

评述与简报

DOI:10.14188/j.ajsh.20241108001

海南习用药材胶果木质量标准研究

杨俊斌¹, 庄重², 张海防¹, 冯剑², 刘洋洋^{2*}

- (1. 海南省检验检测研究院, 海南 海口 570100;
2. 中国医学科学院药用植物研究所海南分所 海南省南药资源保护与开发利用重点实验室/中药质量国际联合研究中心, 海南 海口 570311)

摘要: 因海南习用药材胶果木的质量标准尚未明确, 以《中华人民共和国药典》2020年版质量检定基本原则为指导, 采用性状观察法、显微观察法、薄层色谱法、烘干法、总灰分测定法、水溶性热浸法、紫外-可见分光光度法分别研究胶果木的性状和显微结构特征、薄层色谱鉴别、水分、总灰分、水溶性浸出物以及总黄酮含量。明确了胶果木的性状和显微结构特征; 建立了其薄层鉴别方法; 拟规定胶果木药材水分不得超过15.0%, 总灰分不得超过17.0%, 水溶性浸出物含量不得少于10.0%, 总黄酮含量不得少于0.9%。初步确定海南习用药材胶果木质量标准, 为胶果木进一步质量控制和药用开发提供参考。

关键词: 胶果木; 质量标准; 习用药材; 总黄酮

中图分类号: R29

文献标志码: A

文章编号: 2096-3491(2025)03-0311-06

Quality standard study of Hainan customary medicinal herb *Pisonia umbellifera*

Yang Junbin¹, Zhuang Zhong², Zhang Haifang¹, Feng Jian², Liu Yangyang^{2*}

- (1. Hainan Academy of Inspection and Testing, Haikou 570100, Hainan, China;
2. Hainan Provincial Key Laboratory of Resources Conservation and Development of Southern Medicine, International Joint Research Center for Quality of Traditional Chinese Medicine, Hainan Branch of Institute of Medicinal Plant Development, Chinese Academy of Medical Sciences, Haikou 570311, Hainan, China)

Abstract: To establish a quality standard for *Pisonia umbellifera* Seemann., a traditional medicinal plant native to Hainan Province, multiple analytical methods were employed following the quality assessment guidelines of the Chinese Pharmacopoeia (2020 edition). The study utilized macroscopic and microscopic character observation, thin-layer chromatography, moisture analysis, total ash determination, hot water extraction, and UV-visible spectrophotometry to investigate the morphological and structural characteristics, thin-layer chromatography profile, water content, total ash, water-soluble extract, and total flavonoid content of *P. umbellifera*. The morphological features and microstructure were clearly identified, and a thin-layer chromatography method was established for its authentication. The results of this study propose to stipulate that the quality standards include a moisture content not exceeding 15.0%, a total ash content not exceeding 17.0%, a water-soluble extract content not less than 10.0%, and a total flavonoid content not less than 0.90%. This study provides a preliminary quality standards for *P. umbellifera*, contributing a basis for its quality control and future medicinal applications.

Key words: *Pisonia umbellifera* Seemann.; quality standards; customary medicinal herb; total flavonoids

收稿日期: 2024-11-08 修回日期: 2024-12-04 接受日期: 2025-02-17

作者简介: 杨俊斌(1967-), 男, 硕士, 制药工程高级工程师, 研究方向为药品质量及监管, E-mail: 1243322641@qq.com

* 通讯联系人: 刘洋洋(1985-), 男, 博士, 研究员, 研究方向为中药质量控制技术及其应用, E-mail: yyliu@implad.ac.cn

基金项目: 海南省重大科技计划项目(ZDKJ2021034); 万宁市科研项目(2022wnkj10)

引用格式: 杨俊斌, 庄重, 张海防, 等. 海南习用药材胶果木质量标准研究[J]. 生物资源, 2025, 47(3): 311-316.

Yang Junbin, Zhuang Zhong, Zhang Haifang, et al. Quality standard study of Hainan customary medicinal herb *Pisonia umbellifera* [J]. Biotic Resources, 2025, 47(3): 311-316.

0 引言

胶果木为紫茉莉科(Nyctaginaceae)腺果藤属(*Pisonia*)植物胶果木(*Pisonia umbellifera* Seemann.)的干燥叶或带叶嫩枝。胶果木为乔木,高4~20 m,生于中、低海拔丛和山地疏林中,个别地区栽植村旁,产于台湾、海南等地^[1]。胶果木别名皮孙木、牛古大力^[2]、诺娜等^[3]。胶果木始载于1766年拉丁文出版的书中^[4]。胶果木具有清热解毒、治疗呼吸道疾病等功效,其茎经水煎煮或泡酒后,具有滋补、强壮的作用^[2]。此外民间常用胶果木的叶子治疗各种炎症^[3,5]。研究发现,胶果木富含黄酮类、色酮类、木质素类和皂苷等化合物,具有抗炎、抗结核、抗真菌等药理作用^[5-8]。近年来,国内外对胶果木化学成分和药理作用方面的研究逐年增多,但是胶果木药材至今尚未被《中华人民共和国药典》或地方药材标准收载,还未明确统一胶果木药材的质量标准。本研究通过研究海南地方习用药材胶果木的质量特征,拟制定其质量标准,为胶果木药材质量控制以及进一步药用开发提供参考。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 仪器

ECLIPSE80i型生物显微镜(尼康映像仪器销售有限公司)、CM1950冷冻切片机(Leica Biosystems Nussloch GmbH)、UV-1900紫外可见分光光度计(岛津仪器江苏有限公司)、YTH-4-10定时箱式电阻炉(绍兴市苏珀仪器有限公司)、1/10万电子天平(托利多(上海)有限公司)、DHG-9053A电热恒温鼓风干燥箱(浙江托普仪器有限公司)、F-040SD型福洋牌超声波清洗机(深圳福洋科技集团有限公

司)、HH-6型数显恒温水浴锅(常州荣华仪器制造有限公司)。

1.1.2 试剂

芦丁(批号:18122901;都普菲德生物科技有限公司);无水乙醇、无水甲醇、乙酸乙酯、乙酸(西陇科学,均为国产分析纯);硫酸(批号2018101527;广州化学试剂厂);实验用水为娃哈哈。

1.1.3 药材

本实验用的11批胶果木药材分别采自海南省万宁市兴隆镇、万宁市南林镇和琼中黎族苗族自治县,11批药材样品经中国医学科学院药用植物研究所海南分所李榕涛副研究员鉴定,均为紫茉莉科腺果藤属植物胶果木,样品信息见表1。其中,采于万宁兴隆南药园(编号:JGM20191108WNXLNYY1)为胶果木对照药材。

1.2 方法

1.2.1 性状鉴别

以2020年版《中华人民共和国药典》四部0212性状检定方法为指导原则^[9],对11批胶果木药材的形状、大小、质地及气味等进行观察和描述。

1.2.2 显微鉴别

以2020年版《中华人民共和国药典》四部2001显微鉴别法为指导原则^[9],取表1中11批胶果木干燥药材5 g,放入纯水中,软化10 h后,取出,用滤纸吸干水分,置于冷冻切片机中进行切片,切片厚度为60~100 μm,选取完整透明的切片,将其放在载玻片上,滴加水合氯醛溶液1~2滴,缓慢盖上盖玻片,放入生物显微镜下观察显微结构。取表1中11批胶果木药材,放入粉碎机进行粉碎,得粉末过四号筛,将过筛后的药材粉末置于平整的载玻片上,分别滴加水合氯醛溶液1~2滴,于生物显微镜下观察显微

表1 11批胶果木药材信息

Table 1 Information of 11 batches of *P. umbellifera* Seemann.

| 编号 | 样品编号 | 采摘时间 | 采摘地点 |
|----|---------------------------|------------|-----------|
| 1 | JGM20191108WNXLNYY1(对照药材) | 2019.11.08 | 万宁兴隆南药园 |
| 2 | JGM20191215WNNLQB1 | 2019.12.15 | 万宁南林镇桥北村 |
| 3 | JGM20191215WNNLQB2 | 2019.12.15 | 万宁南林镇桥北村 |
| 4 | JGM20191215WNNLQB3 | 2019.12.15 | 万宁南林镇桥北村 |
| 5 | JGM20191215WNNLQB4 | 2019.12.15 | 万宁南林镇桥北村 |
| 6 | JGM20191215WNNLQB5 | 2019.12.15 | 万宁南林镇桥北村 |
| 7 | JGM20191215WNNLQB6 | 2019.12.15 | 万宁南林镇桥北村 |
| 8 | JGM20200613QZDLSXGGC | 2020.06.13 | 琼中吊罗山乡公馆村 |
| 9 | JGM20200616QZDLSXGGC | 2020.06.16 | 琼中吊罗山乡公馆村 |
| 10 | JGM20191108WNXLNYY2 | 2019.11.08 | 万宁兴隆南药园 |
| 11 | JGM20191108WNXLNYZ | 2019.11.08 | 万宁兴隆镇 |

结构^[10]。

1.2.3 薄层色谱鉴别

将11批胶果木药材粉末过四号筛,分别取粉末1.0 g,加乙醇40 mL,加热回流20 min,滤过蒸干,残渣加乙醇2 mL使溶解,滤过,滤液作为供试品溶液。参照2020年版《中华人民共和国药典》四部通则下的0502薄层色谱法试验^[9],分别吸取供试品溶液、对照药材溶液各15 μ L,将三种溶液点在同一硅胶G板上。放入三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-乙酸(体积比为5:3:1.5:0.5)的展开缸中,展开后,晾干,喷20%硫酸乙醇溶液,之后放在105 $^{\circ}$ C的烘箱中加热至硅胶G板上的色谱点显色清晰,取出后置紫外灯(365 nm)下检视。

1.2.4 水分、灰分、浸出物含量测定

取表1中11批胶果木药材粉末,按照2020年版《中华人民共和国药典》四部通则下的0831烘干法、2300总灰分、2201浸出物测定法(冷浸法)进行测定^[9]。

1.2.5 总黄酮含量测定

1)对照品溶液制备。用1/10万电子天平精密称取芦丁对照品10 mg,加入50%乙醇溶解,定容至50 mL容量瓶中,摇匀,配置成浓度为0.2 mg/mL的芦丁对照品溶液。

2)供试品溶液制备。精密称取胶果木样品粉末(二号筛)1.0 g,置于具塞锥形瓶中,精密加50%乙醇30 mL,密塞,称定重量,85 $^{\circ}$ C加热回流2 h,冷却,再称定重量,用50%乙醇补足减失的重量,过滤,用少量50%乙醇洗涤滤器和滤渣,将滤渣及滤纸置具塞锥形瓶中,加50%乙醇30 mL,称重,85 $^{\circ}$ C加热回流2 h,冷却,再称定重量,用50%乙醇补足减失的重量,摇匀,离心,过滤,精密量取上清液10 mL,置25 mL量瓶中,加50%乙醇至刻度,摇匀,即得。

3)线性关系的考察。精密吸取对照品溶液1、2、3、4、5 mL,分别置于10 mL容量瓶中,各精密加入5%NaNO₂溶液0.3 mL,摇匀,放置6 min,再各精密加入10%Al(NO₃)₃溶液0.3 mL,摇匀,放置6 min,最后精密加4%NaOH溶液3.0 mL,用50%乙醇定容至刻度线,放置15 min,以空白试剂作为参比,参照2020年版《中华人民共和国药典》四部通则下0401紫外-可见分光光度法,在510 nm处测定吸光度,以吸光度为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程 $y=0.012\ 18x-0.016\ 8$ ($R^2=0.999\ 6$)。结果表明,以芦丁作为对照品,其浓度在20.00~100.00 μ g/mL范围内与吸光度线性关系良好。

4)精密度试验。精密称取胶果木药材(样品编号:JGM20191215WNNLQB6)粉末1.0 g,按照“供试品溶液制备”方法制备供试品溶液,精密吸取6份的胶果木供试品溶液各1 mL,按“标准曲线绘制”项下方法,自“各精密加入5%NaNO₂溶液0.3 mL”起同法操作,分别显色测定6次,在510 nm处测定吸光度值,结果表明总黄酮含量RSD=0.01%,表明仪器精密度良好。

5)重复性试验。精密称取胶果木药材(样品编号:JGM20191215WNNLQB6)粉末6份,每份1.0 g,按照“供试品溶液制备”方法制备供试品溶液,精密吸取供试品溶液1 mL,按“标准曲线绘制”项下方法,自“各精密加入5%NaNO₂溶液0.3 mL”起同法操作,分别显色测定6次,在510 nm处测定吸光度值,结果表明总黄酮含量RSD=1.53%,表明该方法重复性良好。

6)稳定性试验。精密吸取胶果木药材(样品编号:JGM20191215WNNLQB6)供试品溶液1 mL,按“标准曲线绘制”项下方法,自“各精密加入5%NaNO₂溶液0.3 mL”起同法操作,显色后每隔5 min测定一次吸光度,连续40 min,结果表明总黄酮含量RSD=1.80%,表明供试品溶液在40 min内显色稳定。

7)加样回收试验。精密称取胶果木药材(样品编号:JGM20191215WNNLQB6)粉末6份,每份各1.0 g,按照“供试品溶液制备”方法制备供试品溶液。精密称取芦丁对照品2 mg,加50%乙醇定容至25 mL,摇匀,得112.8 μ g/mL的芦丁对照品溶液。精密量取供试品溶液3 mL,置于10 mL容量瓶中,在10 mL容量瓶中加入1.5 mL芦丁对照品溶液,按“标准曲线绘制”项下方法,自“各精密加入5%NaNO₂溶液0.3 mL”起同法操作,显色后在510 nm处测定吸光度值,结果表明,总黄酮平均加样回收率为98.08%,RSD=1.81%。

8)样品溶液的总黄酮含量测定。对11批胶果木药材进行提取,并测定其吸光度,得出相应的总黄酮含量。

2 结果与分析

2.1 性状鉴别

性状鉴别结果如图1所示,本品茎枝呈圆柱形,有分枝;表面灰绿色或灰棕色,有的具灰白色花斑;具明显的纵皱纹和横向细裂纹,有多数突起的残留叶基;质坚韧,不易折断,断面中空,切面皮部纤维状,黄白色或浅黄棕色。叶片多已脱落或皱缩、破

碎,完整者呈椭圆形、长圆形或卵状披针形,长10~20 cm,宽4~8 cm;顶端渐尖或稍钝,基部宽楔形,表面黑褐色,具短柄,气微,味淡。



图1 胶果木药材性状

Figure 1 Characteristics of *P. umbellifera* Seemann.

2.2 显微鉴别

胶果木叶片横切图见图2。木栓层为数列棕色细胞。栓内层为6列木栓细胞,壁稍厚。皮层宽广,外侧有石细胞散在或断续排列成环,石细胞浅黄棕色,类圆形,壁厚。韧皮部薄壁组织发达,裂隙散在。木质部射线较密,导管非木化,常1至数个相聚,疏松排列。髓部宽广,其中常见黏液腔,内含黄色物。

胶果木粉末显微鉴别见图3。本品粉末棕褐色。木栓细胞表观类方形或多角形,壁细波状弯曲,黄棕色或淡黄色。多见棕色块和长方形的薄壁细胞碎片。木纤维散在或成束,橙黄色或无色,细长,有稀疏的单斜纹孔。具缘纹孔导管、螺纹导管和网纹导管多见。

2.3 薄层色谱鉴别

薄层色谱结果如图4所示,以样品1为对照药材,在薄层色谱相应位置上,11批胶果木药材供试

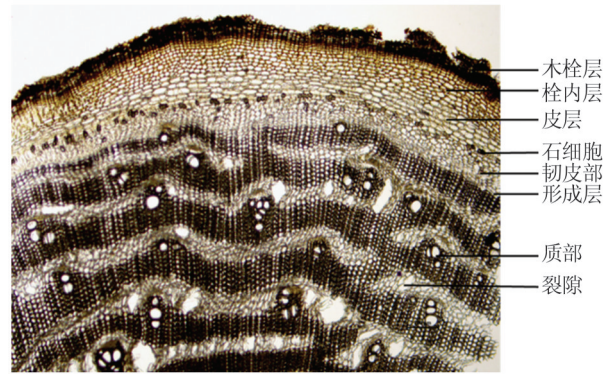


图2 胶果木茎横切面图

Figure 2 Microscopic image of the transverse section of the stem of *P. umbellifera* Seemann.

品与胶果木对照药材显相同玫红色斑点,此方法可用于胶果木的鉴别。

2.4 水分、灰分、浸出物含量测定结果

11批次胶果木药材水分测定结果为8.18%~12.02%。平均含量为10.14%。根据11批胶果木水分含量极大值乘120%^[10],得到胶果木水分含量限定标准:12.02%×1.2=14.42%,拟规定胶果木药材水分含量不得过15.0%。11批胶果木药材总灰分含量为8.85%~14.03%。根据11批胶果木总灰分含量极大值乘120%^[11],得到胶果木总灰分含量限定标准:14.03%×1.2=16.84%,拟规定胶果木药材总灰分含量不得过17.0%。11批胶果木药材浸出物含量为13.53%~17.66%,根据11批胶果木浸出物含量极小值乘80%^[11],得到其含量限定标准:13.53%×0.8=10.82%,拟规定胶果木药材水溶性浸出物含量不得少于10.0%。结果如表2所示。

2.5 总黄酮含量测定结果

测得11批胶果木药材总黄酮含量为1.17%~

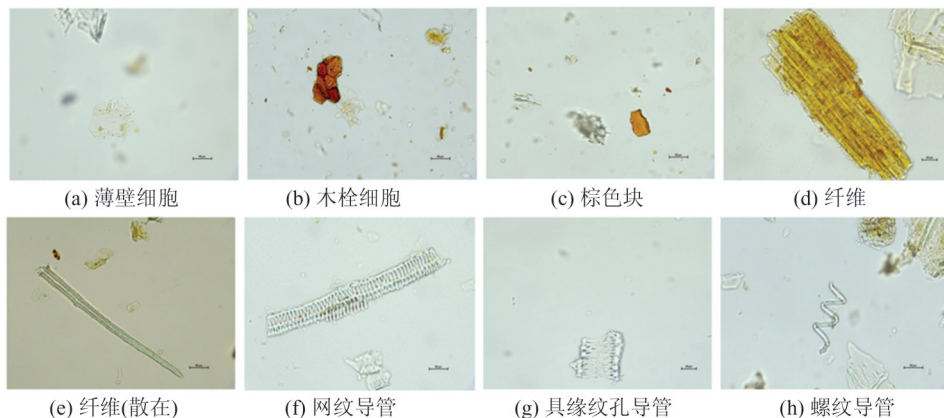
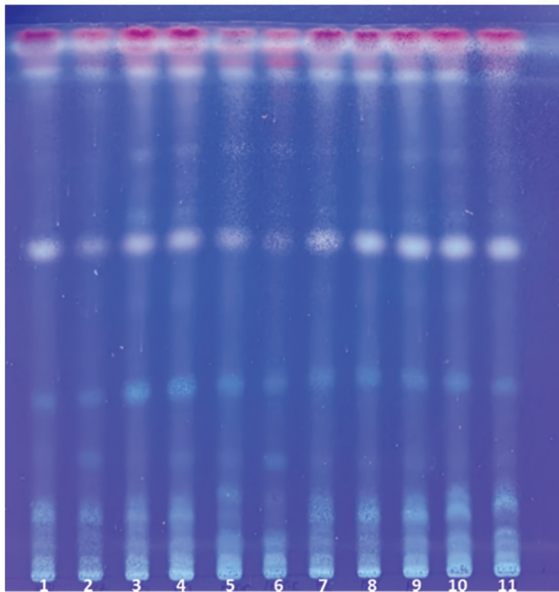


图3 胶果木药材粉末显微鉴别图

Figure 3 Microscopic identification of *P. umbellifera* Seemann. powder



1-11为胶果木药材供试品(编号顺序同表1)
1为对照药材

图4 胶果木药材薄层色谱图

Figure 4 TLCT of *P. umbellifera* Seemann.

2.27%, 如表2所示, 根据总黄酮含量的极小值乘80%^[11], 得到胶果木药材总黄酮含量限定标准: $1.17\% \times 0.8 = 0.94\%$, 故拟规定胶果木药材按干燥品计算, 总黄酮含量不得少于0.90%。

3 结论

本文参照《中华人民共和国药典》2020年版, 规定了胶果木药材水分不得超过15.0%、总灰分不得超过17.0%、水溶性浸出物含量不得少于10.0%; 建立了胶果木药材专属薄层色谱鉴别, 以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-乙酸(5:3:1.5:0.5)为展开剂, 喷20%硫酸乙醇溶液为显色剂, 置紫外灯下(365 nm)

检视; 并采用紫外-分光光度法进行总黄酮的测定, 规定了胶果木药材按干燥品计算, 总黄酮含量不得少于0.9%。

本研究制定了海南习用药材胶果木的质量标准, 填补了胶果木药材标准的空白, 为胶果木药材为原料的产品开发提供了鉴别、检验和检测的依据。同时, 为胶果木药材的合理使用与药用标准的深入研究提供了理论支持。

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26卷[M]. 北京: 科学出版社, 1996.
Editorial Committee of Flora of China, Chinese Academy of Sciences. Flora of China, vol. 26 [M]. Beijing: Science Press, 1996.

[2] 戴好富. 黎族药志. 第三册[M]. 北京: 中国科学技术出版社, 2014.
Dai H F. Records of Li folk medicine. volume 3 [M]. Beijing: China Science and Technology Press, 2014.

[3] 唐菲, 林天东. 海南黎药 [M]. 海口: 海南出版社, 2017.
Tang F, Lin T D. Hainan Li Medicine [M]. Haikou: Hainan Press, 2017.

[4] Forster J R, White B, Elmsly P, et al. Characteres generum plantarum, quas in itinere ad insulas maris Australis: collegerunt, descripserunt, delinearunt, annis 1772-1775 [M]. Londini: Prostant apud B. White, T. Cadell, & P. Elmsly, 1776.

[5] 姚玲玲, 徐萌伶, 余章昕, 等. 腺果藤属植物的化学成分和药理作用研究进展[J]. 中国药房, 2021, 32(13): 1647-1651.
Yao L L, Xu M L, Yu Z X, et al. Research progress

表2 11批胶果木药材水分、灰分、水溶性浸出物及总黄酮含量测定结果(n=3)

Table 2 Determination results of examed items of 11 batches of *P. umbellifera* Seemann. (n=3)

| 样品编号 | 水分/% | 灰分/% | 水溶性浸出物/% | 总黄酮含量/% |
|---------------------------|------------|------------|------------|-----------|
| JGM20191108WNXLNYY1(对照药材) | 10.74±0.16 | 12.80±0.17 | 15.70±0.10 | 2.27±0.02 |
| JGM20191215WNNLQB1 | 12.02±0.09 | 10.51±0.12 | 14.70±0.12 | 1.35±0.02 |
| JGM20191215WNNLQB2 | 11.14±0.08 | 10.58±0.15 | 13.82±0.12 | 1.44±0.03 |
| JGM20191215WNNLQB3 | 9.98±0.08 | 11.78±0.12 | 14.98±0.15 | 1.74±0.05 |
| JGM20191215WNNLQB4 | 10.45±0.12 | 9.96±0.19 | 14.07±0.10 | 1.65±0.03 |
| JGM20191215WNNLQB5 | 11.26±0.07 | 12.49±0.12 | 13.53±0.11 | 1.56±0.04 |
| JGM20191215WNNLQB6 | 11.20±0.12 | 14.03±0.13 | 15.66±0.11 | 1.86±0.03 |
| JGM20200613QZDLSXGGC | 8.62±0.11 | 9.25±0.12 | 17.66±0.10 | 1.17±0.03 |
| JGM20200616QZDLSXGGC | 8.18±0.04 | 9.91±0.11 | 16.36±0.13 | 1.76±0.02 |
| JGM20191108WNXLNYY2 | 9.87±0.12 | 12.32±0.18 | 16.16±0.12 | 2.13±0.03 |
| JGM20191108WNXLNYZ | 9.50±0.13 | 8.85±0.11 | 14.40±0.09 | 1.64±0.02 |
| $\bar{x} \pm sd$ | 10.14±1.12 | 11.22±1.52 | 15.19±1.25 | 1.69±0.32 |

- on chemical constituents and pharmacological effects of *Ardisia* [J]. *China Pharmacy*, 2021, 32(13): 1647-1651.
- [6] Liu Z G, Zheng X L, Wang Y N, et al. Lignans and isoflavonoids from the stems of *Pisonia umbellifera* [J]. *RSC Advances*, 2018, 8(29): 16383-16391.
- [7] Kuo H T, Peng C F, Huang H Y, et al. Chemical constituents and antitubercular activity of Formosan *Pisonia umbellifera* [J]. *Planta Medica*, 2011, 77(7): 736-741.
- [8] Sharmila G, Muthukumaran C, Saraswathi H, et al. Green synthesis, characterization and biological activities of nanoceria [J]. *Ceramics International*, 2019, 45(9): 12382-12386.
- [9] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 [M]. 北京: 中国医药出版社, 2020.
- Chinese Pharmacopoeia Commission. *Pharmacopoeia of the People's Republic of China* [M]. Beijing: China Medical Science Press, 2020.
- [10] 郑雷舒, 黄梦利, 巩圣坚, 等. 海南习用药材无柄灵芝质量标准研究 [J]. *生物资源*, 2019, 41(4): 342-347.
- Zheng L S, Huang M L, Gong S J, et al. Study on quality standard of *Ganoderma Sessilia* for Hainan traditional medicine [J]. *Biotic Resources*, 2019, 41(4): 342-347.
- [11] 王云云, 陈兰, 黄梦利, 等. 血叶兰药材质量标准研究 [J]. *生物资源*, 2021, 43(4): 413-418.
- Wang Y Y, Chen L, Huang M L, et al. Research in quality standards of *Ludisia discolor* [J]. *Biotic Resources*, 2021, 43(4): 413-418.