

不同产地牡丹皮饮片质量评价

许 玲,金传山,吴德玲

(安徽中医学院药学院 现代中药安徽省重点实验室,安徽 合肥 230031)

[摘要]目的 对不同产地牡丹皮饮片进行质量评价。方法 采用化学及仪器分析的方法测定3种不同产地牡丹皮饮片的水分、灰分、浸出物、丹皮酚、丹皮总苷及丹皮多糖含量。结果 不同产地牡丹皮饮片有效成分含量有显著差异。结论 3种不同产地的牡丹皮饮片样品中,安徽铜陵牡丹皮饮片质量最优。

[关键词]牡丹皮;质量评价;中药饮片

[中图分类号]R284.2 **[文献标志码]**A **[DOI]**10.3969/j.issn.1000-2219.2012.02.021

牡丹皮为毛茛科植物牡丹(*Paeonia suffruticosa* Andr.)的干燥根皮。其性微寒,味苦、辛,归心、肝、肾经,具有清热凉血、活血化瘀之功效。临幊上用于热入营血、温毒发斑、吐血衄血、夜热早凉、无汗骨蒸、经闭痛经、跌扑伤痛、痈肿疮毒等^{[1]161}。安徽省铜陵市为牡丹皮的道地产区,现安徽亳州、山西等地均有引种栽培。为了考察不同产地牡丹皮饮片的质量差异,笔者对安徽铜陵、亳州以及山西产的牡丹皮饮片中丹皮酚、丹皮总苷及丹皮多糖等成分进行含量测定,综合评价不同产地牡丹皮饮片的质量。

1 材料

1.1 牡丹皮药材 不同产地牡丹皮饮片样品共3份,均购于安徽亳州药材市场,产地分别为安徽铜陵、安徽亳州以及山西,均为4年生10月份采收的

基金项目:国际科技合作计划项目(S2012ZR0339)

作者简介:许玲(1986-),女,硕士研究生

通信作者:金传山,0551-5169044,jinchsh63@sina.com

样品,经安徽中医学院中药与资源教研室方成武教授鉴定为毛茛科植物牡丹(*Paeonia suffruticosa* Andr.)的干燥根皮。

1.2 主要设备与试剂 Shimadzu LC-15C 高效液相色谱仪(LC-15C 泵、SPD-15C 紫外检测器;天津东康 DT-230A 型柱温箱、N2010 色谱工作站);美谱达 UV-1600:上海美谱达仪器有限公司;FA2004 电子天平:德国 Sartorius 公司;丹皮酚对照品:成都普思生物科技有限公司,批号 200901;苯甲酸:上海农业机械化实验厂;葡萄糖-水:天津市光复科技发展有限公司;娃哈哈纯净水:杭州娃哈哈集团有限公司;其他试剂均为分析纯。

2 方法

2.1 牡丹皮的薄层色谱鉴别 按文献[1]¹⁶¹中方法对各样品进行薄层色谱鉴别。

2.2 水分、灰分、醇浸出物的测定:按照文献[1]^{52-53,62,附录}的方法。

2.3 牡丹皮中丹皮酚及丹皮总苷的含量测定^[2]

(1. School of Pharmacy, Anhui College of Traditional Chinese Medicine & Anhui Key Laboratory for Modern Chinese Medicine, Anhui Hefei 230031, China; 2. Anhui Institute of Food and Drug Control, Anhui Hefei 230051, China; 3. Department of Science and Technology, Anhui College of Traditional Chinese Medicine, Anhui Hefei 230038, China)

[Abstract]Objective To determine the contents of plumbum (Pb), cadmium (Cd), hydrargyri (Hg), cuprum (Cu) and arsenic (As) in rhubarb from Songpan county of Sichuan province, in an attempt to evaluate the safety of rhubarb based on whether or not the contents of heavy metal elements are out of limits.

Methods Rhubarb samples were processed by microwave digestion (MVD). The contents of five heavy metal elements in rhubarb from different areas and cultivations were detected by inductively coupled plasma-mass spectra (ICP-MS). **Results** The detection limits of five heavy metal elements ranged from 0.02 to 0.30 ng/ml. This method had good linear correlation for each element ($r>0.999$). The contents of five heavy metal elements from 20 samples of rhubarb were within the limits of national standards. **Conclusion** Based on the contents of heavy metal elements being within the limits, it can be concluded that rhubarbs from Songpan county are safe for medicine, and Songpan area is suitable for the cultivation of rhubarbs.

[Key words]rhubarb;heavy metal elements;inductively coupled plasma-mass spectra;Songpan

2.3.1 色谱条件为流动相:甲醇:0.05%磷酸水(45:55);Phenomenex-C₁₈色谱柱(250 mm×4.6 mm);柱温:30℃;进样量:20 μl;流速:1.0 ml/min;测定波长:230 nm、274 nm。

2.3.2 对照品溶液的制备:①丹皮酚对照品:精密称取丹皮酚对照品2.42 mg,置25 ml量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀;取2.0 ml,置5 ml量瓶中,加甲醇稀释至刻度,作为丹皮酚对照品溶液。②苯甲酸对照品:精密称取苯甲酸对照品5.68 mg,置25 ml量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀;取0.5 ml,置10 ml量瓶中,加流动相稀释至刻度,作为苯甲酸对照品溶液。

2.3.3 样品溶液的制备:①用于丹皮酚及游离苯甲酸含量测定的样品制备:取丹皮粗粉约1 g,精密称定,置50 ml容量瓶中,加入流动相适量,超声提取30 min,放冷,加流动相定容至刻度,摇匀,精密移取1 ml至10 ml容量瓶中,用流动相定容至刻度,摇匀,滤过,即得。②用于丹皮总苷含量测定的样品制备:取丹皮粗粉约1 g,精密称定,加入含有4%NaOH的70%乙醇溶液40 ml,回流水解2 h,冷却至室温,转移至50 ml容量瓶中,定容,精密移取1 ml至10 ml容量瓶中,加入1 mol/L盐酸调节pH值呈弱酸性,用流动相定容至刻度,摇匀,滤过,即得。

2.4 牡丹皮中丹皮多糖的含量测定^[3]

2.4.1 对照品溶液的配制:取葡萄糖-水在105℃干燥至恒质量;精密称取葡萄糖标准品13.12 mg,置于100 ml容量瓶中,加蒸馏水约20 ml溶解后定容至刻度,摇匀,配成0.1312 mg/ml的标准溶液。

2.4.2 苯酚试剂的配制:称取苯酚100 g,加铝片0.1 g,加碳酸氢钠0.05 g,油浴中常压蒸馏,收集182℃的馏分,精密称取馏出液5 g,放入100 ml棕色容量瓶,加蒸馏水定容至刻度,摇匀,备用。

2.4.3 样品的制备:精密称取丹皮粗粉0.5 g,用70%乙醇索氏提取2 h,残渣挥去溶剂,准确加入50 ml水回流2 h,抽滤,取续滤液,精密移取10 ml至50 ml容量瓶中,定容,摇匀,备用。

3 结果

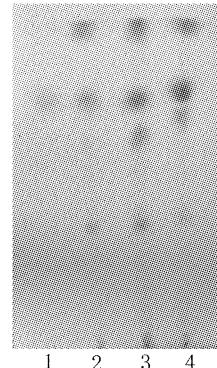
3.1 外观色泽 见表1。

3.2 牡丹皮各样品的薄层色谱分析 安徽亳州、山西和安徽铜陵牡丹皮样品的色谱图中,在与丹皮酚标准品相应的位置上,显相同颜色的斑点,符合文献[1]¹⁶¹的标准。见图1。

3.3 不同产地牡丹皮样品的成分及含量测定 3 批样品水分均符合文献[1]¹⁶¹标准;山西样品灰分略

表1 不同牡丹皮样品的外观色泽

样品产地	外观色泽
安徽铜陵	黑丹皮段,外皮黄褐色,切面淡粉色,皮内面可见结晶
安徽亳州	黑丹皮段,外皮紫黑色,切面白色,皮内面可见结晶
山西	黑丹皮段,外皮黄褐色,切面淡黄棕色,皮内面可见结晶



注:1为丹皮酚对照品;2为安徽亳州样品;3为山西样品;4为安徽铜陵样品

图1 牡丹皮各样品的薄层色谱图

高于文献[1]¹⁶¹标准($\leqslant 5.0\%$);醇浸出物含量:安徽铜陵牡丹皮>山西牡丹皮>安徽亳州牡丹皮;丹皮酚含量:安徽铜陵牡丹皮>安徽亳州牡丹皮>山西牡丹皮;丹皮总苷含量:安徽铜陵牡丹皮>安徽亳州牡丹皮>山西牡丹皮;丹皮多糖含量:安徽铜陵牡丹皮>山西牡丹皮>安徽亳州牡丹皮。见表2、表3。3种产地牡丹皮样品中丹皮酚、丹皮总苷和游离苯甲酸含量的高效液相色谱图见图2—4。

表2 不同牡丹皮样品的常规成分($n=2$)

样品产地	水分/%	灰分/%	醇浸出物/%
安徽铜陵	6.96	4.68	23.85
安徽亳州	12.60	4.68	18.42
山西	11.62	6.94	21.95

表3 不同牡丹皮样品丹皮酚、丹皮总苷、丹皮多糖的含量($n=2$)

样品产地	丹皮酚/%	丹皮总苷/%	丹皮多糖/%
安徽铜陵	2.14	2.47	5.54
安徽亳州	1.94	2.11	2.81
山西	1.86	1.89	4.27

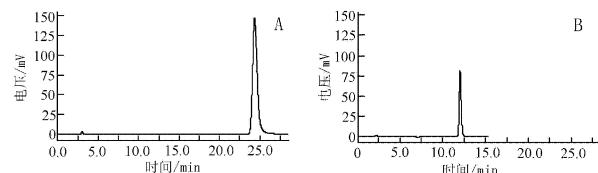
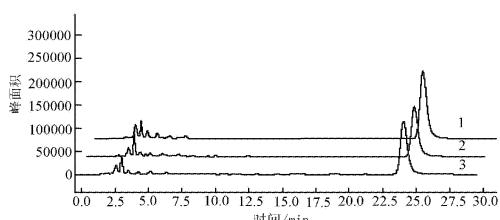
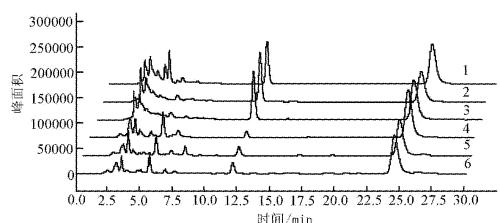


图2 丹皮酚对照品(A)和苯甲酸对照品(B)高效液相色谱图



注:1为铜陵产牡丹皮,2为亳州产牡丹皮,3为山西产牡丹皮。

图3 3种产地牡丹皮样品中丹皮酚的高效液相色谱图



注:1和4为铜陵产牡丹皮,2和5为亳州产牡丹皮,3和6为山西产牡丹皮。

图4 3种产地牡丹皮样品中丹皮总苷(1-3)和游离苯甲酸(4-6)的高效液相色谱图(230 nm)

4 讨论

所有样品的含量测定结果均是除去水分后计算得到。通过牡丹皮各样品的比较,安徽亳州牡丹皮和铜陵牡丹皮的样品水分、灰分、醇浸出物均符合文献[1]¹⁶¹的标准,山西样品灰分略高于文献[1]¹⁶¹标准($\leqslant 5.0\%$),铜陵样品的醇浸出物含量最高,山西和安徽亳州样品次之。

文献[1]¹⁶¹中对牡丹皮药材及饮片的质量控制仅局限于单指标成分丹皮酚的含量测定。根据现代药理学研究发现,牡丹皮中的丹皮总苷具有肝脏保护作用^[4-5],还具有功能依赖性调节小鼠体液和细胞

免疫的功能^[6];丹皮多糖具有较明显的降血糖作用,并对糖尿病并发症有一定的改善作用^[7-8]。因此,应该对牡丹皮中丹皮总苷和多糖进行含量测定,以全面考察不同产地牡丹皮饮片的质量。

牡丹皮各样品丹皮酚、丹皮总苷、丹皮多糖的含量差异较大,安徽铜陵样品的丹皮酚、丹皮总苷和丹皮多糖含量明显高于其他产地。综合比较,安徽铜陵的牡丹皮样品质量最优。

参考文献:

- [1] 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,2010:52-53,62,161,附录.
- [2] 王晶. 大孔树脂分离纯化中药牡丹皮总苷和山楂总黄酮的工艺研究[D]. 哈尔滨:黑龙江中医药大学,2006:15-19.
- [3] 王国凯,刘劲松,王刚. 不同产地瓜蒌多糖的含量测定[J]. 安徽中医学院学报,2008,27(2):48-50.
- [4] 梅俏,魏伟,许建明,等. 丹皮总苷对化学性肝损伤保护作用机制[J]. 中国药理学通报,1999,15(2):176-178.
- [5] 梅俏,魏伟,许建明,等. 丹皮总苷对小鼠化学性肝损伤的影响[J]. 安徽医科大学学报,1999,34(2):86-88.
- [6] 王斌,葛志东,周爱武,等. 丹皮总苷体外对三类免疫细胞功能的影响[J]. 中国药理学通报,1999,15(1):63-65.
- [7] 洪浩,王钦茂,赵帜平,等. 丹皮多糖-2b对2型糖尿病大鼠的抗糖尿病作用[J]. 药学学报,2003,38(4):255-259.
- [8] 赵根海,沈业寿,卫自,等. 丹皮多糖2b对糖尿病大鼠血流变学影响的实验研究[J]. 中成药,2008,30(9):1270-1273.

(收稿日期:2011-12-22)

Quality Evaluation of Moutan Cortex Slices from Different Areas

XU Ling, JIN Chuan-shan, WU De-ling

(School of Pharmacy, Anhui College of Traditional Chinese Medicine & Anhui Key Laboratory for Modern Chinese Medicine, Anhui Hefei 230031, China)

[Abstract] Objective To evaluate the quality of Moutan cortex slices from different areas. Methods Contents of moisture, ash, extracts, paeonol, total glycosides, and polysaccharides of Moutan cortex slices from different areas were determined by chemistry and instrumental analysis method. Results The contents of active constituents in Moutan cortex slices from three different areas were significantly different. Conclusion The quality of Moutan cortex slices from Anhui Tongling is the best among the three samples of different areas.

[Key words] Moutan cortex; quality evaluation; slices