laggera alata*; trait identification; quality analysis

六棱菊(*Laggera alata*(D.Don)Sch.Bip.Ex Oliv)系菊科六棱菊属植物, 全草可入药, 性苦、辛, 微温, 有祛风、除湿、解毒之功效, 主要分布于我国

广西、云南、湖北、四川、江西以及贵州^[1], 丰富了当地生物物种的多样性^[2]。因新鲜的六棱菊药材枝叶捣碎后散发出臭味, 在临床上用于抗菌消炎、

收稿日期: 2017-05-06; 修改日期: 2017-06-18

基金项目: 国家自然科学基金项目(81260673, 81360524); 广西中医药大学科研创新项目(YJS201625, YJS201613); 壮瑶药协同创新中心(桂教科研[2013] 20 号); 广西八桂学者中药创新理论与药效研究(J13162)

作者简介: 魏江存(1989-), 男, 广西贺州人, 硕士生, 主要从事药物分析学专业研究(E-mail: WJC2553@163.com);

*陈 勇(1961-), 男, 江西安义人, 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: cy6381@163.com);

阙祖亮(1991-), 男, 广西博白人, 硕士生, 主要从事药物分析学专业研究(E-mail: 841316277@qq.com);

魏中璇(1991-), 女, 湖南长沙人, 硕士生, 主要从事药物分析学专业研究(E-mail: 609739708@qq.com);

叶 信(1991-), 男, 广西玉林人, 硕士生, 主要从事药物分析学专业研究(E-mail: 1216951547@qq.com);

庾延和(1991-), 女, 广西桂林人, 硕士生, 主要从事药物分析学专业研究(E-mail: 1316143180@qq.com);

庞丹清(1993-), 女, 广西贵港人, 硕士生, 主要从事药物分析学专业研究(E-mail: 1450358251@qq.com);

张 昕(1992-), 男, 广西柳州人, 硕士生, 主要药物分析学专业研究(E-mail: 381550093@qq.com).

清热解毒等,被称之为“臭灵丹”^[3],以臭灵丹为主的许多复方制剂在临床上应用也取得较好的疗效^[4-5]。六棱菊药材常用于跌打损伤、烧烫伤、毒蛇咬伤、感冒咳嗽、风湿关节炎、皮肤湿疹和腹痛泻痢等多种疾病。目前,临床多运用于呼吸道疾病^[6]、感冒^[7]、病毒感染^[8]等疾病的治疗,但其有效成分尚不明确。近年来六棱菊植物的治疗作用越来越引起人们的关注,相关研究表明^[3,9-11],六棱菊主要含倍半萜类、黄酮类、酚酸类等化合物。药理实验证明^[3],六棱菊具有治疗急慢性炎症、抗肿瘤、抗病毒和抗微生物活性等功效。

六棱菊为民间常用中草药,目前对其药用资源研究较少,还没有比较完善的质量标准控制方法。目前国内对六棱菊的化学成分有一定的研究,但未见有相关质量分析方面的研究报道。为开发六棱菊药用资源,并建立科学的药材质量标准控制方法,确定其适宜的采收期,本研究对六棱菊药材的性状特征、药材各项检查及浸出物测定等方面进行了系统的实验研究。

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);纯水仪(法国,密理博);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

实验用六棱菊药材共 10 批均采于广西不同地区,经广西中医药大学药学院中药鉴定教研室老师鉴定为菊科六棱菊属植物六棱菊(*Laggera alata*(D.Don)Sch.Bip.Ex Oliv),具体来源见表 1。

表 1 六棱菊样品信息

Table 1 Sample information of *Laggera alata*

编号	药材来源	采集时间	采集部位	干燥方式
1	广西武鸣	2015 年 11 月	全草	晒干
2	广西上思县	2015 年 9 月	全草	晒干
3	南宁市邕宁区	2015 年 10 月	全草	晒干
4	百色田东	2014 年 7 月	全草	晒干
5	南宁上林县	2015 年 10 月	全草	晒干
6	百色隆林德峨乡	2016 年 4 月	全草	晒干
7	桂林平乐县	2015 年 4 月	全草	晒干
8	百色靖西	2014 年 9 月	全草	晒干
9	桂林荔浦	2015 年 9 月	全草	晒干
10	广西宾阳县	2014 年 12 月	全草	晒干

3 植物形态与性状鉴别

3.1 植物形态鉴别

六棱菊为多年生草本植物,有特殊气味。分枝或有时不分枝或少分枝。茎粗壮,直立,高约 50~120 cm,基部径约 8 mm,基部木质,节间长 1~2.5 cm,翅全缘,宽 2~5 mm。上部分枝多,有沟纹,茎翅常于宽大处或末端处形成 1~2 个小尖头。叶互生,匙状长圆形,无柄,基部下延成 2~5 cm 宽的翅,边缘有疏细齿,中脉粗壮,两面均凸起。头状花序多数,下垂,径约 1 cm,作总状花序式着生于具翅的小枝叶腋内,在茎枝顶端排成圆柱形或尖塔形的大型总状圆锥花序;头状花序多数在茎、枝顶端排成圆锥状或腋生,花冠黄色,花冠丝状,长约 7 mm。中央两性花略少,花冠管状,花长 6~8 mm。



图 1 六棱菊药材(2016 年 4 月采自百色隆林德峨乡)

Fig.1 Medicinal materials of *Laggera alata*

3.2 药材性状鉴别

六棱菊茎圆柱形,直径 0.5~1 cm 左右,有茎翅 4~6 列。嫩茎表面绿色至灰绿色,具细纵纹,老茎

表面褐色,木质化。叶片质硬而脆,多皱褶破碎,密被柔毛,绿色至灰绿色。质硬而略带韧性,髓部约占直径的 2/3,类白色。头状花序灰褐色,有特

殊气味。

4 药材主要成份测定

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 2.5 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,疏松供试品小于 10 mm,精密称定,药材在 105 ℃干燥 5 h 后,将瓶盖盖好,移到干燥器中,放冷 30 min,精密称定,在 105 ℃干燥 1 h,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,计算药材中水分含量(%)。

4.1.2 水分测定结果

实验参照 4.1.1 项下的测定方法,对 10 批广西不同产地和采集时间的六棱菊药材进行水分测定,结果见表 2。

表 2 六棱菊药材中水分含量测定结果 (n=10)

Table 2 Determination of moisture content

编号	药材来源	采集时间	水分含量 (%)	水分平均含量 (%)
1	广西武鸣	2015 年 11 月	5.26	8.11
2	广西上思县	2015 年 9 月	8.95	
3	南宁市邕宁区	2015 年 10 月	5.35	
4	百色田东	2014 年 7 月	10.80	
5	南宁上林县	2015 年 10 月	10.30	
6	百色隆林德峨乡	2016 年 4 月	6.18	
7	桂林平乐县	2015 年 4 月	7.60	
8	百色靖西	2014 年 9 月	10.61	
9	桂林荔浦	2015 年 9 月	5.19	
10	广西宾阳县	2014 年 12 月	10.86	

表 3 六棱菊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 (%)
1	广西武鸣	2015 年 11 月	6.82	0.36	0.82	1.63
2	广西上思县	2015 年 9 月	8.63	0.67	0.61	1.46
3	南宁市邕宁区	2015 年 10 月	5.91	0.86	0.51	2.61
4	百色田东	2014 年 7 月	9.38	0.76	0.77	1.93
5	南宁上林县	2015 年 10 月	7.51	0.68	0.69	1.71
6	百色隆林德峨乡	2016 年 4 月	9.41	1.92	0.87	2.86
7	桂林平乐县	2015 年 4 月	7.42	1.02	0.68	2.56
8	百色靖西	2014 年 9 月	8.77	0.94	0.56	1.93
9	桂林荔浦	2015 年 9 月	8.78	0.68	0.44	2.57
10	广西宾阳县	2014 年 12 月	10.74	0.77	0.92	1.29

由表 3 可知,广西境内 10 批六棱菊药材的总灰分、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 2014 年 12 月广西宾阳县采集的六棱菊为 10.74 %,故以最高值的 120 %设限^[12],

由表 3 可知,广西境内 10 批六棱菊药材的水分含量均有一定的差异,水分平均含量为 8.11%。2014 年 12 月广西宾阳县采集的六棱菊药材的水分在 10 批六棱菊药材中水分测定中含量最高,为 10.86 %,故以最高值的 120 %设限^[12],暂定六棱菊药材水分不高于 13.03 %。

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,取药材粉末 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),缓缓加热,注意避免药材燃烧,至完全炭化时,将坩埚放于马弗炉中,逐渐升高温度至 600℃,使完全灰化并至恒重。根据残渣重量,计算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,在坩埚中慢慢加入稀盐酸约 10 mL,用表面皿覆盖坩埚,置水浴上加热 10 min,表面皿用热水 5 mL 冲洗,洗液并入坩埚中,用无灰滤纸过滤,坩埚内的残渣用水洗于滤纸上,并洗涤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,逐渐升高温度到 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六棱菊药材进行测定,结果见表 3。

暂定六棱菊药材总灰分不高于 12.89 %。酸不溶性灰分测定中含量最高的是 2014 年 12 月广西宾阳县采集的六棱菊为 0.92 %,故以最高值的 120 %设限^[12],暂定六棱菊药材酸不溶性灰分不高于 1.10 %。

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

六棱菊药材分别用纯水、10%乙醇、25%乙醇、45%乙醇、65%乙醇、85%乙醇和 95%乙醇做溶剂，按照 2015 年版《中国药典》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%，结果见表 4 和表 5。

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	浸出物平均百分含量 (%)	RSD (%)
纯水	12.50	0.72
10%乙醇	14.38	0.63
25%乙醇	13.86	0.94
45%乙醇	12.83	0.52
65%乙醇	11.73	1.07
85%乙醇	6.79	1.70
95%乙醇	2.88	2.43

实验结果表明，在冷浸法和热浸法中，用 10%乙醇溶剂热浸法测定的六棱菊药材浸出物含量最高，故采用 10%乙醇作为提取溶剂。

表 6 六棱菊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	浸出物含量 (%)	浸出物平均含量 (%)	RSD (%)
1	广西武鸣	2015 年 11 月	15.85	17.38	1.42
2	广西上思县	2015 年 9 月	17.26		1.43
3	南宁市邕宁区	2015 年 10 月	15.46		0.70
4	百色田东	2014 年 7 月	19.53		0.60
5	南宁上林县	2015 年 10 月	16.32		0.98
6	百色隆林德峨乡	2016 年 4 月	17.32		1.35
7	桂林平乐县	2015 年 4 月	14.64		1.91
8	百色靖西	2014 年 9 月	19.95		1.56
9	桂林荔浦	2015 年 9 月	17.58		0.56
10	广西宾阳县	2014 年 12 月	19.91		1.38

由表 6 可知，广西境内 10 批六棱菊药材的浸出物含量具有一定的差异，平均含量为 17.38%。2015 年 4 月桂林平乐县采集的六棱菊药材浸出物含量在 10 批六棱菊药材浸出物测定中含量最低为 14.64%，故以最低值的 80%设限^[12]，暂定六棱菊药材浸出物不低于 11.71%。

5 小结

本实验对广西不同产地和采集时间的六棱菊

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	浸出物平均百分含量 (%)	RSD (%)
纯水	17.31	1.05
10%乙醇	18.33	1.90
25%乙醇	17.38	1.55
45%乙醇	15.56	0.64
65%乙醇	14.22	0.35
85%乙醇	9.76	0.42
95%乙醇	7.12	0.72

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 2.5 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 后，回流 1 h 后。冷却，取下锥形瓶，密塞，补重，摇匀，用干燥滤器过滤，精密取滤液 25 mL，置已干燥至恒重的蒸发皿中，水浴蒸干后，于 105 ℃干燥 3 h，置干燥器中冷却 30 min，迅速精密称定重量。根据浸膏的重量计算六棱菊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 项下的测定方法，对 10 批广西不同产地和采集时间的六棱菊药材进行测定，结果见表 6。

药材进行水分、灰分及浸出物等相关项目测定。实验结果如下：六棱菊药材水分不高于 13.03%，总灰分不高于 12.89%，酸不溶性灰分不高于 1.10%，浸出物不低于 11.71%。各项检查结果均符合规定，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。

本实验对六棱菊药材水分、灰分以及醇溶性浸出物进行了测定研究，其实验结果可为六棱菊的开发利用和制定其药材质量标准提供科学依据。

(参考文献[1]- [12]转第 101 页)

道细胞的代谢、生长和分化,降低肠道 pH 值,抑制病原菌的繁殖,研究还表明丁酸有预防结肠癌的作用^[16]。实验结果可见,红枣发酵液中乙酸、丙酸和丁酸含量都显著高于空白组($P < 0.05$),表明红枣有利于肠道微生物发酵产生乙酸、丙酸和丁酸等短链脂肪酸,这暗示与红枣中含量较多碳水化合物有关。

红枣的食用及营养保健作用已多见报道,靳玉红^[17]等研究表明红枣乳酸发酵饮料有良好抗氧化活性,薄叶峰^[18]研究发现枣粉日粮能促进肉牛瘤胃发酵,提高饲料利用效率等作用。目前,有关红枣以整体食物对于肠道微生物消化利用鲜见报道。本实验通过模拟肠道内部环境进行体外发酵,直观有效地评价红枣体外发酵特性结局,表明红枣对肠道有良好健康营养作用。

参考文献:

- [1] 周禹含,毕金峰,陈芹芹,等. 中国红枣加工及产业发展现状[J]. 食品与机械, 2013,29(4):214-217.
- [2] 闫忠心,鲁周民,刘坤,等. 我国红枣资源加工利用研究现状与展望[J]. 西北农业大学学报:自然科学版, 2010,38(6):102-108.
- [3] 雷昌贵,陈锦屏,卢大新. 红枣的营养成分及其保健功能[J]. 现代生物医学进展, 2006,6(3):56-62.
- [4] 王军,张宝善,陈锦屏. 红枣营养成分及其功能的研究[J]. 食品研究与开发, 2003, 24(2):68-72.
- [5] 陈玉峰,王世强. 红枣酸奶的研制及枣汁对酸奶发酵过程的影响[J]. 湖南农业科学, 2012, 12:31-37.
- [6] Dai Z L, Wu G, Zhu W Y. Amino acid metabolism in intestinal bacteria: links between gut ecology and host health[J]. Front Biosci, 2011, 16(1): 1768-1786.
- [7] 颜晓庆,陈宏运,吴彬彬,等. 肠道微生物与人体健康综述[J]. 集成技术, 2015, 4(4):87-93.
- [8] Fernandez J, Redondo-Blanco S, Gutierrez-del-Rio I, et al. Colon microbiota fermentation of dietary prebiotics towards short-chain fatty acids and their roles as anti-inflammatory and anti-tumour agents:A review[J]. Journal of Functional Foods, 2016, 25:511-522.
- [9] 詹彦,支兴刚. 短链脂肪酸的再认识[J]. 实用临床医学, 2007,8(1):134-138.
- [10] 罗晓燕,蔡力创,阮征,等. 4 种粮食体外发酵特性研究[J]. 食品研究与开发, 2013, 34(16):4-8.
- [11] 林杨,赵新淮. 抗性淀粉的体外产酸发酵研究[J]. 食品与发酵工业, 2008, 34(11):44-47.
- [12] 宋智娟,张艳铭,廖智慧. β -甘露聚糖酶对肉鸡肠道内微生物菌群及 pH 值的影响[J]. 饲料工业, 2007,28(22):14-17.
- [13] 周艳,彭彰智,阮征,等. 低聚乳糖对结肠炎大鼠食糜代谢物影响[J]. 食品科学, 2011, 32(11):273-276.
- [14] 张宇喆,孔祥峰,印遇龙,等. 4 种山药多糖的体外发酵特性比较研究[J]. 天然产物研究与开发,2009,21(1):30-35.
- [15] 万晓,王新颖,李宁. 短链脂肪酸的研究进展[J]. 中华胃肠外科杂志, 2015,18(9):958-960.
- [16] Tylichova Z, Strakova N, Vondracek J, et al. Activation of autophagy and PPAR γ protect colon cancer cells against apoptosis induced by interactive effects of butyrate and DHA in a cell type-dependent manner:The role of cell differentiation[J]. Journal of Nutritional Biochemistry, 2017, 39:145-155.
- [17] 靳玉红,李志西,乔艳霞,等. 红枣乳酸发酵饮料的抗氧化活性[J]. 西北农林科技大学学报:自然科学版, 2016, 44(1):109-205.
- [18] 薄叶峰. 枣粉日粮对肉牛瘤胃发酵及生产性能的影响[D]. 太谷:山西农业大学, 2015.

(上接第 92 页)

参考文献:

- [1] 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志(第 75 卷)[M].北京:科学出版社,1979:48-50.
- [2] 鞠建文,王宁,郭永久,等. 江西省外来入侵植物现状分析[J].井冈山大学学报:自然科学版,2011,32(1):126-130.
- [3] 周长新,吴迪瑶,李湘萍,等. 六棱菊属植物研究进展[J]. 中国中药杂志,2006,31(14):1133-1140.
- [4] 高于英. 新鲜臭灵丹治慢性咳嗽[J]. 中国民间疗法, 2002,10(1):61-61.
- [5] 何红,蔡瑞锦,庞永成. 臭灵丹口服液治疗急性呼吸道感染高热 95 例[J]. 云南中医中药杂志,2000,21(6):38-39.
- [6] 周家璇. 灵丹草颗粒剂治疗 50 例急性乳蛾的临床观察[J]. 云南中医中药杂志,2002,21(1):14-15.
- [7] 郑秀琴,李洁,陈昆昌,等. 臭灵丹合剂治疗感冒临床疗效观察[J]. 中国民族民间医药杂志,2000(6):343-345.
- [8] 李洪兵. 臭灵丹与桑菊饮加减治疗顽固性带状疱疹临床观察[J]. 中国民族民间医药杂志,2000(1):30.
- [9] 武艳琪,李娜,王明伟. 我国六棱菊属植物化学成分研究进展[J]. 中国中药杂志,2006,31(3):181-184.
- [10] 徐昭君. 六棱菊化学成分及植物化学分类学研究[D]. 杭州:浙江大学,2005:7-21.
- [11] Van Puyvelde L, Bosselaers J, Stevens C, et al. Phytotoxins from the leaves of *Lagdera decurrens*[J]. J Agric Food Chem, 1999,47(5):2116-2119.
- [12] 刘林凤,高宝益,高淑红,等. 龙葵药材质量标准[J]. 中国实验方剂学杂志,2013,19(9):77-79.