

不同产地赤小豆药材水分、总灰分、水溶性浸出物、杂质的测定

林善远 刘光明 彭瑞松
(广东省新兴中药学校, 新兴, 527400)

摘要 目的: 对不同产地赤小豆药材水分、总灰分、水溶性浸出物和杂质进行测定。方法: 按照《中华人民共和国药典》2010 年版(一部)附录 IX H 水分法(烘干法)、附录 IX K 灰分测定法、附录 XA 浸出物测定法及附录 IX A 杂质检查法测定。结果: 市售 12 批赤小豆药材, 水分测定结果最高值为 13.64%, 最低值为 10.12%, 平均值为 11.96%; 总灰分测定结果最高值为 4.36%, 最低值为 3.61%, 平均值为 3.90%, 水溶性浸出物测定结果最高值为 24.32%, 最低值为 18.16%, 平均值为 20.73%; 杂质测定结果最高值为 1.11%, 最低值为 0.67%, 平均值为 0.90%。结论: 为进一步完善赤小豆药材质量标准提供依据。

关键词 赤小豆; 水分; 总灰分; 水溶性浸出物; 杂质含量

Determination of Moisture, Total Ash, Water-soluble Extractives and Impurities in Vignae Semen Produced In Different Areas

Lin Shanyuan, Liu Guangming, Peng Ruisong

(Xin Xing Chinese Medicine School in Guang Dong Province, Xinxing 527400, China)

Abstract Objective: To determine the contents of the moisture, total ash, water-soluble extract and impurities content of Vignae Semen produced in different areas. **Methods:** The contents were determined according to water determination method (drying) in Appendix IX H, ash detection in Appendix IX K, extractives determination in Appendix XA and impurities determination in Appendix IX A of the 2010 edition of "Chinese Pharmacopoeia". **Results:** The average moisture content of the 12 batches of commercially available Vignae Semen was 11.96%, and the highest was 13.64%, and the lowest was 10.12%. The total ash average content was 3.90%, and the highest was 4.36%, and the lowest was 3.61%. The average content of water-soluble extract was 20.73%, and the highest was 24.32% and the lowest was 18.16%. The average content of impurities was 0.90%, and the highest was 1.11% and the lowest was 0.67%. **Conclusion:** These data provide the quality standards basis for further establishment and improvement of Vignae Semen.

Key Words Vignae Semen; Moisture; Total ash; Water-soluble extractives; Impurities extract; Content

中图分类号: R284.1 文献标识码: A doi: 10.3969/j.issn.1673-7202.2014.01.035

赤小豆始载于《神农本草经》^[1], 为豆科植物赤小豆 *Vigna umbuata Ohwi et Ohashi* 或赤豆 *Vigna angularis Ohwi et Ohashi* 的干燥成熟种子^[2]。其性平, 味甘, 归心、小肠经, 具有利水消肿、利湿退黄、解毒排脓等功效, 用于水肿、肾炎、热毒痈肿等病症^[3], 外敷治疗急性淋巴结炎^[4]。文献记载含总黄酮、总三萜、淀粉、儿茶素、吡喃葡萄糖苷等成分^[5-10]。现收载于 2010 年版《中华人民共和国药典》(以下简称《中国药典》)一部, 但质量标准只有性状鉴别、显微鉴别、水分和总灰分测定, 未能全面反映和评价赤小豆药材的质量。为此, 我们收集了市售 12 批不同产地赤小豆药材, 按照《中国药典》2010 年版(一部)附录要求对其水分、总灰分、水溶性浸出物和杂质等进行测定, 旨在为完善赤小豆的药材质量标准提供依据。

1 材料与仪器

1.1 材料 收集产自吉林、浙江、贵州、江西、广东、四

川、广西、云南等地的赤小豆样本, 共 12 个, 均经广东省新兴中药学校彭瑞松副主任中药师鉴定为豆科植物赤小豆 *Vigna umbuata Ohwi et Ohashi* 或赤豆 *Vigna angularis Ohwi et Ohashi* 的干燥成熟种子。

1.2 仪器 DHG-9140A/JY-010 电热恒温干燥箱(上海鸿都电子科技有限公司); SX2-4-10 箱式电阻炉(沈阳市节能炉厂); MODEL XSP-2CBA 生物显微镜(上海光学仪器五厂); KQ-300D 中国超声仪专业清洗仪器(东莞市科桥超声波设备有限公司); FA2004B/JY-001 电子天平(上海越平科学仪器有限公司); FW315 中草药粉碎机(天津泰斯特仪器有限公司)。

2 方法与结果

2.1 赤小豆药材的水分测定^[2] 取赤小豆药材样本 1~12 号, 粉碎成细粉, 过 2 号筛, 分别称重约 2.0 g, 平铺于干燥至恒重的扁形称瓶中, 厚度不超过 5 mm, 精

密称定,打开瓶盖在 105 ℃干燥 5.5 h,将瓶盖盖好,移置干燥器中,冷却 30 min,精密称定重量,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 为止。根据减失的重量,计算样本中含有水分的百分数。结果见表 1。

2.2 赤小豆药材的总灰分测定^[2] 取赤小豆药材样本 1~12 号,粉碎成细粉,过 2 号筛,分别称重约 4.0 g,精密称定,置灼热至恒重的坩埚中,称定重量,缓缓加热,至完全碳化时,逐渐升高温度至 550 ℃,使完全碳化至恒重。根据残渣量,计算样品总灰分的含量(%)。结果见表 1。

2.3 赤小豆药材浸出物测定^[2] 取赤小豆药材样本 1~12 号,粉碎成细粉,过 2 号筛,称重约 4.0 g,精密称定,精密称定,置 100 mL 的锥形瓶中,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,用真空抽滤器滤过,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,迅速精密称定重量。除另有规定外,以干燥品计算供试品中水溶性浸出物的含量(%)。结果见表 1。

2.4 赤小豆药材的杂质检查 取赤小豆药材样品 1~12 号,按《中国药典》一部附录 IX A 杂质检查法检查,结果见表 1。

表 1 赤小豆药材水分、总灰分、水溶性浸出物和杂质测定结果

样品	产地	水分(%)	总灰分(%)	水溶性浸出物(%)	杂质(%)
1	广东	12.35	3.92	18.56	0.98
2	广东	13.21	3.86	19.21	0.87
3	广西	11.86	3.80	20.05	1.09
4	广西	11.64	3.79	19.70	1.11
5	贵州	10.56	4.21	21.31	0.86
6	贵州	11.63	4.15	19.21	0.67
7	云南	12.54	4.36	18.16	0.76
8	云南	12.36	3.67	21.10	1.05
9	吉林	10.12	3.65	24.32	0.75
10	浙江	13.64	3.61	23.36	0.96
11	四川	11.24	3.45	21.56	0.71
12	江西	12.41	4.32	22.21	0.82

3 讨论

1)中药的含水量直接影响药材的质量^[11],中药材在贮存过程中出现的虫害、霉变、潮解、风化、走味等变质现象多与其有关,因此,要重视中药含水量的研究和管理。根据不同产地赤豆药材 12 批样品测定结果分析,水份含量测定结果最高值为 13.64%,最低值为 10.12%,平均值为 11.96%,符合 2010 年版《中国药

典》要求,说明赤小豆药材总体质量较好。

2)中药材的灰分含量是中药材质量的重要因素之一^[12],测定中药材总灰分可反映中药材的纯度。本次测定 12 批赤小豆药材,其结果最高值为 4.36%,最低值为 3.61%,平均值为 3.90%,均未超出 2010 年版《中国药典》规定,说明其质量合格。

3)水溶性浸出物测定可充分反应药材的内在质量,是确保其疗效确切、质量可靠的有效手段。中药材的浸出物含量测定作为控制其质量标准已经得到广泛应用^[13-15]。采用《中国药典》法测定不同产地赤豆药材中浸出物含量和杂质检查均未见报道,本文首次使用药典法对其进行测定,根据所测结果,水浸出物测定结果最高值为 24.32%,最低值为 18.16%,平均值为 20.73%;杂质测定结果最高值为 1.11%,最低值为 0.67%,平均值为 0.90%。建议赤小豆药材水溶性浸出物不低于 18.0% 为宜,杂质不高于 1.5% 为宜。

参考文献

[1] 赵志远. 最新中草药真伪鉴别[M]. 北京:中国电子音像出版社, 2003:385-387.

[2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:147.

[3] 黄兆胜. 中药学[M]. 北京:人民卫生出版社,2002:201-202.

[4] 金喻,刁娟娟,王媛媛,等. 赤小豆方外敷治疗急性淋巴结炎[J]. 现代中医药,2013,33(1):43-44.

[5] 卫莹芳,闫婕,王化东,等. 赤小豆总黄酮分光光度分析方法建立及全国不同产地药材含量测定[J]. 时珍国医国药,2010,21(11):2729.

[6] 闫婕,卫莹芳,龙飞,等. 不同产地赤小豆总三萜的含量测定及品质评价[J]. 第二军医大学学报,2003,23(2):213-217.

[7] 赵桂琴,董俊兴. 赤小豆三萜皂苷类化学成分研究[J]. 中国中药杂志,2008,33(1):38-42.

[8] 穆合塔尔. 卡德尔哈孜,王海涛,屠鹏飞. RP-HPLC 测定中药赤小豆中儿茶素-7-O-β-D-吡喃葡萄糖苷的含量[J]. 中国药理学杂志,2011,46(10):778-780.

[9] 张元超,李伟雄,黄立新. 赤小豆淀粉性质的研究[J]. 食品科学,2006,27(3):44-47.

[10] 戴聪杰,龚梅桂. 赤豆与赤小豆的营养分析及比较[J]. 粮油加工,2010,(9):61-64.

[11] 傅泉炎. 中药含水量与中药仓储质量的关系[J]. 中国药业,2012,11(5):70-70.

[12] 姚丽红. 谈中药材的灰分含量[J]. 基层中药志,1996,10(3):24-25.

[13] 李洁. 不同产地半枝莲中浸出物含量的比较研究[J]. 中华中医药学刊,2007,25(6):1207-1208.

[14] 童巧珍,赵四清,周日宝,等. 对不同种植方法白扁豆中浸出物含量测定的研究[J]. 湖南中医学院学报,2005,25(2):19-20.

[15] 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,2010,7(13):67-68.