

# 星毛冠盖藤的质量研究

肖冰梅<sup>1</sup>, 余朋桂<sup>1</sup>, 李咏梅<sup>1</sup>, 李春<sup>2</sup>, 林丽美<sup>1\*</sup>

(1. 湖南中医药大学药学院, 长沙 410208; 2. 中国中医科学院中药研究所, 北京 100700)

**[摘要]** 目的: 检查所采星毛冠盖藤是否符合药典要求, 进一步开发其资源。方法: 采用 2010 年版《中国药典》方法对星毛冠盖藤进行了水分、灰分及浸出物含量检测, 考察提取方法及提取时间对浸出物含量的影响; 以 70% 乙醇回流提取总黄酮, 芦丁为对照品采用紫外分光光度法进行含量测定。结果: 水分含量为 10.8%, 总灰分为 5.2%, 酸不溶灰分为 1.2%, 水溶性浸出物含量以回流方法提取 40 min 最高, 提取率达 13.45%, 醇溶性浸出物以回流方法提取 60 min 最高, 提取率为 11.09%; 总黄酮含量为 0.39%, 回收率 102.7%, RSD 1.76%, 其他方法学考察均符合要求。结论: 所采星毛冠盖藤样品符合要求。为该植物资源的合理利用、质量控制及进一步开发提供了理论基础。

**[关键词]** 星毛冠盖藤; 水分; 灰分; 总黄酮; 紫外分光光度法

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)13-0131-03

## The Study on Quality of *Pileostegia tomentella*

XIAO Bing-mei<sup>1</sup>, SHE Peng-gui<sup>1</sup>, LI Yong-mei<sup>1</sup>, LI Chun<sup>2</sup>, LIN Li-mei<sup>1\*</sup>

(1. School of Pharmacy, Hunan University of Chinese Medicine, Changsha 410208, China;

2. Institute of Chinese Materia Medica, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China)

**[Abstract]** **Objective:** To detect if *Pileostegia tomentella* collected is qualified according to Chinese Pharmacopoeia for advanced study. **Method:** Use the method of Chinese Pharmacopoeia (2010 edition) to detect the content of water, ash and extract from *P. tomentella*, investigate the influence of different extract methods and time for extract content. Flavones were extracted with 70% ethanol by reflux and determined by ultraviolet spectrophotometry, which rutin was taken as control sample. **Result:** The water content, total ash content and the acid-insoluble ash content was 10.8%, 5.2% and 1.2%, respectively. The content of highest water soluble extract is 13.45% by reflux extraction for 40 mins, the highest ethanol-soluble extractives is 11.09% by reflux extraction for 60 mins, the total flavones content is 0.39% with good repeatability. The recovery rate was 102.7% and RSD was 1.76%. **Conclusion:** The research provide basis of theoretical for the reasonable use, quality control, development and industrialization production.

**[Key words]** *Pileostegia tomentella*; the content of water; the content of ash; total flavones; ultraviolet spectrophotometry

星毛冠盖藤具有祛瘀除湿、舒经活络、消肿解毒止痛功效, 主治腰腿酸痛、风湿麻木、跌打损伤、骨

折、外伤出血、痈肿疮毒, 国内主要分布在湖南、江西、福建、贵州等地。目前对冠盖藤属植物的研究报导极少, 国外文献未能检索到相关内容, 国内仅见两篇文献报道<sup>[1-2]</sup>, 分别对其临床疗效和生药研究做了部分阐述。本试验对星毛冠盖藤进行常规检测项目研究, 并采用紫外分光光度法对其总黄酮进行含量测定, 为星毛冠盖藤的开发利用及质量控制提供依据。

### 1 仪器与试剂

SX<sub>2</sub>-5-12 型马沸炉 (长沙市远东电炉厂),

**[收稿日期]** 2012-01-10

**[基金项目]** 湖南省中医药科研基金(2009033)

**[第一作者]** 肖冰梅, 副教授, 硕士生导师, 从事中药质量与资源以及中药 DNA 分子鉴定研究, Tel: 0731-88458234, E-mail: xbm2009@msn.cn

**[通讯作者]** \* 林丽美, 博士, 副教授, 从事中药化学与质量研究, Tel: 0731-88458232, E-mail: lizasmile@163.com

MA110 型电子天平(上海良平仪器仪表有限公司), 岛津 UV-1800 紫外分光光度计, HHS 型电热恒温水浴锅(上海雅荣生化设备仪器有限公司)。

星毛冠盖藤全草: 湖南省怀化市沅陵的山沟中采集, 经湖南中医药大学药学院肖冰梅教授鉴定为虎耳草科植物星毛冠盖藤 *Pileostegia tomentella* Hand. -Mazz 的干燥全草, 烘干, 粉碎过筛, 芦丁对照品(上海源叶生物科技有限公司, 批号 100080), 95% 乙醇(天津市富宇精细化工有限公司, 分析纯)。

## 2 方法与结果

### 2.1 水分、灰分的测定

**2.1.1 水分的测定** 取样品约 5 g, 按《中国药典》<sup>[3]</sup> 水分测定法中的烘干法, 重复测定 6 次, 结果水分含量为 10.8%, RSD 1.2%。

**2.1.2 灰分的测定** 取样品约 5 g, 精密称定, 按《中国药典》<sup>[3]</sup> 灰分测定法分别测定样品的总灰分和酸不溶性灰分的测定, 重复测定 6 次, 结果总灰分含量为 5.2%, RSD 1.8%, 酸不溶性灰分为 1.2%, RSD 2.0%。

**2.2 浸出物含量测定** 选择常规回流提取与超声提取比较, 提取溶剂选择水和 70% 乙醇, 采用不同时间提取, 测定浸出物含量, 确定较优的提取方法。

**2.2.1 回流提取** 取样品约 4 g, 精密称定, 至 250 mL 锥形瓶中, 分别加水与 70% 乙醇 100 mL, 按《中国药典》<sup>[3]</sup> 浸出物测定法中的热浸法提取及测定 30, 40, 50, 60, 70 min 不同提取时间的浸出物含量, 结果水溶性浸出物含量以提取时间 40 min 时最高, 为 13.45%, 70 min 最低为 8.87%; 醇溶性浸出物含量以提取时间 60 min 最高, 为 11.09%, 30 min 最低, 为 9.94%。

**2.2.2 超声提取** 取样品约 4 g, 精密称定, 置 250 mL 的锥形瓶中, 精密加入水和 70% 乙醇 100 mL, 塞紧, 称定质量(精确至 0.01 g), 静置 1 h 后, 超声。放冷后, 取出烧瓶, 塞紧, 称定质量, 用水补足缺失的质量, 摇匀, 用干燥滤器滤过。浸出物含量测定按《中国药典》<sup>[5]</sup> 浸出物测定法中的热浸法, 测定 30, 40, 50, 60, 70 min 不同提取时间的浸出物含量, 结果水溶性浸出物含量以提取时间 40 min 时最高, 为 12.63%, 50 min 最低为 5.81%; 醇溶性浸出物含量以提取时间 60 min 最高, 为 10.82%, 30 min 最低, 为 9.12%。

### 2.3 总黄酮的含量测定<sup>[4]</sup>

**2.3.1 待测液、对照品溶液的配制** 取样品粗粉约

10 g, 精密称定, 100 mL 70% 乙醇 90 °C 水浴回流提取 1.5 h, 过滤, 滤渣再加 50 mL 70% 乙醇 90 °C 水浴回流提取 1 h, 合并滤液。取滤液 5 mL 至 50 mL 量瓶中用 70% 乙醇定容; 精确称取芦丁对照品配制成浓度分别为 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40 mg·L<sup>-1</sup> 的对照品溶液。

**2.3.2 总黄酮的鉴别** 将 2.3.1 项下得到的待测液中加入镁粉与盐酸变成红色, 加醋酸铅产生浅黄色沉淀, 加 10% NaOH 由黄色变成棕色, 加酸退色。由此确定待测液中含有黄酮类化合物。

**2.3.3 条件** 25 mg·L<sup>-1</sup> 标准液和待测液在波长 366 nm 处扫描, 标准液和待测液在 366 nm 处均有较强吸收。

**2.3.4 标准曲线的建立** 以波长为 366 nm, 70% 乙醇溶液为参比液, 不同浓度的芦丁标准液为样品测定吸光度。以吸光度为纵坐标, 芦丁浓度为横坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程  $Y = 2.28 \times 10^{-6} X$ , ( $r = 0.9993$ ), 线性范围为 5 ~ 40 mg·L<sup>-1</sup>。

**2.3.5 精密度试验** 取同一标准品液, 重复测定 6 次, 吸光度的 RSD 为 0.02%。表明仪器的精密度好。

**2.3.6 重复性试验** 取同一批样品 6 份, 按 2.3.1 项下制备待测液, 分别测定, 吸光度的 RSD 0.30%。表明重复性良好。

**2.3.7 稳定性试验** 取同一样品溶液, 分别在 0, 1, 2, 4, 6, 8 和 10 h 测定吸光度, 计算 RSD 0.27%。表明待测液在 10 h 内稳定。

**2.3.8 加样回收试验** 取同一批已知含量的星毛冠盖藤样品粉末 6 份, 每份约 5 g, 精密称定, 分别精密加入一定量芦丁对照品, 按照 2.3.1 项制成加样供试品溶液, 按上述紫外条件测定含量, 计算回收率, 结果见表 1。

表 1 芦丁的加样回收率试验 (n=6)

称样量 /g	样品中含量 /mg	加入量 /mg	实测量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
5.012	19.547	15.002	34.568	100.13	100.16	0.08
5.026	19.601	15.001	34.622	100.13		
5.033	19.629	14.998	34.632	100.04		
5.002	19.508	14.995	34.528	100.17		
5.029	19.613	15.001	34.656	100.28		
5.008	19.531	15.006	34.571	100.23		

**2.3.9 样品总黄酮含量测定** 将待测液按 2.3.3 项下的方法测定吸光度, 重复测定 6 次, 取其平均

值。根据标准曲线得待测液中总黄酮含量为  $0.026 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。样品总黄酮含量 (%) = 稀释倍数  $\times C \times 150 \times 100 \times 10^{-3} / W(\text{g})$ , 式中  $C$  为待测液中总黄酮含量,  $W$  为样品药材干重。样品中总黄酮含量为 0.39%。

### 3 结论与分析

通过对星毛冠盖藤水分、灰分及浸出物含量进行检测,水分含量为 10.8%, 小于 11%, 说明按常规方法干燥即可达到药典标准;总灰分含量为 5.2%, 酸不溶性灰分含量为 1.2%, 说明该药材较为纯净, 杂质较少;提取方法回流优于超声, 水溶性浸出物含量以回流方法提取 40 min 为宜, 醇溶性浸出物以回流方法提取 60 min 为宜;利用紫外分光光度法进行了总黄酮含量的测定, 以芦丁为对照品, 该方法稳定

性、重复性较好。

本实验可以为星毛冠盖藤质量标准的研究提供参考, 为下一步深入开展星毛冠盖藤黄酮类成分的分离、鉴定和活性筛选奠定基础。

### [参考文献]

- [1] 金建东. 三藤药散在骨伤科的应用[J]. 中国民间疗法, 2001, 9(7): 41.
- [2] 杨昌华. 冠盖藤的显微鉴别[J]. 湖南师范大学学报: 医学版, 2009, 6(4): 64.
- [3] 中国药典. 一部[S]. 2010: 附录 52, 53, 62.
- [4] 杨艳, 徐应淑, 李妍妍. 贵州野生虎耳草全草中总黄酮含量测定[J]. 贵州医药, 2010, 34(9): 839.

[责任编辑 顾雪竹]

## 欢迎订阅 2013 年度《中国实验方剂学杂志》

《中国实验方剂学杂志》由国家中医药管理局主管, 中国中医科学院中药研究所和中国中西医结合学会中药专业委员会主办的学术刊物, 已成为“中国科技论文统计源期刊”(中国科技核心期刊)、“中国中文核心期刊”;“中国学术期刊综合评价数据库来源”期刊、“中国期刊网、中国学术期刊光盘版”全文收录期刊; 并被评“中国中医药优秀期刊”及“中国学术期刊优秀期刊”。本刊创刊于 1995 年 10 月, 本着提高为主, 提高与普及相结合的办刊方针, 主要设置: 工艺与制剂、化学与分析、资源与鉴定、药物代谢、药理、毒理、临床、综述、学术交流、信息等栏目, 交流方剂的药效学、毒理学、药物动力学、药物化学、制剂学、质量标准、配伍研究、临床研究、学术专论以及方剂主要组成药物的研究成果与最新进展。本刊的读者对象是从事中医药, 尤其是方剂教学、科研、医疗、生产的高、中级工作者, 以及中医药院校的高年级学生等。

本刊现为半月刊, 16 开本, 320 页, 标准刊号: ISSN1005-9903; CN11-3495/R。每期定价 35 元, 全年 840 元。国内外公开发行, 国内由北京市报刊发行局办理总发行, 邮发代号: 2-417; 国外由中国国际图书贸易总公司办理发行, 代号: SM4655。欢迎订阅。本刊编辑部也办理邮购。地址: 北京市东直门内南小街 16 号, 《中国实验方剂学杂志》编辑部, 邮编: 100700, 联系电话: (010) 84076882, 电子邮件: czd@vip.sina.com, 网址: www.syfjxzz.com。