贵州产赤胫散药材的质量分析*

周贤霞，李 莉**，刘 兰，许超飞，龙飞燕
（贵州医科大学 药学院，贵州 贵阳 550025）

［摘 要］**目的**：对贵州赤胫散的水分、杂质、灰分和酸不溶性灰分、农药残留量、干燥失重、炽灼残渣及浸出物进行测定，为控制赤胫散药材的质量提供实验依据。**方法**：按照《中国药典》中水分（烘干法）、杂质、灰分、农药残留量、干燥失重、炽灼残渣、浸出物的测定方法对贵州赤胫散进行测定。**结果**：贵州产的15批赤胫散药材杂质含量为0.05%～0.84%，水分含量为12.72%～13.40%，干燥失重结果为12.44%～13.94%，总灰分含量为2.04%～3.40%，酸不溶性灰分含量为0.33%～1.47%，炽灼残渣结果为2.52%～3.70%，水溶性浸出物含量为34.31%～38.45%，15批赤胫散药材均未检出8种有机氯残留农药。**结论**：实验结果为提升赤胫散药材的质量标准提供了科学依据。

［关键词］植物提取物；赤胫散；总灰分；有机氯农药残留；浸出物；贵州
［中图分类号］R284.3；RZ273 ［文献标识码］A ［文章编号］1000-2707（2017）04-0431-04
DOI：10.19367/j.cnki.1000-2707.2017.04.012

A Quality Analysis on *Polygonum runcinatum* from Guizhou Province

ZHOU Xianxia, LI Li, LIU Lan, XU Chaofei, LONG Feiyan, GUO Yurou
(*College of Pharmacy, Guizhou Medical University, Guiyang 550025, Guizhou, China*)

［**Abstract**］ **Objective**: To determine the contents of moisture, impurity, ash, acid insoluble ash, pesticide residue, dry weight loss, residue, and extract from *Polygonum runcinatum* of Guizhou, and to provide experimental basis for medicinal material quality control. **Methods**: The methods recorded in the Chinese Pharmacopoeia were adopted in the determination of moisture, impurity, ash, acid insoluble ash, pesticide residue, dry weight loss, residue, and extract. Totally, 15 batches of *Polygonum runcinatum* were checked. **Results**: In the 15 batches of *Polygonum runcinatum*, moisture content range was 12.72%～13.40%; impurity content 0.05%～0.84%; total ash content 2.25%～3.40%; acid insoluble ash content 0.33%～1.47%; ignition residue 2.54%～3.70%; dry weight loss 12.44%～13.94%; water extract 34.31%～38.45%. Residue of 8 pesticides did not detected. **Conclusion**: This study provides scientific basis for promoting quality standard of *Polygonum runcinatum*.

［**Key words**］ plant extracts; *Polygonum runcinatum*; totac ash; pesticide residues; extract; Guizhou

赤胫散为蓼科蓼属植物赤胫散（*polygonum runcinatum* Buch.-Ham. var. sinene Hemsl.）的干燥根茎，又名花蝴蝶、蛇头蓼等，广泛分布于贵州、四川、湖南等多个省份，具有清热解毒、活血止血等功效，主治吐血咯血、急性胃肠炎、月经不调和跌打损伤等，外用治乳腺炎、痈疖肿毒等[1-3]。贵州的赤胫散资源非常丰富，民间应用广泛，但其质量控制研究报道较少，仅收载于2003版的《贵州省中药材、民族药材质量标准》[4]，尚无相应的杂质检查项目和测定方法。为更客观、科学地评价赤胫散质

*［基金项目］贵州省中药现代科技产业研究开发专项项目［2012］5034；贵州省大学生创新创业项目（21203102）
**通信作者 E-mail：1226072965@qq.com
网络出版时间：2017-04-19 网络出版地址：http://kns.cnki.net/kcms/detail/52.1164.R.20170419.1515.001.html

量,本实验收集了贵州省内15个不同批次的赤胫散药材,对药材中的杂质、水分、干燥失重、总灰分、酸不溶性灰分、炽灼残渣、有机氯残留农药和浸出物进行测定[5-12],并初步拟定各检查项目的限量,为赤胫散药材的质量标准提供科学的实验依据。

1 材料与仪器

1.1 材料

赤胫散药材由贵州远程制药有限公司提供,经贵州医科大学龙庆德副教授鉴定为蓼科蓼属植物 *Polygonum runcinatum* Buch.-Ham. var. sinene Hemsl.,α-六六六(α-BHC)、β-六六六(β-BHC)、δ-六六六(δ-BHC)、γ-六六六(γ-BHC)、p,p'-滴滴依(p,p'-DDE)、o,p'-滴滴涕(o,p'-DDT)、p,p'-滴滴滴(p,p'-DDD)、p,p'-滴滴涕(p,p'-DDT)购自农业部环境保护科研检测所,硝酸银、硝酸、二氯甲烷、丙酮等试剂均为分析纯,水为超纯水。

1.2 仪器

Aglent 7890A气相色谱仪(配备电子捕获检测器μ-ECD),SX-4-10型箱式电阻炉式控制箱(天津泰斯特仪器有限公司),电子天平(岛津分析天平岛津企业管理有限公司),超声波清洗器(KQ-250DA型 昆山市超声仪器有限公司)。

2 方法与结果

2.1 杂质检查

按照《中国药典》2010年版一部附录IX A测定。取规定量的供试品,摊开,用肉眼或放大镜(5~10倍)观察,将杂质拣出,计算其在供试品中的含量(%)。见表1。

2.2 水分测定

按照《中国药典》2010年版一部水分测定法项下烘干法(附录IX H)测定。取赤胫散药材(过2号筛)2.0 g,精密称定,置于干燥至恒重的扁形称量瓶中,于105 ℃干燥5 h,将瓶盖盖好,移置干燥器中,冷却30 min,精密称定,再在上述温度干燥1 h,冷却,称重,至连续两次称重的差异不超过5 mg。根据减失的重量,计算供试品中含水量(%)。见表1。

2.3 干燥失重

按照《中国药典》2010年版一部附录IX G干燥失重法对赤胫散进行测定。取混合均匀的赤胫散药材1.0 g,置与供试品相同条件下干燥至恒重的扁形称量瓶中,精密称定,在105 ℃干燥至恒重,由减失的重量和取样量计算供试品的干燥失重。见表1。

2.4 灰分测定

按照《中国药典》2010年版一部附录IX K灰分测定法对赤胫散进行测定。

2.4.1 总灰分测定 取赤胫散药材(过2号筛)4.0 g,置炽升高温度至550 ℃,使完全灰化并至恒重,根据残渣质量,计算供试品中总灰分的灼至恒重的坩埚中,精密称定,缓缓炽热,注意避免燃烧,至供试品完全炭化,逐渐含量(%),见表1。

2.4.2 酸不溶性灰分测定 取2.4.1项所得的灰分,在坩埚中加入稀盐酸10 mL,用表面皿覆盖坩埚,置水浴锅上加热10 min,表面皿用5 mL热水冲洗,洗液并入坩埚中,用无灰滤纸滤过,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,滤渣连同滤纸移至同一坩埚中,干燥,炽灼至恒重。根据残渣重量,计算酸不溶性灰分的含量(%),见表1。

表1 赤胫散中杂质、水分、干燥失重、总灰分和酸不溶性灰分检测结果($n=3$)

Tab.1 The test results of impurity, moisture, dry weight loss, total ash and acid insoluble ash in Polygonum runcinatum

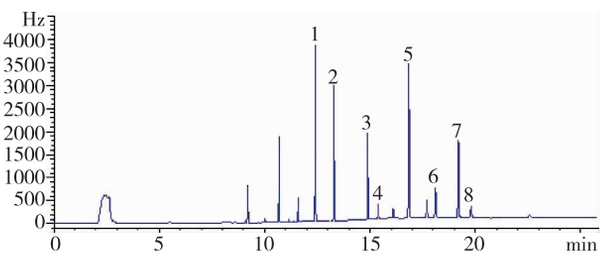
样品编号	样品来源	杂质(%)	水分(%)	干燥失重(%)	总灰分(%)	酸不溶性灰分(%)
1	贵州铜仁	0.07	12.84	13.20	2.25	0.35
2	贵州铜仁	0.05	12.89	13.10	2.28	0.33
3	贵州铜仁	0.10	13.03	13.19	2.27	0.33
4	贵州铜仁	0.05	12.95	13.35	2.27	0.36
5	贵州铜仁	0.16	12.83	13.34	2.25	0.36
6	贵州清镇	0.33	12.92	13.37	2.26	0.36
7	贵州清镇	0.51	12.72	13.32	2.41	0.56
8	贵州清镇	0.07	12.75	12.44	2.39	0.56
9	贵州清镇	0.14	12.74	12.66	2.40	0.53
10	贵州清镇	0.10	12.78	12.69	2.34	0.53
11	贵州息烽	0.84	12.75	12.49	2.38	0.51
12	贵州息烽	0.22	12.73	12.50	2.35	0.49
13	贵阳息峰	0.34	13.18	13.80	2.85	0.83
14	贵阳息峰	0.33	13.40	13.94	2.04	0.75
15	贵阳息峰	0.27	13.31	13.74	3.40	1.47

2.5　炽灼残渣检查

按照《中国药典》2010 版一部附录Ⅸ J 炽灼残渣检查法对赤胫散进行测定。取赤胫散药材 1.0 g 置已炽灼至恒重的坩埚中，精密称定，缓缓炽灼至完全炭化，放冷至室温，加硫酸 0.5 mL，使湿润，低温加热硫酸蒸汽除尽后，在 700 ℃炽灼使完全灰化，移至干燥器内，放冷至室温，精密称定后，再在 700 ℃炽灼至恒重，即得，结果见表 2。

2.6　有机氯农药残留测定

2.6.1　对照品溶液配制　精密量取 α-BHC、β-BHC、δ-BHC、γ-BHC、p，p'-DDE、o，p'-DDT、p，p'-DDD、p，p'-DDT 各50 μg，置 10 mL 容量瓶中，加正己烷定容制成 5 μg/mL 的储备液。再量取上述各对照品溶液各 1 mL，置 10 mL 量瓶中，再加用正己烷配制成浓度为 500 μg/L 的有机氯农药混合对照品溶液。



注：1 为 α-BHC，2 为 γ-BHC，3 为 β-BHC，4 为 δ-BHC，5 为 p，p，-DDE，6 为 o，p，-DDT，7 为 p，p，-DDD，8 为 p，p，-DDT

图 1　8 种农药标准品气相色谱结果

Fig. 1　GC chromatogram of eight kinds of pesticide standards

2.6.2　供试品溶液制备　精密量取赤胫散药材 2 g，加入丙酮、正己烷，超声 30 min 后，分液取正己烷成蒸干，溶解，经固相萃取小柱洗脱，收集洗脱液，用氮气吹干，加含内标环氧七氯的正己烷溶液溶解得供试品溶液。

2.6.3　气相色谱条件　色谱柱、升温程序及其它色谱条件参考文献[10]。HP-5 石英毛细管柱（0.32 mm × 30 m，0.25 μm），载气（N_2）流量为 60 kPa（恒压），进样口温度200 ℃，检测器（μ-ECD）温度320 ℃，分流比为 1∶2，升温程序100 ℃保持2 min，以20 ℃/min升至160 ℃保持 2 min，以 10 ℃/min升温至250 ℃保持5 min，以6 ℃/min升至280 ℃保持8 min，尾吹流量60 mL/min，进样量 1 μL。结果 15 批赤胫散药材均未检出上述 8 种有机氯残留农药，均符合对外贸易经济合作部“药用植物及制剂进出口绿色行业标准”[13]中六六六（总 BHC）≤0.1 mg/kg，滴滴涕（总 DDT）≤0.1 mg/kg 的规定。

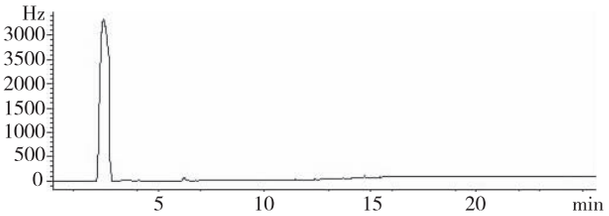


图 2　赤胫散药材气相色谱图

Fig. 2　GC chromatogram of *Polygonum runcinatum*

2.7　浸出物

2.7.1　水溶性浸出物

2.7.1.1　冷浸法　取赤胫散 4 g，精密称定，置 250 mL 的锥形瓶中，精密加水 100 mL，密塞，冷浸，经过 6 h 保持时时振摇后，再静置 18 h，用干燥虑器迅速滤过，精密量取续滤液 20 mL，置已干燥至恒重的蒸发皿中，在水浴上蒸干后，于 105 ℃干燥 3 h，置干燥器中冷却 30 min，迅速精密称定重量。以干燥品计算供试品中水溶液浸出物的含量（%），结果见表 2。

2.7.1.2　热浸法　取赤胫散 2 g，精密称定，置 100 mL 锥形瓶中，精密加水 50 mL，密塞，称定重量，静置 1 h 后，连接回流冷凝管，加热至沸腾，并保持微沸 1 h。放冷后，取下锥形瓶，密塞，再称定重量，用水补足减失的重量，摇匀，用干燥滤器滤过，精密量取滤液 25 mL，置已干燥至恒重的蒸发皿中，在水浴上蒸干后，于 105 ℃干燥 3 h，置干燥器中冷却30 min，迅速精密称定。以干燥品计算供试品中水溶液浸出物的含量（%），结果见表 2。

2.7.2　醇溶性浸出物

以 50% 乙醇代替水为溶剂，照水溶性浸出物测定法进行醇溶性浸出物的测定，结果见表 2。

3　讨论

贵州产 15 批赤胫散药材杂质为 0.05% ~ 0.84%；水分含量为 12.72% ~ 13.40%；干燥失重结果为 12.44% ~ 13.94%；总灰分含量为 2.04% ~ 3.40%；酸不溶性杂质含量为 0.33% ~ 1.47%；炽灼残渣实验结果为 2.52% ~ 3.70%。初步拟定赤胫散药材的杂质、水分、干燥失重、总灰分、酸不溶性灰分、炽灼残渣限量分别不得过 1%、15%、

16%、4%、1.7%、4.1%。

表2 赤胫散中炽灼残渣、乙醇浸出物和水浸出物检测结果($n=3$)

Tab.2 The test results of residue on ignition, ethanol extract and water extract in *Polygonum runcinatum*

样品编号	样品来源	炽灼残渣(%)	浸出物(%)			
			50%乙醇冷浸	50%乙醇热浸	水冷浸	水热浸
1	贵州铜仁	2.54	37.13	38.53	25.51	36.27
2	贵州铜仁	2.59	36.42	38.47	27.03	34.31
3	贵州铜仁	2.52	37.52	38.47	26.65	36.10
4	贵州铜仁	2.98	35.89	38.36	26.24	35.39
5	贵州铜仁	2.95	36.15	39.88	26.44	36.57
6	贵州清镇	2.83	36.00	40.10	26.17	36.91
7	贵州清镇	2.83	36.61	39.41	26.28	37.18
8	贵州清镇	2.87	36.37	39.15	26.17	36.65
9	贵州清镇	2.74	36.71	38.97	26.36	36.71
10	贵州清镇	2.84	34.08	38.76	25.12	37.28
11	贵阳息烽	2.65	34.47	39.22	24.75	36.95
12	贵阳息烽	3.02	33.99	38.80	24.12	36.86
13	贵阳息峰	3.43	37.50	42.39	27.21	38.45
14	贵阳息峰	3.30	39.73	41.88	29.58	37.84
15	贵阳息峰	3.70	37.37	39.04	27.60	37.53

在醇溶性浸出物的试验中分别以30%乙醇、50%乙醇、75%乙醇、95%乙醇为溶剂进行不同乙醇浓度的筛选,结果显示,50%乙醇浸出效果最佳,固选择50%乙醇为醇溶性浸出物的提取溶剂。15批赤胫散药材乙醇冷浸浸出物含量为33.99%~39.73%,乙醇热浸浸出物含量为38.36%~42.39%。水溶性冷浸条件下浸出物含量为24.12%~29.58%;水溶性热浸浸出物含量为34.31%~38.45%。初步拟定赤胫散药材的水溶性浸出物热浸法限量不得低于30%。

本研究通过对贵州赤胫散药材进行研究,旨在为提升赤胫散药材质量标准打基础,为合理开发利用赤胫散药材资源提供理论依据。

4 参考文献

[1] 南京中医药大学编写组. 中药大词典(第二版,上册)[M]. 上海:上海科学技术出版社, 2006:1448-1449.

[2] 国家中医药管理局《中华本草》编委会弄. 中华本草(第一版,蒙药卷)[M]. 上海:上海科学技术出版社, 1999(2)691-692.

[3] 全国中草药汇编编写组. 全国中草药汇编(第二版,上册)[G]. 北京:人名卫生出版社, 1996:303.

[4] 贵州省药品监督管理局.《贵州省中药材、民族药材质量标准》[M]. 贵阳:贵州科学技术出版社, 2003:190.

[5] *Ma SY, Lv HX, Shang XJ. Determination of Dyclonine Hydrochloride by a HPLC Method and Camphor and Menthol by a GC Method in Compound Lotion*[J]. *Journal of Chemistry*, 2013(1):1-4.

[6] 帕丽达·阿不力孜,刘纪杉,阿提坎木,等. 维药阿里红药材水分灰分浸出物重金属和砷盐含量测定[J]. 时珍国医国药, 2013(4):810-812.

[7] 郑双双,高新花,刘珂. 金银花等3种中药材中有机磷农药残留量的测定[J]. 烟台大学学报(自然科学与工程版), 2013(1):69-73.

[8] 王正,王永林,廖尚高,等. 贵州马兰草重金属与有机氯农药残留分析[J]. 贵阳医学院学报, 2015(1):41-44.

[9] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典2010年版(一部)[S]. 北京:中国医药科技出版社, 2010.

[10] 王正,王珍,王永林,等. 贵州施秉太子参的重金属含量与有机氯农药残留分析[J]. 贵州农业科学, 2013(6):93-96.

[11] 陈思颖,谭丹,朱迪,等. 贵州省不同产地天麻中重金属及农药残留分析[J]. 贵阳医学院学报, 2015(12):1301-1305.

[12] 何瑾,李莉,许超飞,等. 贵州不同产地杠板归的水分、灰分、浸出物和槲皮素的测定[J]. 贵阳医学院学报, 2015(1):45-47.

[13] *WM/T* 2-2004,药用植物及制剂外经贸绿色行业标准[S]. 中华人民共和国商务部,2005.

(2017-02-09 收稿,2017-03-18 修回)

中文编辑:刘 平;英文编辑:苏晓庆