

壁虎药材质量标准研究

高敏^{1*}, 王帆², 邵红², 方君卉¹, 张平¹, 李茗¹

(1. 枣庄市食品药品检验检测中心, 枣庄 277000; 2. 枣庄市市场监管综合服务中心, 枣庄 277000)

摘要:目的 通过考察和实验研究, 建立市售壁虎的质量标准。方法 对采集的市售壁虎样品进行性状、显微、薄层色谱法鉴别, 并测定水分、总灰分、酸不溶性灰分、浸出物等项目。结果 根据对收集样品的观察总结并结合已有文献资料, 更加细致描述壁虎药材的性状特征; 对壁虎粉末的显微鉴别中, 分别对横纹肌、鳞片、皮肤碎片、骨碎片的特征进行了描述, 并增加了对刚毛的特征描述; 通过优化薄层色谱条件, 所有样品均呈现良好分离效果; 测得药材水分含量在 4.0%~5.1%, 总灰分含量在 14.8%~22.0%, 酸不溶性灰分在 0.1%~0.9%, 浸出物结果在 17.6%~27.4%。结论 该方法增强了标准的可控性, 可以更好地控制壁虎质量, 为其药材质量标准的建立提供了可靠的参考。

关键词: 壁虎; 动物类中药材, 质量标准; 显微鉴别; 灰分

0 引言

壁虎为壁虎科动物无蹼壁虎(*Gekko swinhonis* Güenther)、多疣壁虎 [*Gekko japonicus* (Dumeril et Biborn)] 或蹼趾壁虎(*Gekko subpalmatus* Güenther)干燥全体, 味咸, 性寒; 有小毒, 归肝经, 具有祛风定惊、散结解毒的临床功效, 用于中风瘫痪、关节风痛、风痰惊痫、瘰疬, 是我国传统名贵动物类中药材之一。壁虎作为未被药典收录品种, 一直未引起相关部门的关注, 但是动物类中药的生物安全风险很大^[1], 例如易受细菌、病毒和寄生虫感染^[2]。依据文献查询结果, 关于壁虎的基原动物研究相对较少, 其地方标准和炮制规范存在较多问题, 多在炮制方法不统一、质量标准不完善, 药材来源不一致等方面^[3-5]。中药质量控制一直被认为是中药材标准化、现代化的基础和关键, 与植物类中药不同, 动物类中药质量标准不完善问题更为突出。《中华人民共和国药典(2020年版一部)》中共收录 51 味动物类中药, 其中仅 21 味有“含量测定”检验项目, 多数仅有“鉴别”和常规“检查”项目, 甚至有 4 味仅规定了“性状”项目, 还有部分药典未收载^[6-7]。

本文在《山东省中药饮片炮制规范》2012 年版^[8]的基础上, 参照《山西省中药材标准》2013 年版壁虎标准, 《江苏省中药材标准》2016 年版壁虎标准, 《宁夏中

药材标准》2018 年版壁虎标准, 从壁虎质控标准提升统一出发, 增加理化、显微和薄层鉴别等质控项, 细化灰分、浸出物等检查项, 力求在评价体系及方法对壁虎质量标准进行调整和创新, 使之既能概括壁虎整体性, 又具备经济便捷等特点, 旨在为壁虎质量标准研究提供一定的参考。

1 材料与方法

1.1 主要仪器

BS-224S 型号电子天平仪器(德国赛多利斯集团); XS205DU 型号电子天平仪器(梅特勒-托利多仪器有限公司); SX2 2.5-10 型号箱式电阻炉仪器(山东省龙口市电炉制造厂); XT5118-OV70 型号电热鼓风干燥箱仪器(杭州雪中炭恒温技术有限公司); BM2000 型号显微镜仪器(日本奥林巴斯光学工业股份有限公司)。

1.2 实验材料

壁虎样品 14 批(均购买于安徽亳州药材市场), 经山东省中医药研究院专家鉴定, BH1~BH13 为多疣壁虎, BH14 为无蹼壁虎。壁虎对照药材(中国食品药品检定研究院, 批号: 121734-201601)。

1.3 方法

1.3.1 性状

按照《中华人民共和国药典(2020年版四部)》通则^[9], 对收集样品的性状进行观察和描述。

基金项目: 山东省中药材及饮片标准研究课题(2020-318)。

* 通信作者: 高敏, 硕士, 主管中药师, 研究方向为中药质量控制。E-mail: gaomin169@163.com

1.3.2 显微鉴别

用镊子小心夹取干燥壁虎药材的背部鳞片和腹部鳞片适量, 备用。将干燥壁虎药材研成粉末, 过四号筛。按照《中华人民共和国药典(2020年版四部)》通则显微鉴别法中的粉末制片法, 取少许背部鳞片、腹部鳞片和药材粉末分别经水合氯醛透化, 甘油数滴进行装片, 置显微镜下观察。从药材粉末和鳞片的显微特征方面进行显微鉴定, 并对其显微特征加以归纳总结。

1.3.3 薄层鉴别

按照《中华人民共和国药典(2020年版四部)》通则0502薄层色谱法进行定性检测, 取本品粉末(过2号筛)约0.4 g, 加70%乙醇5 mL, 将超声波设备调整为功率300 W, 频率25 kHz, 超声处理30 min, 滤纸过滤后的滤液作为供试品溶液。另取壁虎对照药材约0.4 g, 同法制成对照药材溶液。吸取上述两种溶液各5 μ L, 分别点于同一硅胶G薄层板上, 以正丁醇-冰醋酸-水(3:1:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以茚三酮试液, 将硅胶板加热出现清晰斑点。

1.3.4 常规检查项

水分按照《中华人民共和国药典(2020年版四部)》通则0832第三法(减压干燥法)进行检测, 取混合均匀的粉末(过2号筛)约1 g, 按要求操作后, 计算样品中的含水量(%)。

灰分和酸不溶灰分按照《中华人民共和国药典(2020年版四部)》通则2302对14批壁虎样品的总灰分和酸不溶灰分进行测定, 取本品粉末(过2号筛)约3 g, 精密称定, 按要求操作后, 根据残渣重量, 计算样品中总灰分和酸不溶灰分的含量(%)。

1.3.5 浸出物

按照《中华人民共和国药典(2020年版四部)》通则2201项下的热浸法测定, 取本品粉末(过2号筛)约3 g, 精密称定, 用乙醇作溶剂, 按要求操作后, 以干燥品计算供试品中醇溶性浸出物的含量(%)。

2 结果与分析

2.1 性状

根据对收集样品的实际观察, 并结合《中华本草》《中药大辞典》及《山东省中药材标准》2012年版进行描述^[10]: 无蹼壁虎呈扁平条状, 全长10~12 cm。头椭圆形而扁, 有眼一对。背面黑褐色, 被以细鳞。胸腹面黄白色, 被较大的鳞片。尾几与体等长, 尾基部宽厚, 有深色横纹; 尾部鳞多排列成环状。尾多残缺。指、趾间无蹼迹。气微臭, 味咸。多疣壁虎背部褐灰色而有黑斑或5条

隐晦的条纹。下唇鳞和腹面白色, 散有小型黑点。尾上有黑色横纹9条。头和背上具颗粒状细鳞, 指、趾间具蹼。蹼趾壁虎背面灰褐色, 躯干背面有6~10条浅色不规则横斑。尾背有9~12个浅色环状横斑。头、躯干和四肢背面均被粒鳞而无疣鳞, 指、趾间具蹼^[11]。

2.2 鉴别

2.2.1 显微鉴别

壁虎的粉末显微鉴别, 参考《山东省中药材标准》2012年版^[8]及相关文献^[12], 并结合对收集样品的实际观察, 分别对横纹肌、鳞片、皮肤碎片、骨碎片的特征进行了描述, 并增加了对刚毛的特征描述。具体显微特征概括如下: 壁虎药材粉末呈淡灰黄色、淡黄色或灰色, 气腥, 味咸。可见的特征性显微结构主要有鳞片、皮肤碎片、肌纤维及纤维束、骨碎片、刚毛等。鳞片呈淡灰绿色、无色或浅棕色, 鳞片边缘多无色透明。单个鳞片较大, 呈类圆形、多角形多呈覆瓦状排列。骨碎片多见, 浅灰棕色或近无色, 呈不规则碎块状, 骨陷窝呈长条状、裂缝状或类长圆形。横纹肌近无色或浅灰色, 多碎裂成细长块状, 可见细密的横纹, 呈明暗相间的波浪状或条状。刚毛在镜下可见粗细两种类型刚毛, 细刚毛排列成束或丛状, 排列整齐细密, 粗刚毛呈黄褐色, 单根长于毛窝内且毛根处无分枝。见图1。

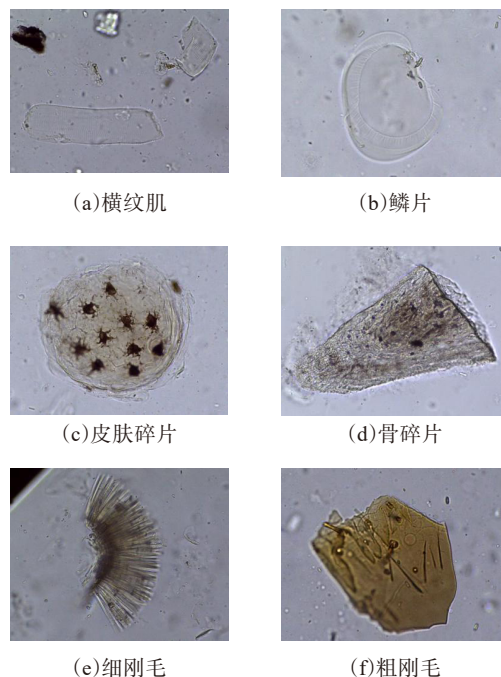


图1 壁虎显微特征

2.2.2 薄层鉴别

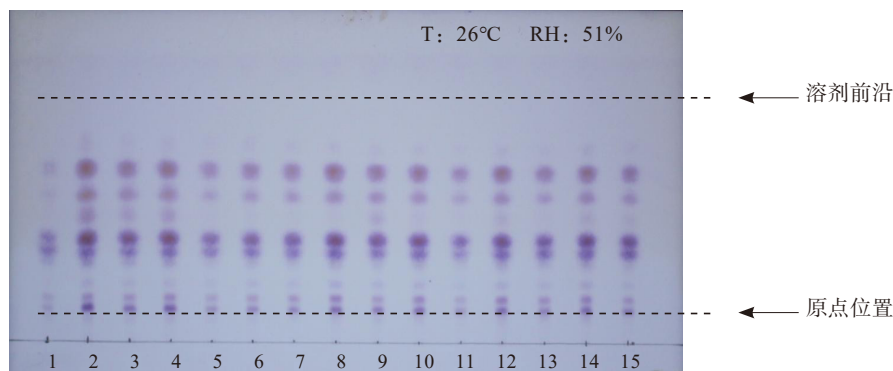
对照药材和供试品的薄层色谱图见图2。

2.3 水分测定

壁虎为传统名贵动物类中药材, 且含脂肪类成分较

多,水分的含量严重影响其药材质量,且难以保证临床用药的剂量准确性。故沿用《山东省中药材标准》2012年版规定的水分测定法,参照《中华人民共和国药典(2020年版四部)》通则0832第三法(减压干燥法)^[9],

对14批壁虎样品的水分进行测定,测定结果见表1。14批壁虎样品中水分含量在4.0%~5.1%之间,平均值为4.5%,根据样品测定结果,规定壁虎的水分限度为不得超过6.0%。



注:1.壁虎对照药材;2~15. BH1-14壁虎样本。

图2 对照药材和供试品的薄层色谱图

2.4 灰分测定

中药质量控制中的灰分检测项目包括总灰分和酸不溶性灰分的检测。①总灰分按照《中华人民共和国药典(2020年版四部)》通则2302^[9]进行测定,测定结果见表1。14批壁虎样品中总灰分含量在14.8%~22.0%之间,平均值为18.5%。根据样品测定结果,规定壁虎药材的总灰分限度为不得超过22.0%。②酸不溶性灰分按照《中华人民共和国药典(2020年版四部)》通则2302^[9]对壁虎样品的酸不溶性灰分进行测定,测定结果见表1。14批壁虎样品中酸

不溶性灰分在0.1%~0.9%之间,平均值为0.5%。根据测定结果,规定限度为不得超过1.0%。

2.5 浸出物测定

按照《中华人民共和国药典(2020年版四部)》通则2201项下的热浸法^[9]测定,用乙醇作溶剂,对14批壁虎样品进行测定,测定结果见表1。14批壁虎样品浸出物结果在17.6%~27.4%之间,平均值为21.8%。根据测定结果,规定壁虎的浸出物限度为不得少于14.0%。

表1 壁虎各项测定结果(n=3)

样品编号	水分 / %	总灰分 / %	酸不溶性灰分 / %	浸出物 / %
BH1	5.0	19.6	0.7	20.9
BH2	4.3	21.9	0.5	21.4
BH3	4.6	22.0	0.7	20.2
BH4	4.5	20.7	0.9	19.4
BH5	5.1	19.0	0.3	20.0
BH6	4.2	18.7	0.3	22.5
BH7	4.3	16.3	0.4	21.3
BH8	4.8	17.8	0.6	23.0
BH9	4.8	19.6	0.2	21.0
BH10	4.4	17.9	0.5	22.1
BH11	4.2	14.8	0.1	27.4
BH12	4.3	18.3	0.2	25.5
BH13	4.0	17.6	0.7	22.8
BH14	4.9	15.1	0.3	17.6

3 讨论与结论

通过对壁虎药材的性状和显微特征的详细描述与总结,本研究为壁虎药材的鉴定提供了更为准确和全面的依

据。性状特征的细致描述有助于在宏观层面快速区分不同种类的壁虎药材,而显微鉴别则进一步从微观层面确认药材的真实性。特别是增加了对刚毛特征的描述,丰富了壁虎粉末的显微鉴别内容,提高了鉴别的准确性和可靠性。

薄层色谱法作为一种快速、简便的定性分析方法, 在壁虎药材的鉴别中发挥了重要作用。通过优化薄层色谱条件, 所有样品均能呈现良好的分离效果, 这表明所选的展开剂和显色方法能够有效区分壁虎药材和对照品。薄层色谱法的成功应用不仅为壁虎药材的真伪鉴别提供了有力支持, 也为后续的化学成分分析奠定了基础。

水分、灰分和浸出物是中药材质量控制中的重要指标, 它们直接反映了药材的纯度、干燥程度和有效成分的含量。本研究对壁虎药材的水分、总灰分、酸不溶性灰分和浸出物进行了系统测定, 并根据结果制定了相应的限度标准。测量结果发现, 市场流通壁虎药材质量参差不齐, 尤其是灰分指标差异较大, 需要重点关注。这些标准的制定有助于规范壁虎药材的市场流通, 确保药材的质量稳定性和安全性。例如, 水分含量的控制可以防止药材在储存过程中发生霉变或变质, 而灰分和浸出物的测定则能够反映药材的纯净度和有效成分的提取效率。

壁虎作为中药抗肿瘤的常用药物, 以其为组分的中成药及附方也广泛应用在临床诊治中, 如金龙胶囊、康栓胶囊等在治疗肿瘤、血栓等疾病方面具有显著疗效^[12]。尽管本研究在壁虎药材质量标准的建立方面取得了一定成果, 但仍存在一些局限性。例如, 研究范围主要集中在基本的质控项目, 对于壁虎药材中的活性成分(如多糖、多糖蛋白、核苷等)的定量分析^[13-15]尚未涉及。此外, 样本贮存周期较长, 微生物学检验指标也应纳入质量标准体系中。未来的研究应进一步扩大研究范围, 选取壁虎药材中的多种蛋白质含量^[16]为定量指标, 探索其活性成分的提取、分离和定量方法。这将为完善和充实壁虎药材的质量标准提供更全面的理论依据和数据支持。

动物类中药在临床应用中具有独特的优势, 其由于活性强、见效快、后遗症小等特点在临床中备受关注, 但由于其资源稀缺性和质量标准的不完善, 面临着诸多挑战。本研究以壁虎药材为切入点, 通过优化和细化质量控制方法, 为动物类中药的质量标准提升提供了有益的参考。未来应加强动物类中药资源的保护与合理开发, 同时结合现代分析技术, 进一步完善其质量评价体系, 以确保动物类中药的安全性、有效性和质量可控性。

参考文献

- [1] 包华音. 中药壁虎质量控制关键技术与质量评价体系研究[D]. 济南: 山东中医药大学, 2012.
- [2] 王悦怡. 多疣壁虎提取物抗肿瘤作用研究[D]. 长春: 吉林大学, 2012.
- [3] 张恬, 袁铭君, 李军德. 《中国药典》2020年版动物类中药功效统计分析和质量评价[J]. 中国现代中药, 2023, 25(8): 1627-1634.
- [4] 葛学丽, 陶雨凡, 兀琦, 等. 守宫和制水蛭两种动物类中药的质量标准[J]. 滨州医学院学报, 2022, 45(4): 296-300.
- [5] 文静, 李智, 张建武, 等. 中药守宫中多糖含量测定研究[J]. 中国民间疗法, 2022, 30(14): 117-120.
- [6] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 一部[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- [7] 包华音, 石俊英. 壁虎药材显微鉴别质量标准研究[J]. 山东中医药大学学报, 2014, 38(5): 496-497.
- [8] 山东省药品监督管理局. 山东省中药饮片炮制规范(2012版)[M]. 2012.
- [9] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 四部[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- [10] 包华音, 刘杨. 壁虎的本草考证[J]. 山东中医药大学学报, 2015, 39(4): 348-350.
- [11] 范云, 韩雪菲, 管泽豪, 等. 守宫物种鉴定及其抗分枝杆菌活性研究[J]. 中成药, 2023, 45(3): 1011-1015.
- [12] 安凤霞, 汤建, 孟祥松, 等. 壁虎药理活性成分和质控标准研究进展[J]. 中国现代应用药学, 2022, 39(20): 2677-2683.
- [13] 陈林伟, 戴培培, 江勇, 等. 中药壁虎抗肿瘤的研究现状及展望[J]. 南京中医药大学学报, 2022, 38(10): 892-897.
- [14] 杨光, 王诺, 郭兰萍, 等. 从信息不对称的角度分析《中国药典》标准管理中中药的局限性[J]. 中国中药杂志, 2013, 38(23): 4168-4173.
- [15] 富同义, 顾琳娜. 浅谈现行中药质量标准的局限性与构建要素[J]. 现代中药研究与实践, 2006, (2): 5-6.
- [16] 田雨晴, 刘杨, 张宁, 等. HPLC同时测定不同产地壁虎中8种核苷类成分含量[J]. 中药材, 2020, 43(9): 2214-2217.