

贵州省不同产地杠板归的水分、灰分、浸出物和槲皮素的测定*

何瑾¹, 李莉^{2**}, 许超飞², 张敏², 郝阳², 盛钰², 刘豫¹

(1. 贵阳医学院附院药剂科, 贵州 贵阳 550004; 2. 贵阳医学院药学院, 贵州 贵阳 550004)

[摘要] 目的: 测定贵州产杠板归的水分、总灰分、水溶性浸出物和槲皮素的含量。方法: 采集贵州省19个产地的杠板归药材, 按《中华人民共和国药典》(2010年版)中水分测定法(烘干法)、灰分测定法和水溶性浸出物测定法测定各地杠板归药材中水分、灰分和浸出物, 采用高效液相色谱法测定槲皮素的含量。结果: 19个产地杠板归药材中水分含量为5.66%~10.47%, 平均8.64%; 总灰分含量为4.40%~7.79%, 平均5.80%; 水溶性浸出物含量为16.54%~26.82%, 平均22.55%; 槲皮素含量为0.17%~0.58%, 平均0.38%; 19批贵州产杠板归样本水分、总灰分、水溶性浸出物及槲皮素含量最高值和最低值均相差1倍以上。结论: 贵州省内不同产地的杠板归质量存在较大的差异。

[关键词] 杠板归; 水分; 灰分; 浸出物; 槲皮素; 含量测定

[中图分类号] R284 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1000-2707(2015)01-0045-03

Contents Determination of Water, Ash, Extracts and Quercetin in *Polygonum perfoliatum* L. from Different Areas in Guizhou Province

HE Jin¹, LI Li², XU Chaofei², ZHANG Min², HAO Yang², SHENG Yu², LIU Yu¹

(1. Section of Pharmaceutical Preparation, the Affiliated Hospital of Guiyang Medical College, Guiyang 550004, Guizhou, China;
2. School of Pharmacy, Guiyang Medical College, Guiyang 550004, Guizhou, China)

[Abstract] Objective: To determine the contents of water, total ash, extracts and quercetin in *Polygonum perfoliatum* herba from Guizhou. **Methods:** *Polygonum perfoliatum* herba were collected from 19 areas of Guizhou. The methods in the Chinese Pharmacopoeia (2010 edition) were adopted for the determination of water (Appendix IX H), ash (Appendix IX K) and water soluble extract (Appendix X A). Quercetin contents in *Polygonum perfoliatum* herba were detected with HPLC. **Results:** In the 19 specimens of *Polygonum perfoliatum* herba, content ranges of water, total ash, water-soluble extracts and quercetin were 5.60% to 10.50% (average 8.65%), 4.4% to 7.80% (average 5.80%), 17.00% to 26.80% (average 22.58%), and 0.17% to 0.58% (average 0.38%) respectively. These contents varied among the 19 specimens by up to 1.0 fold between the highest and the lowest. **Conclusion:** There exists large differences in the contents of water, ash, water-soluble extracts and quercetin in *Polygonum perfoliatum* herba from different areas of Guizhou province.

[Key words] *Polygonum perfoliatum* herba; water; ash; water-soluble extracts; quercetin; content determination

杠板归又名贯叶蓼、蛇牙草等,为蓼科蓼属植物杠板归(*Polygonum perfoliatum* L.)的地上部分,在贵州拥有丰富的野生资源。杠板归具有清热解

毒,利水消肿,止咳的功效。可用于咽喉肿痛,肺热咳嗽,湿热泻痢,湿疹,蛇虫咬伤等症的治疗^[1-3]。不同来源的杠板归药材槲皮素含量存在差异^[4-6]。

* [基金项目] 贵阳市科技局项目[筑科合同(2012204)], 贵阳医学院院基金(2012037)

** 通信作者 E-mail: 1226072965@qq.com

网络出版时间: 2015-01-13 网络出版地址: <http://www.cnki.net/kcms/detail/52.5012.R.20150113.1805.005.html>

为更客观、科学地评价杠板归质量,本实验收集贵州 19 个产地的杠板归,对其水分、总灰分、浸出物和槲皮素的含量进行分析比较。

1 材料与仪器

1.1 材料

杠板归药材(贵州远程制药有限责任公司提供)及槲皮素对照品(购自中国药品生物制品检定所,供含量测定使用),甲醇为色谱纯,水为超纯水,其他试剂均为分析纯。

1.2 仪器

Agilent1100 型高效液相色谱仪系统(美国安捷伦公司),超声清洗器(SG8200H 型,上海冠特超声仪器有限公司),AUY 分析天平(日本岛津公司),马弗炉(SX-4-10 型箱式电阻炉,天津市泰斯特仪器有限公司),数显恒温水浴锅(HH-4 型,国华电器有限公司)。

2 方法与结果

2.1 浸出物测定

按照《中国药典》(2010 版)浸出物测定法项下热浸法(附录 X A)测定^[1]。取不同产地杠板归药材(过 2 号筛)约 4.0 g,精密称定,置 250 mL 的锥形瓶中,分别加水 50 mL,密塞,称定重量,静置 1 h,连接回流冷凝管,加热至沸腾,保持微沸 1 h;放冷,再称定重量,用水补足减失重量,摇匀,用干燥滤器滤过,精密量取滤液 25 mL,至已干燥至恒重的蒸发皿中,水浴蒸干后,于 105 °C 干燥 3 h,移至干燥器中冷却 30 min,以干燥品计算供试品中水溶性浸出物的含量(%),见表 1。

2.2 水分测定

按照《中国药典》(2010 年版)水分测定法项下烘干法(附录 IX H)测定^[1]。取不同产地杠板归药材(过 2 号筛)2.0 g,置于干燥至恒重扁形称量瓶中,于 100~105 °C 干燥 5 h,将瓶盖盖好,移置干燥器中,冷却 30 min,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 总灰分测定

按照《中国药典》(2010 年版)灰分测定法项下总灰分测定法(附录 IX K)测定^[1]。取不同产地杠板归药材(过 2 号筛)2.0 g,置炽灼至恒重的坩

锅中,精密称定,缓缓炽热,注意避免燃烧,至供试品完全炭化,逐渐升高温度至 600 °C,使之完全灰化并至恒重,根据残渣质量,计算供试品中总灰分的含量(%). 见表 1。

表 1 19 批不同产地杠板归中浸出物、水分、总灰分和槲皮素检测结果($\bar{x} \pm s, \%$)

Tab. 1 Contents of water, total ash, extracts and quercetin in 19 samples of *Polygoni perfoliatii* herba from different areas

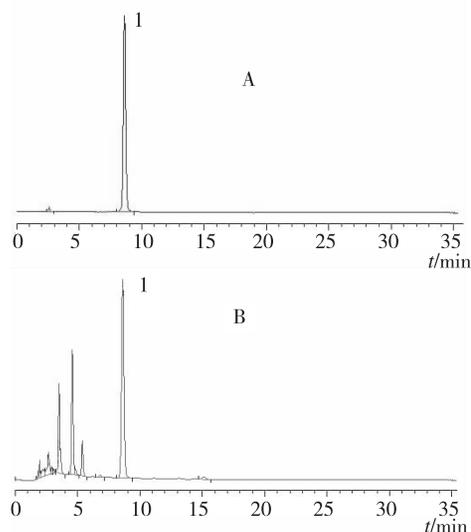
杠板归产地	杠板归中水分	杠板归中总灰分	杠板归中浸出物	杠板归中槲皮素
贵州修文	8.87 ± 0.06	5.07 ± 0.04	20.97 ± 0.13	0.39 ± 0.01
贵州黔西	5.66 ± 0.14	5.92 ± 0.08	21.48 ± 0.10	0.31 ± 0.00
贵州大方	10.00 ± 0.10	6.75 ± 0.15	23.53 ± 0.16	0.44 ± 0.00
贵州毕节	6.17 ± 0.04	4.73 ± 0.08	21.83 ± 0.15	0.48 ± 0.01
贵州龙里	10.47 ± 0.16	5.11 ± 0.06	21.28 ± 0.28	0.42 ± 0.01
贵州贵定	7.66 ± 0.13	6.48 ± 0.01	21.52 ± 0.12	0.36 ± 0.00
贵州台江	8.28 ± 0.08	5.83 ± 0.01	26.56 ± 0.12	0.23 ± 0.00
贵州铜仁	8.49 ± 0.05	4.44 ± 0.02	23.28 ± 0.41	0.45 ± 0.01
贵州都匀	9.45 ± 0.19	5.13 ± 0.08	21.33 ± 0.02	0.42 ± 0.00
贵州平塘	8.14 ± 0.13	7.06 ± 0.10	20.73 ± 0.20	0.34 ± 0.01
贵州独山	9.63 ± 0.14	4.43 ± 0.04	26.82 ± 0.17	0.43 ± 0.01
贵州青岩	8.90 ± 0.06	4.40 ± 0.14	26.02 ± 0.42	0.58 ± 0.00
贵州惠水	9.86 ± 0.16	5.97 ± 0.06	21.35 ± 0.34	0.34 ± 0.00
贵州长顺	8.36 ± 0.06	6.51 ± 0.01	25.60 ± 0.36	0.35 ± 0.00
贵州罗甸	9.7 ± 0.12	7.79 ± 0.23	21.47 ± 0.22	0.28 ± 0.00
贵州兴仁	7.39 ± 0.15	6.87 ± 0.06	16.54 ± 0.26	0.17 ± 0.00
贵州金沙	9.03 ± 0.14	6.9 ± 0.06	24.68 ± 0.48	0.38 ± 0.00
贵州遵义	8.87 ± 0.02	5.14 ± 0.06	18.0 ± 0.07	0.30 ± 0.00
贵州仁怀	9.30 ± 0.03	5.69 ± 0.08	25.4 ± 0.30	0.47 ± 0.00

2.4 槲皮素含量测定

2.4.1 色谱条件 色谱柱 Diamonsil C₁₈ 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相 甲醇-0.4% 磷酸溶液(40:60), 流速 1.0 mL/min, 检测波长 360 nm, 柱温 30 °C; 进样量 10 μL。在此色谱条件下槲皮素对照品与杠板归样品的色谱图见图 1。

2.4.2 溶液的配制 取槲皮素对照品适量, 加甲醇溶解制得 0.3 g/L 对照品贮备溶液。量取对照品贮备溶液 1 mL 置 10 mL 的量瓶中, 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得对照品溶液。取药材粉末适量(过 3 号筛)约 0.7 g, 精密称定, 置 100 mL 具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇: 盐酸(4:1)50 mL, 置 90 °C 水浴中加热回流 1 h, 放冷。再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇均, 滤过, 即得供试品溶液。

2.4.3 线性关系考察 精密量取对照品贮备液 0.5、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0 mL 置 10 mL 量瓶中, 甲醇稀释至刻度, 得线性系列溶液, 按上述色谱条件测定, 以峰面积为纵坐标(Y), 槲皮素进样量



注:A 为对照品;B 为样品;1 为槲皮素(querctin)

图 1 杠板归提取物及对照品槲皮素的 HPLC-UV 色谱图

Fig. 1 HPLC-UV chromatograms of extracts of *Polygonum perfoliatum* L. and quercetin reference substance

(μg)为横坐标(X),绘制标准曲线,计算得回归方程: $Y = 3.66 \times 103X - 4.61, r = 0.9999$ 。表明槲皮素在 0.15 ~ 2.40 μg 具有良好的线性关系。

2.4.4 精密度试验 精密量取槲皮素对照品溶液(29.48 mg/L),连续进样 6 次,测定槲皮素的峰面积并计算该面积的相对标准偏差(RSD)为 0.94%。

2.4.5 稳定性试验 取同一供试品溶液,分别于 0.2、4、6、8、10 h 内测定槲皮素的峰面积,计算槲皮素峰面积的 RSD 为 1.74%。表明供试品溶液在 10 h 内稳定。

2.4.6 重复性试验 取同一批号杠板归样品,制备供试品溶液 6 份,按 2.4.1 项色谱条件测定,计算含量,RSD 为 0.48%,表明重复性良好。

2.4.7 回收率试验 取 6 份已知含量(槲皮素含量 4.443 mg/g)的样品 0.35 g,置 100 mL 锥形瓶中,精密加入用甲醇:盐酸(4:1)制备的 30.9 mg/L 的槲皮素对照品溶液 50 mL,置 90 °C 水浴中加热回流 1 h,取下放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,滤液按上述色谱条件进行测定,计算回收率,槲皮素的平均回收率为 100.98%,RSD 为 1.97%,见表 2。

2.4.8 样品测定 取不同产地的杠板归药材,按

供试品溶液制备方法制备杠板归样品溶液,分别量取对照品溶液和供试品溶液各 10 μL ,注入液相色谱仪,按上述色谱条件测定,见表 1。

表 2 回收率试验结果

Tab. 2 Recovery test results

样品中槲皮素量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1.555 5	1.545 0	3.069 6	98.0		
1.556 4	1.545 0	3.153 9	103.4		
1.557 3	1.545 0	3.120 8	101.2		
1.556 0	1.545 0	3.136 5	102.3	100.98	1.97
1.554 6	1.545 0	3.088 8	99.3		
1.559 5	1.545 0	3.130 8	101.7		

3 讨论

研究结果显示,来源于贵州 19 个产地的杠板归药材中,水溶性浸出物单个样品最高为 26.82%,最低为 16.54%,平均 22.55%;槲皮素含量最高为 0.58%,最低为 0.17%,平均为 0.38%;水分、总灰分平均为 8.64%和 5.80%,单个样品水分最高值和最低值分别为 10.47%和 5.66%,总灰分为 7.79%和 4.40%,均相差 1 倍以上,表明贵州省内不同产地杠板归药材的质量存在较大差异^[7]。因此,在建立大规模的杠板归种植基地时,应关注种植地气候、地形、土壤等因素与杠板归内在质量的关系,才能保证不同批次药材质量有较稳定的均一性,才能使工业化的相关制剂有更可靠的品质保证。

4 参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京:中国医药科技出版社, 2010:155.
- [2] 刘青,刘卫东,冉懋雄. 特色苗药杠板归[M]. 贵阳:贵州科技出版社, 2013:2.
- [3] 杨碧仙,云雪林. 苗药杠板归的研究进展[J]. 中国民族医药杂志, 2012(7):54-56.
- [4] 许乾丽,鲍家科,茅向军,等. HPLC 测定杠板归中槲皮素的含量[J]. 中国中药杂志, 2009(16):2105-2107.
- [5] 刘青,李莉,黄家宇. 杠板归药材中槲皮素的含量测定[J]. 中国现代药物应用, 2009(10):27-28.
- [6] 陈华国,周欣,赵超,等. HPLC 测定杠板归中槲皮素的含量[J]. 药物分析杂志, 2009(10):1749-1751.
- [7] 秦健,吴孟岚,王珂雅. 不同产地何首乌药材水分、灰分和浸出物的测定[J]. 中国医药导报, 2012(13):61-62.

(2014-08-25 收稿,2014-10-09 修回)

中文编辑:刘平;英文编辑:刘华