水冬瓜根及茎的质量控制方法研究Δ

黎　雪[1,2*]，聂雨杉[1,2]，马　雪[1]，陆　苑[3]，杨　畅[3]，李勇军[1]，王永林[3#]（1.贵州医科大学民族药与中药开发应用教育部工程研究中心/省部共建药用植物功效与利用国家重点实验室，贵阳　550004；2.贵州医科大学药学院，贵阳　550004；3.贵州医科大学贵州省药物制剂重点实验室，贵阳　550004）

中图分类号　R284；R917　　**文献标志码**　A　　**文章编号**　1001-0408（2024）01-0021-06
DOI　10.6039/j.issn.1001-0408.2024.01.04

摘　要　目的　建立水冬瓜根及茎药材的质量控制方法。**方法**　观察水冬瓜根及茎药材的性状、显微特征；按2020年版《中国药典》（四部）通则方法对水冬瓜根及茎药材中的水分、总灰分、酸不溶性灰分和醇溶性浸出物进行测定；采用《中药色谱指纹图谱相似度评价系统（2012版）》建立11批水冬瓜根及茎药材的高效液相色谱（HPLC）指纹图谱，并进行共有峰的指认及相似度评价；采用HPLC法测定水冬瓜根及茎中松柏苷、紫丁香苷、绿原酸、（+）-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside、丁香脂素的含量。**结果**　水冬瓜根及茎药材性状与显微鉴别特征明显。水分、总灰分、酸不溶性灰分和醇溶性浸出物的含量平均值分别为7.54%、2.18%、0.15%、7.81%。11批水冬瓜根及茎药材的指纹图谱有16个共有峰，相似度为0.856～0.960，共指认出松柏苷、紫丁香苷、绿原酸、（+）-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside、丁香脂素5个共有成分。上述5个成分的含量分别为0.047 2～0.401 6、0.836 8～8.697 9、1.245 3～10.950 0、0.139 0～0.437 8、0.016 4～0.635 3 mg/g。**结论**　所建方法稳定、准确性好，可用于水冬瓜根及茎药材的质量控制。初步拟定水冬瓜根及茎药材中水分不得过11.0%，总灰分不得过4.0%，醇溶性浸出物不得少于5.0%，松柏苷、紫丁香苷、绿原酸、（+）-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside、丁香脂素含量分别不得少于0.04、0.83、1.24、0.13、0.01 mg/g。

关键词　水冬瓜根；水冬瓜茎；性状鉴别；显微鉴别；指纹图谱；含量测定；质量控制

Study on quality control method of the roots and rhizoma of *Toricellia angulata*

LI Xue[1,2], NIE Yushan[1,2], MA Xue[1], LU Yuan[3], YANG Chang[3], LI Yongjun[1], WANG Yonglin[3]（1. Engineering Research Center for the Development and Application of Ethnic Medicine and TCM/State Key Laboratory of Functions and Applications of Medicinal Plants, Guizhou Medical University, Guiyang 550004, China; 2. School of Pharmacy, Guizhou Medical University, Guiyang 550004, China; 3. Guizhou Provincial Key Laboratory of Pharmaceutics, Guizhou Medical University, Guiyang 550004, China）

ABSTRACT　OBJECTIVE To establish the quality control method for the roots and rhizoma of *Toricellia angulata*. **METHODS** The properties of the roots and rhizoma of *T. angulata* were observed and microscopic identification was conducted. The moisture, total ash, acid-insoluble ash and ethanol-soluble extract were examined according to the method stated in the 2020 edition of *Chinese Pharmacopoeia* (part Ⅳ). HPLC fingerprints of 11 batches of the roots and rhizoma of *T. angulata* were established, common peaks were identified and the similarity was evaluated by using the *Similarity Evaluation System of Chromatographic Fingerprint of TCM* (2012 edition). The contents of coniferin, syringin, chlorogenic acid, (+)-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside and syringaresinol were determined by HPLC. **RESULTS** The properties and microscopic identification of the roots and rhizoma of *T. angulata* were obvious. The average contents of moisture, total ash, acid-insoluble ash and ethanol-soluble extract were 7.54%, 2.18%, 0.15% and 7.81%, respectively. There were 16 common peaks marked in the HPLC fingerprints of 11 batches of the roots and rhizoma of *T. angulata*, with similarities of 0.856-0.960; five of them were identified, such as coniferin, syringin, chlorogenic acid, (+)-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside and syringaresinol. The contents of the above five components were 0.047 2-0.401 6, 0.836 8-8.697 9, 1.245 3-10.950 0, 0.139 0-0.437 8 and 0.016 4-0.635 3 mg/g, respectively. **CONCLUSIONS** The established method is stable and accurate, which can be used for the quality control of the roots and rhizoma of *T. angulata*. It is preliminarily proposed that the moisture in the roots and rhizoma of *T. angulata* is not more than 11.0%, the total ash is not more than 4.0%, the ethanol-soluble extract is not less than 5.0%, the contents of coniferin, syringin, chlorogenic acid, (+)-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside and syringaresinol are not less than 0.04, 0.83, 1.24, 0.13, 0.01 mg/g, respectively.

KEYWORDS　roots of *Toricellia angulata*; rhizoma of *Toricellia angulata*; property identification; microscopic identification; fingerprint; content determination; quality control

Δ基金项目　国家自然科学基金委员会-贵州省人民政府联合基金项目（No.U1812403）；贵州省高层次创新型人才培养计划——“百”层次人才项目（No.黔科合平台人才〔2016〕5677）

＊第一作者　硕士研究生。研究方向：药物新剂型、新技术、新工艺与新药研发。E-mail：3224696624@qq.com

＃通信作者　教授，博士生导师。研究方向：中药药效物质基础及新药开发。E-mail：gywyl@gmc.edu.cn

水冬瓜根及茎为山茱萸科鞘柄木属植物有齿鞘柄木 *Toricellia angulata* Oliv.var.*intermedia*（Harms）Hu的干燥根及茎。据《贵州省中药材、民族药材质量标准》（2003年版）记载，有齿鞘柄木的药用部位为根皮[1]。但据《贵州民间方药集》《黔南本草》等记载，有齿鞘柄木全株——根、根皮、茎皮、叶和花均可入药，其味辛、微苦，性平，具有祛风利湿、活血祛瘀、舒筋接骨等功效，常用于跌扑损伤、筋伤骨折等的治疗[2]；在贵州少数民族地区，常以水冬瓜根及茎泡制成药酒，用于治疗跌打损伤，这提示水冬瓜根及茎有一定药用价值。然而近年来，针对有齿鞘柄木的研究主要集中在其根皮和叶部位的化学成分[3－4]、药理活性[5－6]、质量标准[7－8]以及树皮部位的指纹图谱[9]、抗炎镇痛活性等方面[10]，尚未见水冬瓜根及茎的质量控制研究报道。由于在前期研究中笔者发现，水冬瓜根及茎的主成分基本一致，因此，本研究拟通过性状、显微鉴别和水分、总灰分、酸不溶性灰分和醇溶性浸出物测定，并同时进行高效液相色谱（HPLC）指纹图谱及含量测定研究，建立水冬瓜根及茎药材的质量控制方法，为扩大水冬瓜药用部位以及对有齿鞘柄木的进一步开发利用提供参考。

1　材料

1.1　主要仪器

本研究所用的主要仪器有：Ultimate3000型HPLC仪（美国Thermo Fisher Scientific公司）、CX41型显微镜（日本Olympus公司）、S60型显微成像系统（广州市明美科技有限公司）、AE-240型电子天平[梅特勒-托利多仪器（上海）有限公司]、KQ-300DE型数控超声波清洗器（昆山市超声仪器有限公司）、GZX-9030 MBE型电热鼓风干燥箱（上海博讯实业有限公司医疗设备厂）、UPF-20L型实验室超纯水机系统（上海晨析仪器有限公司）等。

1.2　主要药品与试剂

松柏苷、紫丁香苷、（+）-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside、丁香脂素对照品（批号分别为20221020、20220405、20220417、20220520）均为本课题组自行分离纯化而得，采用HPLC法测定，并经峰面积归一化法计算得纯度均大于98%；绿原酸对照品（批号wkq17112007，纯度≥98%）购自四川省维克奇生物科技有限公司；磷酸为色谱纯，甲醇、乙腈为色谱纯，水为超纯水。

11批水冬瓜根及茎药材购买于贵州省各地，经贵州医科大学药学院生药学教研室刘春花副教授鉴定为山茱萸科鞘柄木属植物有齿鞘柄木 *T. angulata* Oliv. var. *intermedia*（Harms）Hu的干燥根及茎，详细信息见表1。

2　方法与结果

2.1　性状鉴别

水冬瓜根呈圆柱体，表面呈红棕色或黄褐色，长3～40 cm，直径0.2～3 cm，有细纵沟及横向长圆形皮孔，体稍轻，质坚硬，断面黄白色或灰黄色，木部宽广，小孔排列呈放射状。水冬瓜茎呈长圆柱体，长短不一，直径0.4～2 cm，表面呈浅黄棕色或灰绿色，有细纵皱纹，质较硬，断面呈黄白色，皮部薄，髓部宽广、呈淡黄色。水冬瓜根及茎的气微，味微苦涩。水冬瓜根及茎的性状鉴别图见图1。

表1　水冬瓜根及茎药材来源信息

编号	批号	产地	编号	批号	产地
S1	20221024	毕节纳雍	S7	20221102	铜仁江口
S2	20221017	毕节纳雍	S8	20221027	安顺紫云
S3	20220223	毕节赫章	S9	20221028	安顺紫云
S4	20220712	毕节赫章	S10	20221029	贵阳修文
S5	20221025	毕节赫章	S11	20201218	贵安新区
S6	20221026	黔东南天柱			



图1　水冬瓜根及茎的性状鉴别图

2.2　显微鉴别

2.2.1　横切面

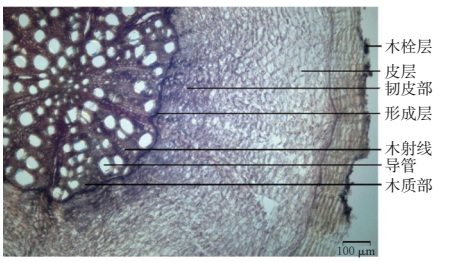
水冬瓜根横切面有木栓层细胞数列，排列紧密；皮层由多层近圆形薄壁细胞组成；韧皮部较窄，形成层明显；木质部可见木射线细胞2～5列，导管多个，呈放射状排列，直径11～57 μm。水冬瓜茎横切面木栓层由排列紧密的方圆形细胞组成；皮层较宽，由多层不规则的薄壁细胞组成，淀粉粒明显；维管束为外韧型，排列成环，与髓射线相间排列，髓部宽大。水冬瓜根及茎的横切面显微图见图2。

2.2.2　粉末

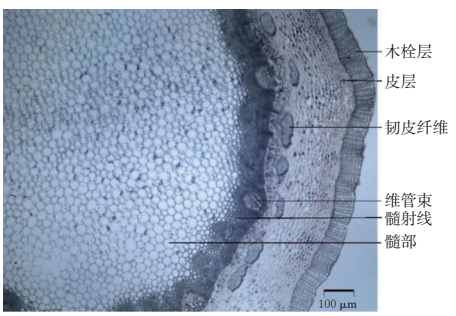
水冬瓜根及茎粉末呈棕灰白色，草酸钙簇晶众多，直径10～100 μm。石细胞呈多边形或类方形，直径20～90 μm，纹孔及孔沟明显。具缘纹孔导管多见，可见网纹导管和螺纹导管，直径20～70 μm。水冬瓜根及茎的粉末显微鉴别图见图3。

2.3　水分、总灰分、酸不溶性灰分和醇溶性浸出物测定

分别按照2020年版《中国药典》（四部）通则“0832水分测定法”项下“第二法（烘干法）”和“2302灰分测定法”项下“总灰分测定法”“酸不溶性灰分测定法”以及“2201浸出物测定法”项下“醇溶性浸出物测定法（热浸法，以45%乙醇为溶剂）”进行水分、总灰分、酸不溶性灰分和醇溶性浸出物的检测[11]。每批样品平行测定2次，取平均值。结果显示，11批水冬瓜根及茎的水分测定值为5.95%～10.79%，平均值为7.54%；总灰分的测定值为1.16%～3.87%，平均值为2.18%；酸不溶性灰分的测定

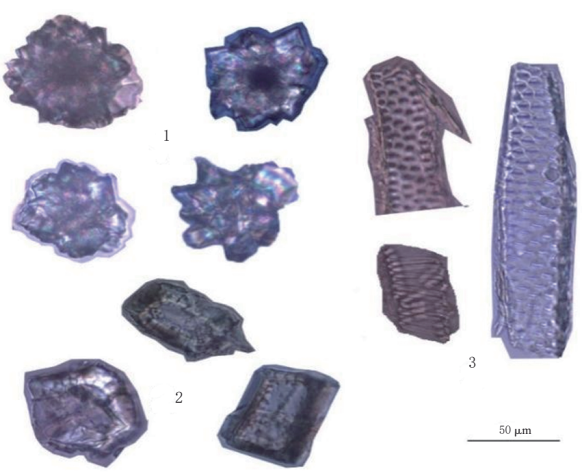


A.水冬瓜根



B.水冬瓜茎

图2　水冬瓜根及茎的横切面显微图



1:草酸钙簇晶;2:石细胞;3:导管

图3　水冬瓜根及茎的粉末显微鉴别图

值为0.03%～0.34%,平均值为0.15%。考虑到药材来源的差异,本研究以略高于最高测定值设限[12],初步拟定水冬瓜根及茎药材中水分不得过11.0%,总灰分不得过4.0%;鉴于酸不溶性灰分实测值均较小,故暂不设定其限度。醇溶性浸出物测定值为5.14%～12.06%,平均值为7.81%,本研究以略低于最低测定值设限,初步拟定醇溶性浸出物不得少于5.0%。结果见表2。

2.4　指纹图谱的建立

2.4.1　色谱条件

采用Inertsil® ODS-3(250 mm×4.6 mm,5 μm)色谱柱,以乙腈(A)-0.1%磷酸溶液(B)为流动相进行梯度洗脱(0～30 min,7.0%A→15.0%A;30～40 min,15.0%A→16.0%A;40～60 min,16.0%A→24.0%A;60～70 min,24.0%A→35.0%A;70～80 min,35.0%A→70.0%A;80～83 min,70.0%A→80.0%A);进样量为10 μL;流速为0.8 mL/min;柱温为35 ℃;检测波长为220 nm。

表2　水冬瓜根及茎药材中水分、总灰分、酸不溶性灰分和醇溶性浸出物测定结果(n=2,%)

编号	水分	总灰分	酸不溶性灰分	醇溶性浸出物
S1	6.28	1.45	0.06	5.67
S2	5.95	1.53	0.04	12.06
S3	6.51	3.87	0.12	9.60
S4	6.66	1.54	0.08	5.14
S5	7.58	2.17	0.06	7.80
S6	7.34	3.17	0.29	10.11
S7	7.46	1.97	0.34	5.34
S8	10.79	1.63	0.12	6.27
S9	7.89	2.98	0.28	8.20
S10	8.68	1.16	0.18	8.22
S11	7.77	2.55	0.03	7.47
平均值	7.54	2.18	0.15	7.81

2.4.2　混合对照品溶液的制备

精密称取对照品松柏苷、(+)-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside、丁香脂素适量,用45%甲醇溶解并制成质量浓度分别为0.499、0.491、0.514 mg/mL的单一对照品贮备液。精密称取紫丁香苷、绿原酸对照品适量并精密量取上述3种单一对照品贮备液0.45、0.65、0.90 mL,置于同一5 mL容量瓶中,加甲醇溶解并定容,摇匀,制得松柏苷、紫丁香苷、绿原酸、(+)-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside、丁香脂素质量浓度分别为0.044 9、1.054 0、0.556 0、0.063 9、0.092 5 mg/mL的混合对照品溶液。

2.4.3　供试品溶液的制备

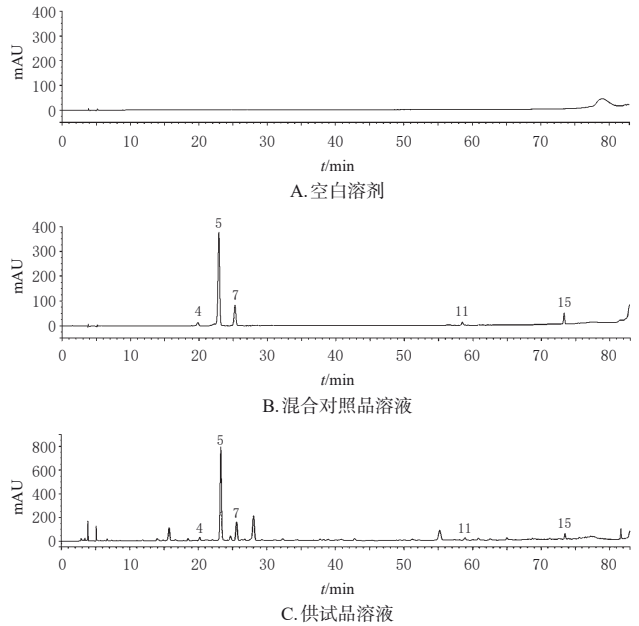
取水冬瓜根及茎药材粉末(过三号筛)约1 g,精密称定,置于100 mL磨口具塞锥形瓶中,精密加入45%甲醇25 mL,称重,超声处理(功率300 W,频率40 kHz)30 min,取出,放冷,再次称重,用45%甲醇补足减失的质量,摇匀,静置。取上清液用0.22 μm微孔滤膜滤过,取续滤液,即得。

2.4.4　专属性考察

分别取“2.4.2”“2.4.3”项下的混合对照品溶液、供试品溶液(编号S11)以及空白溶剂(45%甲醇)各10 μL,按“2.4.1”项下色谱条件进样分析,色谱图见图4。结果显示,各目标成分色谱峰与相邻色谱峰间的分离度均大于1.5,理论板数均大于50 000;供试品溶液中各成分色谱峰的保留时间与对照品色谱峰一致,且杂质峰不干扰测定,在空白溶剂的相应位置处未见特征色谱峰,表明该方法具有良好的专属性。

2.4.5　精密度试验

取“2.4.3”项下供试品溶液(编号S11)适量,按“2.4.1”项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。以紫丁香苷(峰5)为参照,计算各共有峰的相对保留时间和相对峰面积。结果显示,各共有峰相对保留时间的RSD均小于0.07%,相对峰面积的RSD均小于1.20%(n=6),表明方法精密度良好。



4：松柏苷；5：紫丁香苷；7：绿原酸；11：(+)-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside；15：丁香脂素。

图4　专属性考察的HPLC图

2.4.6　稳定性试验

取“2.4.3”项下供试品溶液（编号S11）适量，分别于室温下放置0、3、6、9、12、24 h时，按“2.4.1”项下色谱条件进样测定，记录峰面积。以紫丁香苷（峰5）为参照，计算各共有峰的相对保留时间和相对峰面积。结果显示，各共有峰相对保留时间的RSD均小于0.19%，相对峰面积的RSD均小于1.89%（n=6），说明供试品溶液在室温下放置24 h内稳定性良好。

2.4.7　重复性试验

取水冬瓜根及茎药材（编号S11）粉末，按“2.4.3”项下方法平行制备6份供试品溶液，再按“2.4.1”项下色谱条件进样测定，记录峰面积。以紫丁香苷（峰5）为参照，计算各共有峰的相对保留时间和相对峰面积。结果显示，各共有峰相对保留时间的RSD均小于0.08%，相对峰面积的RSD均小于2.85%（n=6），表明本方法重复性良好。

2.4.8　HPLC指纹图谱的建立与相似度评价

取11批水冬瓜根及茎药材，按照“2.4.3”项下方法制备供试品溶液，按“2.4.1”项下色谱条件进样检测，得到不同批次水冬瓜根及茎药材的HPLC图。将色谱图导入《中药色谱指纹图谱相似度评价系统（2012版）》进行分析：以编号S1样品的色谱图为参照图谱，采用中位数法，设置时间窗宽度为0.2 min，经多点校正建立11批样品的HPLC叠加指纹图谱和对照图谱R（图5），并进行相似度评价。结果显示，共确立了水冬瓜根及茎药材的16个共有峰；11批样品的指纹图谱与对照图谱R的相似度分别为0.936、0.876、0.928、0.960、0.951、0.960、0.873、0.912、0.893、0.856、0.861，说明各药材样品相似度良好。通过与对照图谱R与混合对照品溶液图谱（图4B）的保留时间及光谱信息进行比对，分别指认了松柏苷（峰4）、紫丁香苷（峰5）、绿原酸（峰7）、(+)-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside（峰11）、丁香脂素（峰15）5个成分。

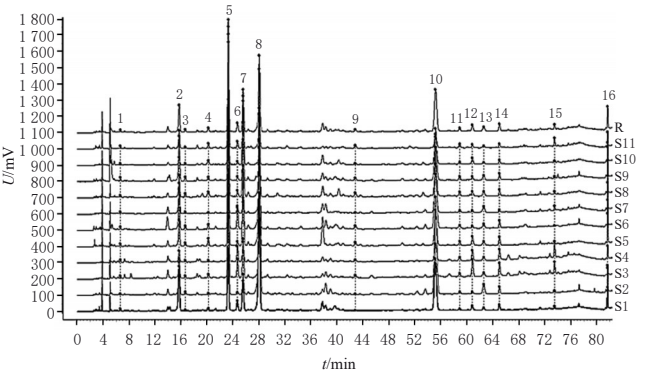


图5　11批水冬瓜根及茎药材的叠加指纹图谱和对照图谱R

2.5　含量测定

2.5.1　线性关系考察

精密量取“2.4.2”项下的混合对照品溶液0.062 5、0.125、0.25、0.5、1、2 mL于2 mL容量瓶中，用甲醇定容，摇匀后，得系列质量浓度的对照品溶液，分别按“2.4.1”项下色谱条件进行检测，记录峰面积。以质量浓度为横坐标（x）、峰面积为纵坐标（y）绘制标准曲线并进行回归分析，结果见表3。结果显示，松柏苷、紫丁香苷、绿原酸、(+)-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside、丁香脂素5个待测成分在其对应质量浓度范围内线性关系均良好。

表3　线性关系考察结果

待测成分	回归方程	r	线性范围/(μg/mL)
松柏苷	y=0.527 2x+0.128 6	0.999 6	1.40～44.90
紫丁香苷	y=0.745 0x+2.658 5	0.999 8	32.94～1 054.00
绿原酸	y=0.385 3x−1.223 9	0.999 6	17.38～556.00
(+)-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside	y=0.439 1x−0.075 4	0.999 8	2.00～63.90
丁香脂素	y=0.807 4x−1.257 6	0.999 6	2.89～92.50

2.5.2　精密度试验

取“2.4.3”项下供试品溶液（编号S11），按“2.4.1”项下色谱条件连续进样测定6次，记录峰面积。结果显示，松柏苷、紫丁香苷、绿原酸、(+)-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside、丁香脂素峰面积的RSD分别1.44%、0.48%、0.64%、0.44%、0.76%（n=6），表明仪器具有良好的精密度。

2.5.3　稳定性试验

取“2.4.3”项下供试品溶液（编号S11），于室温下分别放置0、3、6、9、12、24 h时，按“2.4.1”项下色谱条件进样测定，记录峰面积。结果显示，松柏苷、紫丁香苷、绿原酸、(+)-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside、丁香脂素峰面积的RSD分别为1.70%、1.31%、1.69%、1.89%、0.24%（n=6），表明供试品溶液在室温下24 h内稳定。

2.5.4　重复性试验

取同一批水冬瓜根及茎药材（编号S11）6份，分别按“2.4.3”项下方法制备供试品溶液，再按“2.4.1”项下色谱条件进样测定，记录峰面积并按标准曲线法计算样品中松柏苷、紫丁香苷、绿原酸、(+)-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside、丁香脂素成分的含量。结果显示，5个待测成分含量的RSD分别为1.80%、2.40%、2.82%、1.43%、1.90%（n=6），表明该方法重复性良好。

2.5.5　加样回收率试验

取已知含量的水冬瓜根及茎药材（编号S11）粉末约0.5 g，精密称定，按药材中已知成分含量的50%加入松柏苷对照品，其余成分按已知含量的100%加入相应对照品，然后按“2.4.3”项下方法制备供试品溶液，平行制备6份。按“2.4.1”项下色谱条件进样测定，计算加样回收率。结果显示，松柏苷、紫丁香苷、绿原酸、(+)-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside、丁香脂素的平均加样回收率分别为100.90%、99.27%、101.05%、101.16%、104.65%，RSD分别为1.90%、1.36%、1.06%、2.66%、1.55%（n=6），表明该方法准确度良好。

2.5.6　样品含量测定

分别取11批水冬瓜根及茎药材粉末各约1 g，精密称定，按“2.4.3”项下方法制备供试品溶液，再按“2.4.1”项下色谱条件进样测定，记录峰面积并按标准曲线法计算样品中松柏苷、紫丁香苷、绿原酸、(+)-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside、丁香脂素成分的含量。平行进样3次，取平均值，结果见表4。考虑到质量标准制定的适用性和药材来源的差异性，本研究以略低于含量最低值设限，初步拟定本品中松柏苷含量不得少于0.04 mg/g，紫丁香苷含量不得少于0.83 mg/g，绿原酸含量不得少于1.24 mg/g，(+)-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside含量不得少于0.13 mg/g，丁香脂素含量不得少于0.01 mg/g。

表4　样品中含量测定结果（mg/g，n=3）

编号	松柏苷	紫丁香苷	绿原酸	(+)-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside	丁香脂素
S1	0.147 4	2.701 0	3.265 1	0.188 0	0.109 9
S2	0.047 2	3.419 1	2.176 3	0.266 2	0.045 4
S3	0.195 3	4.604 0	4.293 9	0.347 0	0.470 9
S4	0.068 8	2.600 8	2.232 8	0.377 4	0.635 3
S5	0.397 3	8.697 9	8.362 2	0.350 3	0.081 8
S6	0.252 7	4.467 0	3.378 4	0.369 7	0.016 4
S7	0.049 3	0.836 8	1.245 3	0.254 5	0.143 6
S8	0.401 6	4.052 9	10.950 0	0.437 8	0.105 6
S9	0.192 5	6.635 2	4.413 9	0.356 6	0.067 5
S10	0.182 0	1.765 9	4.445 0	0.139 0	0.026 8
S11	0.303 9	6.261 7	2.802 1	0.346 0	0.320 5
平均值	0.203 5	4.185 7	4.324 1	0.312 0	0.184 0

3　讨论

3.1　供试品溶液制备方法的考察

本研究通过对供试品溶液的提取方式（超声、回流）、提取溶剂（30%、45%、70%、100%乙醇或30%、45%、70%、100%甲醇）以及提取时间（15、30、60、90 min）进行考察，结果表明，以45%甲醇对水冬瓜根及茎药材超声提取30 min时，提取率、色谱峰数目和分离度均较好，故选择该提取条件制备供试品溶液。

3.2　色谱条件优化

前期研究中笔者在不同检测波长下对供试品溶液进行检测，发现当检测波长为220 nm时，基线较平整、峰吸收度较高、峰数目较多；通过考察乙腈-0.1%甲酸溶液、甲醇-0.1%甲酸溶液、乙腈-0.1%磷酸溶液等流动相对分离效果及峰形的影响，发现当流动相为乙腈-0.1%磷酸溶液时的分离效果最好、峰形尖锐对称、拖尾现象较少。同时，笔者还考察了柱温（25、30、35、40 ℃）和流速（0.6、0.8、1.0、1.2 mL/min）对分离效果的影响，发现当柱温为35 ℃、流速为0.8 mL/min时，分离效果最佳。据此，最终确定了文中的最优色谱条件。

3.3　指纹谱图及含量测定结果分析

笔者前期比较了水冬瓜不同部位——根皮、根芯、根、茎的主要化学成分，发现水冬瓜根及茎与根皮的色谱峰数量相差较小，主成分基本一致，可见对水冬瓜根及茎进行研究也具有重要意义。指纹图谱结果表明，各色谱峰保留时间稳定，该方法具有良好的稳定性和重复性。11批水冬瓜根及茎药材中共有16个共有峰，相似度为0.856～0.960，可见各批次药材有较好的相似度。本研究从11批水冬瓜根及茎的16个共有峰中指认出了松柏苷、紫丁香苷、绿原酸、(+)-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside、丁香脂素5个成分，这对后续其质量控制和谱效关系的研究具有重要意义。

研究表明，松柏苷具有良好的免疫调节作用[13]，紫丁香苷抗炎、镇痛作用明显[14]，绿原酸具有良好的抗炎活性[15]，(+)-syringaresinol-*O*-*β*-D-glucopyranoside具有一定的类风湿性关节炎治疗作用[16]，丁香脂素能缓解关节炎模型大鼠的关节炎症状[17]。上述成分的药理活性与水冬瓜药材功效一致，因此，本研究对以上成分进行了含量测定。结果显示，不同批次药材中各成分的含量存在差异。其中，批次S3、S4、S5样品的产地相同、采收季节不同，各成分含量差异较为明显，这提示采收时间对水冬瓜根及茎药材质量影响较大，需严格把控药材采收期。

综上，本研究通过对水冬瓜根及茎药材的性状进行观察，对其进行显微鉴别以及水分、总灰分、酸不溶灰分、浸出物的测定，并采用HPLC法进行指纹图谱建立及多指标含量测定，建立了水冬瓜根及茎药材质量控制方法，为进一步开发利用该药材资源提供了依据。

参考文献

[1] 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：贵州科技出版社，2003：107.
Guizhou Medical Products Administration. Quality stan-

dard of Chinese medicinal materials and ethnic medicinal materials in Guizhou Province：2003 edition[M]. Guiyang：Guizhou Science and Technology Press，2003：107.

[2] 杨济秋，杨济中. 贵州民间方药集[M]. 贵阳：贵州科技出版社，1958：471.
YANG J Q，YANG J Z. Guizhou folk prescription drug collection[M]. Guiyang：Guizhou Science and Technology Press，1958：471.

[3] 王燕燕，涂念，张勇慧，等. 大接骨丹化学成分研究：Ⅱ[J]. 中草药，2009，40(10)：1551-1553.
WANG Y Y，TU N，ZHANG Y H，et al. Studies on chemical constituents of Dajiegudan：Ⅱ[J]. Chin Tradit Herb Drugs，2009，40(10)：1551-1553.

[4] 韩忠耀，胡恩明，张林甦，等. 苗药水冬瓜叶化学成分的HPLC-HESI-HRMS分析[J]. 中国现代应用药学，2022，39(13)：1721-1730.
HAN Z Y，HU E M，ZHANG L S，et al. Analysis on chemical components for the leaves of the Miao medicine *Toricellia angulata* Oliv. var. *intermedia*（Harms）Hu by HPLC-HESI-HRMS[J]. Chin J Mod Appl Pharm，2022，39(13)：1721-1730.

[5] 涂念. 大接骨丹免疫调节活性成分研究[D]. 武汉：华中科技大学，2009.
TU N. Study on the active constituents of immunoregulation of *Torricellia angulata*[D]. Wuhan：Huazhong University of Science and Technology，2009.

[6] 韩忠耀，黄春丽，陆廷祥，等. 水冬瓜叶乙醇提取物不同萃取部位抗炎镇痛活性研究[J]. 山东化工，2022，51(14)：11-13.
HAN Z Y，HUANG C L，LU T X，et al. Research on anti-inflammatory and analgesic activity of different solvent extractions of ethanol extracts from the leaves of *Toricellia angulata* Oliv. var. *intermedia*（Harms）Hu[J]. Shandong Chem Ind，2022，51(14)：11-13.

[7] 韩忠耀，陆廷祥，张秋瑾，等. 苗药水冬瓜根皮药材质量标准提升研究[J]. 西部中医药，2019，32(3)：41-44.
HAN Z Y，LU T X，ZHANG Q J，et al. Improvement of quality standard for Miao medicine *Toricellia angulata* Oliv.[J]. West J Tradit Chin Med，2019，32(3)：41-44.

[8] 韩忠耀，陈菊，张林甦，等. 水冬瓜叶药材的质量标准研究[J]. 天津药学，2022，34(6)：5-10.
HAN Z Y，CHEN J，ZHANG L S，et al. Quality standard for the leaves of *Toricellia angulata* Oliv. var. *intermedia*（Harms）Hu[J]. Tianjin Pharm，2022，34(6)：5-10.

[9] 韩忠耀，曹芳，江品良，等. 基于高效液相色谱指纹图谱和化学模式识别法评价不同采收期水冬瓜树皮药材质量[J]. 理化检验-化学分册，2021，57(3)：204-209.
HAN Z Y，CAO F，JIANG P L，et al. Quality evaluation for the bark of *Toricellia angulata* Oliv. var. *intermedia*（Harms）Hu in different collecting seasons based on HPLC fingerprint and chemical pattern recognition[J]. Phys Test Chem Anal Part B Chem Anal，2021，57(3)：204-209.

[10] 陈华栋，张锦文，张勇慧. 大接骨丹干燥树皮抗炎镇痛活性有效部位筛选[J]. 海峡药学，2012，24(2)：29-30.
CHEN H D，ZHANG J W，ZHANG Y H. Research on the active extracts of *Torricellia angulata* Oliv. of anti-inflammatory and analgesic effects[J]. Strait Pharm J，2012，24(2)：29-30.

[11] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典：四部[M]. 2020年版. 北京：中国医药科技出版社，2020：114，232，234.
Chinese Pharmacopoeia Committee. Chinese pharmacopoeia：part Ⅳ[M]. 2020 edition. Beijing：China Medical Science Press，2020：114，232，234.

[12] 黄建猷，胡筱希，谭晓，等. 瑶药消瘤藤的质量标准研究[J]. 中国药房，2021，32(21)：2624-2630.
HUANG J Y，HU X X，TAN X，et al. Study on quality standard of Yao medicine *Pileostegia tomentella*[J]. China Pharm，2021，32(21)：2624-2630.

[13] 陈启鑫，邵新田. 一种松柏苷的应用：CN112451536A[P]. 2021-03-09.
CHEN Q X，SHAO X T. Application of coniferin：CN112451536A[P]. 2021-03-09.

[14] 王菲，袁冲，杨艳芳，等. 紫丁香苷的植物资源、体内代谢途径及药理作用研究进展[J]. 中国药师，2021，24(11)：2073-2076.
WANG F，YUAN C，YANG Y F，et al. Overview of plant resources，metabolic pathways and pharmacological effects of syringin[J]. China Pharm，2021，24(11)：2073-2076.

[15] BISHT A，DICKENS M，RUTHERFURD-MARKWICK K，et al. Chlorogenic acid potentiates the anti-inflammatory activity of curcumin in LPS-stimulated THP-1 cells[J]. Nutrients，2020，12(9)：2706.

[16] 塔娜. 宽筋藤的化学成分与药理作用研究[D]. 武汉：中南民族大学，2018.
TA N. Study on chemical constituents and pharmacological action of *Tinpspora sinensis*（Lour.）Merr.[D]. Wuhan：South-central University for Nationalities，2018.

[17] 潘明明，冯燕，李青梅. 丁香脂素在Ⅱ型胶原诱导关节炎大鼠中的作用及相关机制[J]. 临床内科杂志，2022，39(10)：696-700.
PAN M M，FENG Y，LI Q M. Effect of syringaresinol on rats of type Ⅱ collagen-induced arthritis and related mechanism[J]. J Clin Intern Med，2022，39(10)：696-700.

（收稿日期：2023-07-18　修回日期：2023-11-12）

（编辑：林　静）