

# 广山楂质量控制研究

熊然英\*, 曾艳, 付静, 刘艳, 张慧

(贵州省六盘水市检验检测中心, 六盘水 553001)

**摘要:目的** 对不同产地广山楂的质量进行测定, 为科学制订广山楂药材质量标准提供依据。**方法** 根据《中国药典》2015年版四部通则对不同产地的广山楂进行显微及薄层色谱鉴别; 对水分、灰分浸出物进行检测。

**结果** 不同产地广山楂质量存在一定的差异。**结论** 通过对广山楂的显微和薄层鉴别及指标成分的检测, 可作为控制广山楂药材质量控制的标准。

**关键词:** 广山楂; 鉴别; 水分; 灰分; 浸出物; 质量控制

## Research on quality control of broad hawthorn

XIONG Ran-Ying\*, ZENG Yan, FU Jing, LIU Yan, ZHANG Hui

(Inspection and Testing Center of Liupanshui, Liupanshui 553001, China)

**ABSTRACT: Objective** To determine the quality of broad hawthorn from different origins and provide a basis for scientifically formulating quality standards for hawthorn medicinal materials. **Method** According to the General Principles of the Four Parts of the 2015 edition of the Chinese Pharmacopoeia, microscopic and thin-layer chromatography identification was performed on hawthorn from different origins; Detect moisture and ash extracts.

**Result** There are certain differences in the quality of hawthorn from different regions. **Conclusion** The microscopic and thin-layer identification of hawthorn and the detection of its indicator components can serve as a standard for controlling the quality of hawthorn medicinal materials.

**KEY WORDS:** broad hawthorn; identification; moisture content; ash content; extracts; quality control

## 0 引言

广山楂, 为蔷薇科植物台湾林檎 *Malus doumeri* (Bois) Chev. 或光萼林檎 *Malus leiocalyca* S.Z.Huang 的干燥成熟果实<sup>[1]</sup>。别名尖嘴林檎、大果山楂等。其果实<sup>[2]</sup>及其叶<sup>[3-4]</sup>在广西作为山楂使用已久, 商品名俗称“广山楂”。是广西的道地药材之一<sup>[5-6]</sup>。主要分布在江西、湖南、广西、台湾等地<sup>[7]</sup>。其主要化学成分包括黄酮类、萜类、酚酸类、多糖类等<sup>[8]</sup>。具有消食健胃、行气散瘀功效<sup>[9]</sup>。用于肉食积滞, 胃脘胀满, 泻痢腹痛, 瘀血经闭, 产后瘀阻, 心腹刺痛, 疝气疼痛, 高血脂症等<sup>[9]</sup>。现代药理研究表明广山楂具有消炎抗菌及抗肿瘤的作用<sup>[10]</sup>。其果大、气味清香、酸甜适中, 为药食两用药<sup>[11]</sup>。目前, 广山楂来源比较广泛, 在中药饮片配方及中成药中使用广山楂的范围日渐扩大, 广山楂到目前还没有完整的质量控制标准, 目前仅《广西壮族自治区壮药质量标准(第二卷)》收录了该品种<sup>[12]</sup>, 且只对广山楂的炮制方法和药材性状及功能与主治作了简单的描述。如何保障广山楂的来源和品质已成当务之急。因此, 开展对广山楂的质量研究, 突出道地药材特点, 指导广山楂药材和含此药材的成

药生产, 推动民族药发展有着极其重要的意义。为更好地控制该药材的质量, 本研究通过实验, 拟建立了广山楂鉴别及指标成分中水分、灰分及浸出物的测定方法, 并用该方法对不同产地广山楂进行了实验研究, 为科学制定广山楂的质量标准提供参考依据。

广山楂药材炮制方法: 秋季果实成熟时采收, 切片, 晒干。不同产地果实直径在 1.5~4.5 cm 之间。

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器

电子天平 AG-135、ME204E/02 (上海梅特勒-托利多仪器有限公司); LEICA DM500 显微镜(出厂编号: 8040024864US0169/05/11); GZX-DH-30×35S 型电热干燥箱(上海跃进医疗器械厂), 编号: 3715; SB-5200DTDN 超声波清洗器(宁波新芝生物科技有限公司), ZF-2 型暗箱式紫外分析仪(上海安亭电子仪器厂); 箱式电阻炉(天津市滨海新区大港红杉实验设备厂, 型号: SX-4-10); 电热恒温水浴锅(上海跃进医疗器械有限公司, 型号: 15)。

\*通信作者: 熊然英, 副主任药师, 主要从事药品检验。E-mail: 314748226@qq.com

\*Corresponding author: XIONG Ran-Ying, Deputy Chief Pharmacist, Inspection and Testing Center of Liupanshui, Liupanshui 553001, China. E-mail: 314748226@qq.com

## 1.2 材料

### 1.2.1 药材来源

样品为广西9个不同产地的广山楂样本(表1)。

### 1.2.2 材料

熊果酸对照品(中国食品药品检定研究院,批号:110742-201421,含量:93.8%);薄层色谱硅胶板(青岛海洋化工分厂);所用试剂均为分析纯,水为娃哈哈纯净水。

表1 不同产地广山楂来源

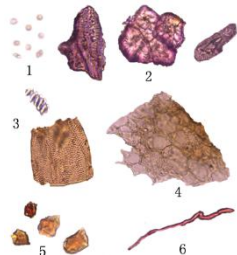
Table 1 Sources of Hawthorn from Different Origins

编号	样品名称	产地	采样时间
GSZ01	广山楂 <i>Malus doumeri</i>	广西荔浦新坪镇毛豆冲	2016年9月26日
GSZ02	广山楂 <i>Malus doumeri</i>	广西荔浦东昌镇五家山	2016年9月26日
GSZ03	广山楂 <i>Malus doumeri</i>	广西阳朔龙角洞	2016年9月27日
GSZ04	广山楂 <i>Malus doumeri</i>	广西阳朔三路冲	2016年9月27日
GSZ05	广山楂 <i>Malus doumeri</i>	广西平乐五桂塘	2016年9月27日
GSZ06	广山楂 <i>Malus doumeri</i>	广西平乐福兴镇磨石弯	2016年9月27日
GSZ07	广山楂 <i>Malus doumeri</i>	广西靖西渠洋镇怀书村	2016年9月29日
GSZ08	广山楂 <i>Malus doumeri</i>	广西靖西渠洋镇新力村	2016年9月29日
GSZ09	广山楂 <i>Malus doumeri</i>	广西靖西(生产企业提供)	16120601

## 2 结果与分析

### 2.1 显微特征研究

取本品粉末过四号筛,照显微鉴别法《中国药典2020年版》四部通则2001一、(2)观察<sup>[13]</sup>,粉末呈暗红棕色。淀粉粒极多,多为单粒淀粉,偶见复粒或3粒,圆形或类圆形,少数肾形,脐点点状或星状。石细胞成群或单个散在,类圆形、类方形、类三角形、椭圆形或不规则形,壁厚,细胞腔较大,孔沟及层纹均明显;纤维长条形,两端细尖,有的一端圆钝,细胞壁略增厚,胞腔大,壁上可见纹孔;色素块,呈不规则黄棕色、红棕色的块状物,大小不一,立体感强;果皮细胞呈多角形、方形,壁增厚,有的含棕黄色色素;偶见网纹及螺纹导管(图1)。



1.淀粉粒; 2.石细胞; 3.导管; 4.果皮细胞; 5.色素块; 6.纤维

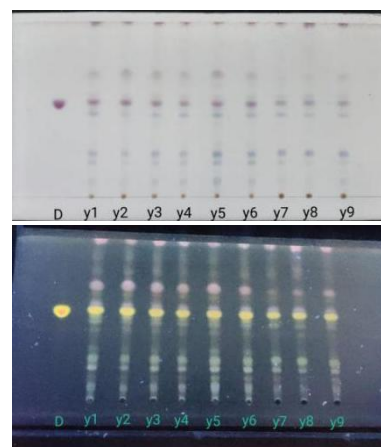
图1 广山楂药材粉末显微特征图

Fig.1 Microscopic Characteristics of Hawthorn Powder

### 2.2 薄层色谱研究

方法:取9个不同产地的广山楂粉末各1g,加乙酸乙

酯4mL,超声处理15分钟,滤过,取滤液作为供试品溶液。另取熊果酸对照品,加甲醇制成1mL含0.5mg溶液,作为对照品溶液<sup>[14]</sup>。照薄层色谱法试验(《中国药典》2020年版四部通则0502),吸取上述两种溶液各4μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(20:4:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以硫酸乙醇溶液(3→10),在80℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应位置上,呈相同的紫红色斑点;置紫外光灯(365nm)下检视,显相同的橙黄色荧光斑点(图2)。



D.为熊果酸对照品; y1~y9为9个不同产地广山楂样本

图2 9批不同产地广山楂饮片薄层色谱图

Fig.2 Thin layer chromatograms of 9 batches of hawthorn slices from different origins

## 2.3 水分测定

参照《中国药典》2020版四部通则0832第二法(烘干法)测定<sup>[15]</sup>。测定结果见表2。

表2 不同产地广山楂水分检测结果(n=2)

Table 2 Water content detection results of hawthorn from different regions (n=2)

药材来源	毛豆冲	五家山	龙角洞	三路冲	五桂塘	磨石弯	怀书村	新力村	靖西
水分含量(%)	13.03	11.63	12.01	13.58	13.32	13.84	14.60	14.63	14.98

## 2.4 灰分测定

参照《中国药典》2020版四部通则02302测定。测定结果见表3。

表3 不同产地广山楂总灰分检测结果(n=2)

Table 3 Test results of total ash content of hawthorn from different regions (n=2)

药材来源	毛豆冲	五家山	龙角洞	三路冲	五桂塘	磨石弯	怀书村	新力村	靖西
总灰分含量(%)	2.11	3.04	1.93	2.40	2.04	3.09	1.6	2.06	1.87

结论: 样品测定结果为1.60~3.09%, 平均值2.24%, 建议暂定总灰分3.5%。

浸法与热浸法考察5个不同溶剂<sup>[16]</sup>, 每个平行测定2份, 结果见表4。

## 2.5 浸出物

### 2.5.2 样品测定

#### 2.5.1 提取方法及提取溶剂考察

按《中国药典》2020年版四部通则2201测定, 用热

取9个产地广山楂样本, 照《中国药典》2020年版四部通则2201醇溶性浸出物测定法项下的热浸法测定。结果见表5。

表4 不同产地广山楂浸出物检查结果(n=2)

Table 4 Inspection Results of Extracts from Hawthorn from Different Origins (n=2)

提取溶剂	水	25%乙醇	希乙醇	75%乙醇	95%乙醇
浸出物含量(冷浸%)	38.56	40.44	39.62	37.85	25.3
浸出物含量(热浸%)	41.2	44.91	43.50	39.68	35.41

表5 不同产地广山楂浸出物检查结果(n=2)

Table 5 Inspection Results of Extracts from Hawthorn from Different Origins (n=2)

药材来源	毛豆冲	五家山	龙角洞	三路冲	五桂塘	磨石弯	怀书村	新力村	靖西
浸出物含量(%)	45.2	37.8	43.6	53.3	44.8	48.2	62.1	67.9	57.2
RSD (%)	0.31	0.48	0.25	0.63	0.80	0.41	0.76	0.94	0.21

## 3 讨论与结论

(1)山楂与广山楂均属消食药, 部分地区因广山楂来源有限而用山楂代替广山楂作药用, 虽然两者在性味与功效上有些相同, 但在本质上仍是两种不同的药材<sup>[17]</sup>。根据文献调研广山楂所含成分, 现以熊果酸作为对照品对其进行薄层鉴别, 考察不同提取方法、不同提取时间、不同展开条件等拟定方法, 同时进行了薄层色谱的高温(40℃)、室温(21℃)、低温(3.5℃), 高湿度(90%)、中等湿度(58%)、低湿度(28%)及不同生产厂家薄层板等耐用性考察, 结果表明文中用方法斑点显色清晰, 专属性强, 典型图谱见图2。

(2)取本品按照《中国药典》2015年版四部通则0832

水分测定法(第二法烘干法), 9批广山楂饮片中水分含量范围为11.63%~14.98%, 平均值为13.51%, 测定结果见表2, 根据实验研究结果并结合其包装、贮运实际, 广山楂药材的水分限度为不得高于15%为宜。

(3)取本品按照《中国药典》2015年版四部通则2302灰分测定法测定, 9批广山楂饮片中总灰分含量范围为1.60%~3.09%, 平均值2.2%, 测定结果见表3。

(4)广山楂中所含成分繁多, 含有丰富黄酮类、有机酸及三萜类等多种成分, 故选择水及不同浓度乙醇作为浸出溶剂, 结合热浸、冷浸等方法进行考察, 实验结果表明, 用25%乙醇进行热浸出时所得浸出物量最多, 25%乙醇与希乙醇浸出差别不大(约相差1%), 结果见表4。而山楂

含糖量较高,乙醇浓度过低时过滤较困难,从浸出量与可操作双方面考虑,故建议用稀乙醇热浸作为对供试品进行浸出物的测定的方法。9批广山楂饮片中醇溶性浸出物含量范围为37.8%~67.9%,平均值为51.1%,测定结果见表3。

综上所述,广山楂在复方制剂中有一定的控制标准,但对广山楂原药材的质量控制还没有完善的标准,应对其展开研究,以便为其复方制剂质量控制提供科学依据。

### 参考文献

- [1] 广西壮族自治区食品药品监督管理局. 广西壮族自治区中药饮片炮制规范[S]. 南宁: 广西科学技术出版社, 2007: 35.
- [2] 曾勇豪, 唐初明, 周云涛. 广西风味小野果涩梨的特点及开发利用价值研究[J]. 林业勘查设计, 2014, (2): 85-88.
- [3] 尚本清, 王融初, 罗军武, 等. 林檎叶的综合利用研究 II. 叶片浸出物的抑菌效应[J]. 湖南农学院学报, 1994, (3): 240-243.
- [4] 林叶新, 李忠海. 林檎叶水提物及其不同极性组分的抑菌和清除自由基作用的研究[J]. 天然产物研究与开发, 2012, 24(9): 1264-1269.
- [5] 邓家刚, 韦松基. 广西道地药材[M]. 北京: 中国中医药出版社, 2007: 24-31.
- [6] 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志(第三十六卷)[M]. 北京: 科学出版社, 1974: 399.
- [7] 新中华本草纲要(第三册)[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1990: 12.

- [8] 陈勇, 甄汉深, 董艺. 广山楂及其叶质量分析研究[J]. 时珍国医国药, 1999, 10(7): 511-513.
- [9] 广西壮族自治区食品药品监督管理局. 广西壮族自治区壮药质量标准(第2卷)[M]. 南宁: 广西科学技术出版社, 2011: 17-18.
- [10] 潘莹, 张林丽. 大果山楂的研究进展[J]. 时珍国医国药, 2007, 18(12): 2972-2973.
- [11] 李开祥, 邓绍林, 廖健明, 等. 靖西大果山楂生产及加工现状的调查研究[J]. 广西林业科学, 2003, 32(4): 214-216.
- [12] 广西壮族自治区卫生厅. 广西中药材标准[S]. 南宁: 广西科学技术出版社, 1992: 11,21,22,139-141.
- [13] 刘心纯, 周晓东. 山楂真伪品种的性状及显微鉴别研究[J]. 广州中医学院学报, 1992, 9(3): 163-169.
- [14] 聂伟明, 王永刚. 山楂与广山楂的鉴别[J]. 时珍国医国药, 2006, 17(11): 2146.
- [15] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京: 化学工业出版社, 2015: 33.
- [16] 张青青, 黄瑞松, 陆峥琳, 等. 广山楂叶水煎煮醇沉提取工艺条件的优化[J]. 广西医学, 2013, 35(11): 1524-1526.
- [17] 蒋昊. 北山楂、南山楂和广山楂性状鉴别和有机酸成分研究进展[J]. 辽宁中医药大学学报, 2023, 25(01): 132-137.

### 作者简介

熊然英, 副主任药师, 主要从事药品检验。