

杠板歸

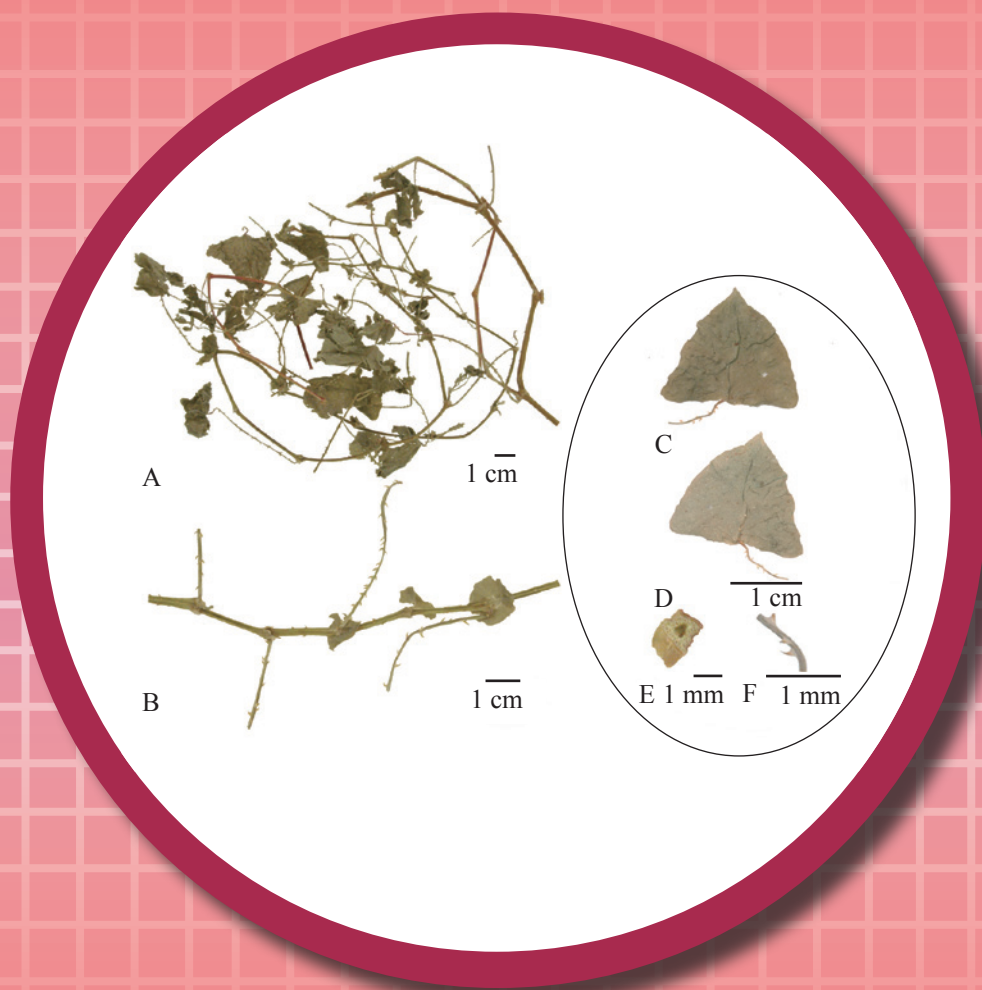


圖 1 杠板歸外觀圖

- A. 杠板歸 B. 地上部分放大圖
C. 葉上表面 D. 葉下表面
E. 莖橫切面放大圖 F. 鈎刺放大圖

1. 名稱

藥材正名：Polygoni Perfoliati Herba

中文名：杠板歸

中文拼音：Gangbangui

2. 來源

本品為蓼科植物杠板歸 *Polygonum perfoliatum* L. 的乾燥地上部分。夏季開花時採割，除去雜質，曬乾。

3. 性狀

本品莖略呈方柱形，有棱角，多分枝，直徑可達 2.3 mm。表面紫紅色至紫棕色，棱角上有倒生鉤刺，節略膨大，節間長 2-6 cm，斷面纖維性，黃白色，有髓或中空。單葉互生，有長柄，盾狀著生；葉片多皺縮，完整者呈近等邊三角形，灰綠色至紅棕色，下表面葉脈和葉柄均有倒生鉤刺；托葉鞘包於莖節上或脫落。短穗狀花序頂生或生於莖上部葉腋，苞片圓形，花小，多萎縮或脫落。氣微，莖味淡，葉味酸(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別(附錄 III)

橫切面

莖：表皮由 1 列細胞組成。厚角組織由多層斜方形，長方形或類方形細胞組成，有時破碎。皮層狹窄，由 3-5 列細胞組成。有時表皮細胞和皮層細胞含紅棕色物。中柱鞘纖維連續成環，細胞壁厚，木化。韌皮部由數列細胞組成。形成層可見。導管大，單個或 3-5 個成群。薄壁細胞可見草酸鈣簇晶。髓部細胞大，有時成空腔 [圖 2 (i)]。

葉：上表皮和下表皮各 1 列細胞。上表皮下有數列厚角細胞，下表皮有時可見數列厚角細胞。韌皮纖維成束。草酸鈣簇晶可見。韌皮部由數列小型類方形薄壁細胞組成。導管微木化。葉肉可見紅棕色物 [圖 2 (ii)]。

粉末

黃綠色至棕綠色。草酸鈣簇晶有時散在，類圓形至圓形，直徑 17-62 μm ；偏光顯微鏡下呈多彩狀。下表皮垂周壁波狀彎曲。氣孔多為平軸式，有時不定式，副衛細胞 2-3 個。導管多為螺紋和具緣紋孔，直徑 4-80 μm 。鉤刺大多破碎，由斜方形，長方形或類方形細胞組成(圖 3)。

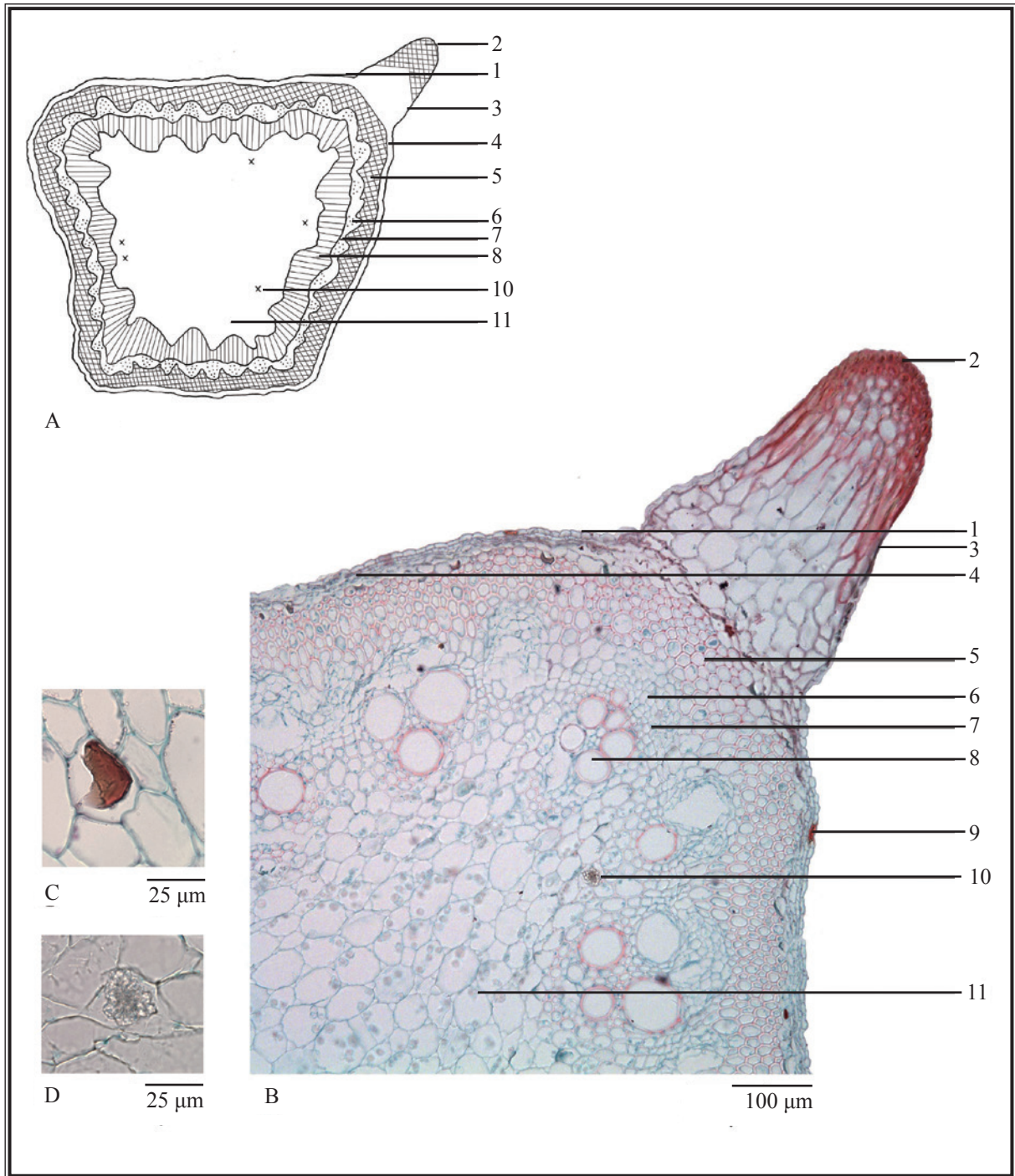


圖 2(i) 杠板歸莖橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 紅棕色物 D. 草酸鈣簇晶

1. 表皮 2. 厚角組織 3. 鉤刺 4. 皮層 5. 中柱鞘纖維 6. 韌皮部 7. 形成層
8. 木質部 9. 紅棕色物 10. 草酸鈣簇晶 11. 髓

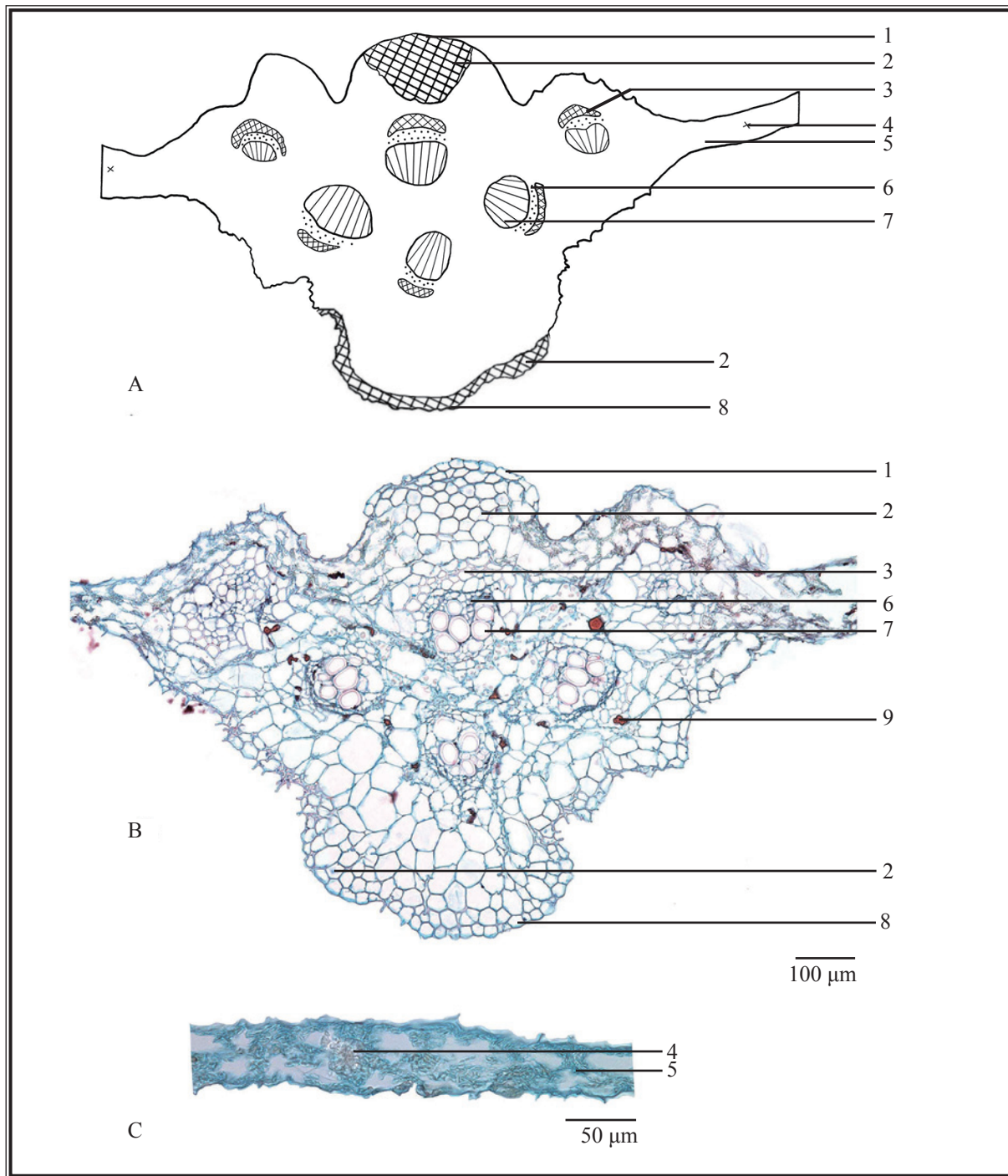


圖 2(ii) 杠板歸葉橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖(中脈及葉片) C. 葉片橫切面放大圖

- 1. 上表皮 2. 厚角組織 3. 韌皮纖維 4. 草酸鈣簇晶
- 5. 海綿組織 6. 韌皮部 7. 木質部 8. 下表皮 9. 紅棕色物

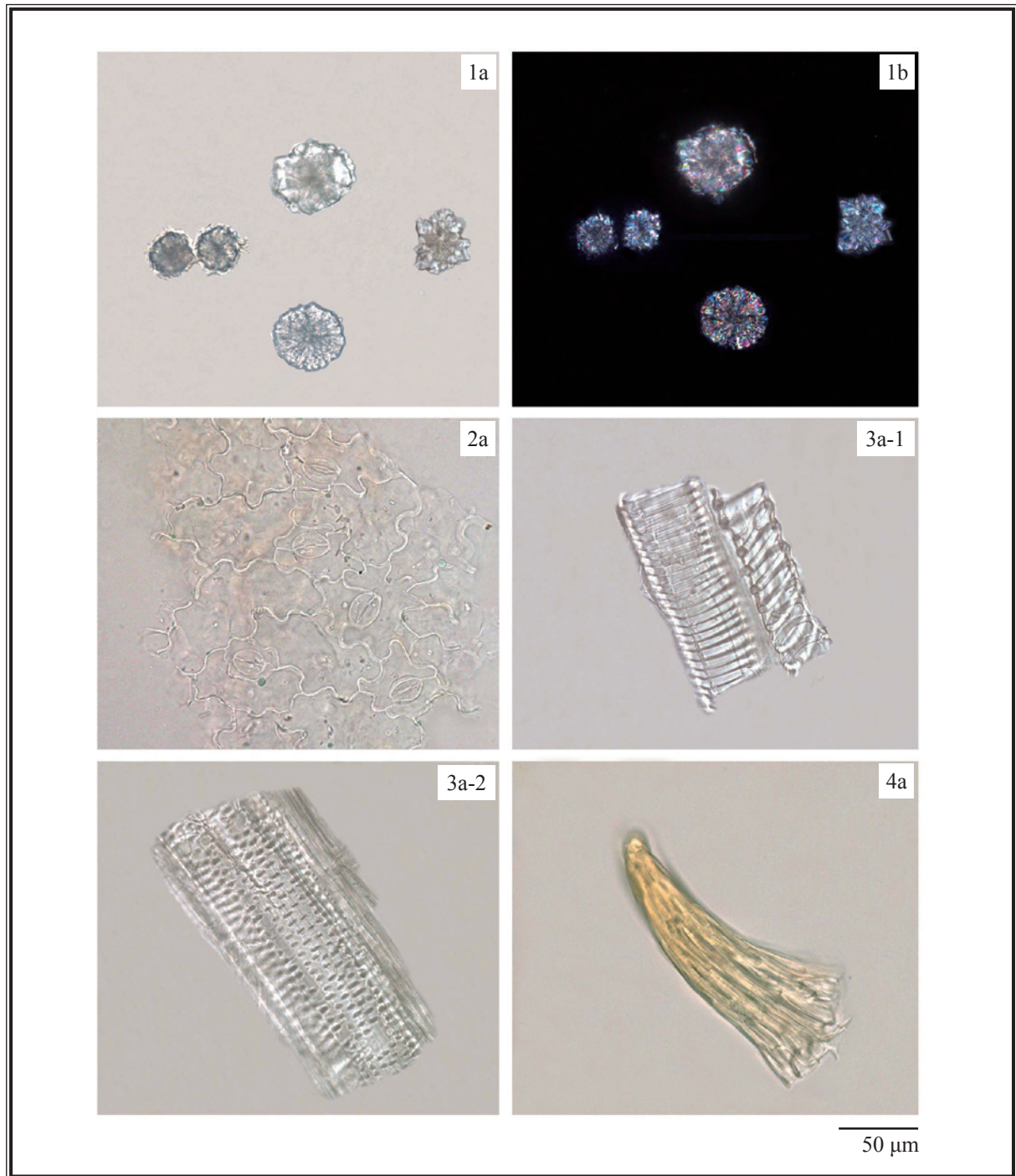


圖 3 杠板歸粉末顯微特徵圖

1. 草酸鈣簇晶 2. 下表皮細胞及氣孔 3. 導管(3-1 螺紋導管, 3-2 具緣紋孔導管)
4. 鉤刺碎片

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

對照品溶液

槲皮素 3-O- β -D- 葡萄糖醛酸苷對照品溶液

取槲皮素 3-O- β -D- 葡萄糖醛酸苷對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 70% 乙醇中。

展開劑

製備乙酸乙酯－丁酮－甲醇－水－甲酸(6:2:1:1:0.5, v/v)的混合溶液。

顯色劑

取三氯化鋁 1 g，溶解於 100 mL 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 錐形瓶中，加 70% 甲醇 20 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘。濾過，取濾液轉移於 50-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 1 mL 70% 乙醇，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取槲皮素 3-O- β -D- 葡萄糖醛酸苷對照品溶液 1 μ L 和供試品溶液 0.5 μ L，點於同一高效硅膠 F₂₅₄ 薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約 5 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 105°C 加熱(約 5 分鐘)。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

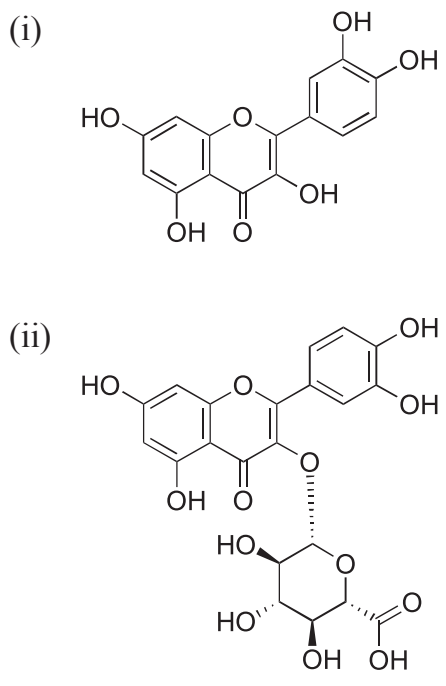


圖 4 化學結構式 (i) 槲皮素 (ii) 槲皮素 3-O-β-D-葡萄糖醛酸苷

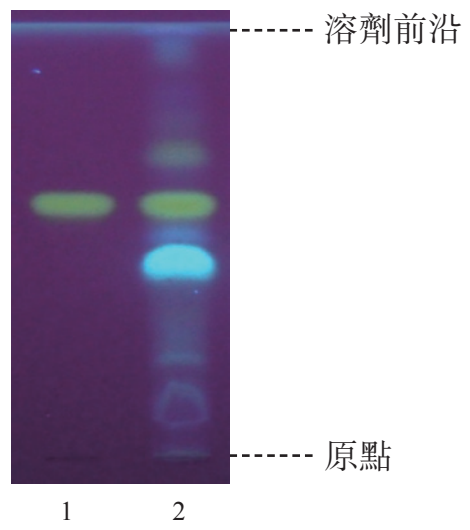


圖 5 杠板歸提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)

1. 槲皮素 3-O-β-D-葡萄糖醛酸苷對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與槲皮素 3-O-β-D-葡萄糖醛酸苷色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶 (圖 5)。

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

對照品溶液

槲皮素 3-O- β -D- 葡萄糖醛酸苷對照品溶液 Std-FP (50 mg/L)

取槲皮素 3-O- β -D- 葡萄糖醛酸苷對照品 2.5 mg，溶解於 50 mL 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加 70% 甲醇 10 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 5000 \times g)。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併濾液，加 70% 甲醇至刻度。用 0.45- μ m 微孔濾膜(RC)濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 305 nm；4.6 \times 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μ m) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下(表 1)：

表 1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	甲醇 (%, v/v)	0.5% 磷酸 (%, v/v)	洗脫
0 – 45	30 \rightarrow 68	70 \rightarrow 32	綫性梯度

系統適用性要求

吸取槲皮素 3-O- β -D- 葡萄糖醛酸苷對照品溶液 Std-FP 10 μ L，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：槲皮素 3-O- β -D- 葡萄糖醛酸苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；槲皮素 3-O- β -D- 葡萄糖醛酸苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按槲皮素 3-O- β -D- 葡萄糖醛酸苷峰計算應不低於 18000。

供試品測試中 3 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取槲皮素 3-O- β -D- 葡萄糖醛酸苷對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中槲皮素 3-O- β -D- 葡萄糖醛酸苷峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 個特徵峰(圖 6)的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相應對照品溶液 Std-FP 色譜圖中槲皮素 3-O- β -D- 葡萄糖醛酸苷峰的保留

時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中槲皮素 3-O-β-D-葡萄糖醛酸苷峰。二色譜圖中槲皮素 3-O-β-D-葡萄糖醛酸苷峰的保留時間相差應不大於 2.0%。按附錄 XII 公式計算特徵峰的相對保留時間。

杠板歸提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 杠板歸提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍

峰號	相對保留時間	可變範圍
1	0.38	± 0.03
2	0.53	± 0.03
3 (指標成份峰， 槲皮素 3-O-β-D-葡萄糖醛酸苷)	1.00	-
4	2.00	± 0.05

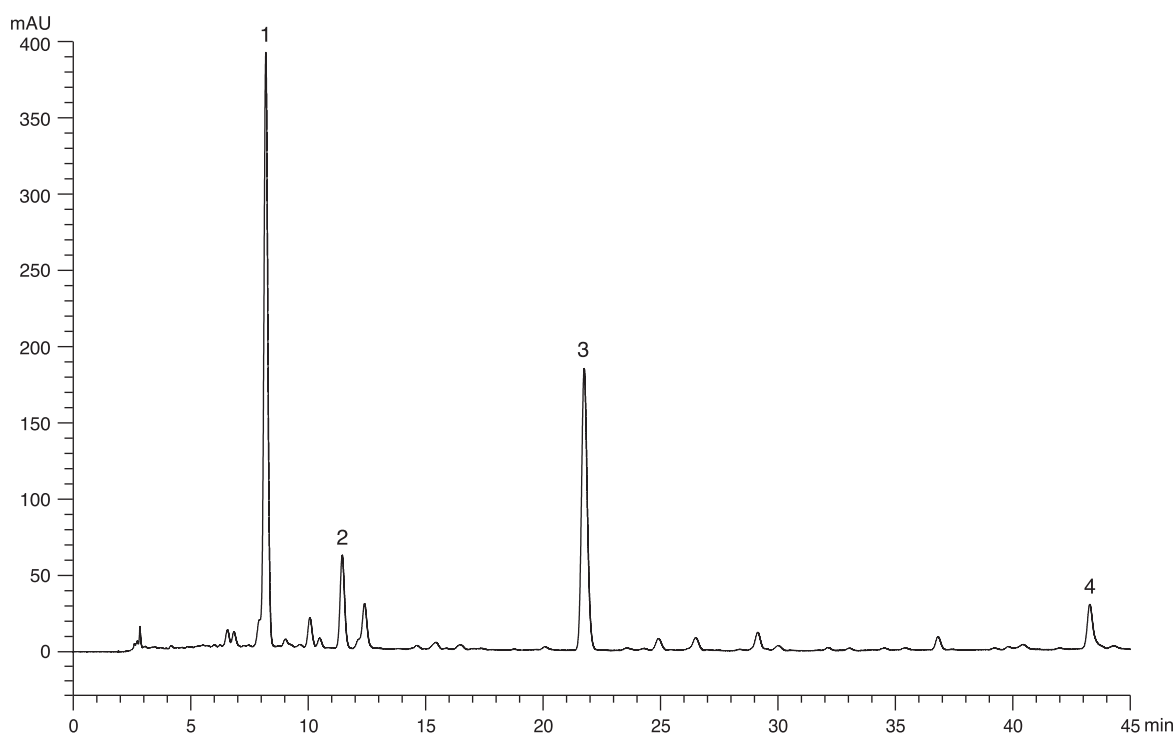


圖 6 杠板歸提取液對照指紋圖譜

供試品色譜圖中應有與對照指紋圖譜相對保留時間範圍內一致的 4 個特徵峰(圖 6)。

5. 檢查

5.1 重金屬(附錄 V)：應符合有關規定。

5.2 農藥殘留(附錄 VI)：應符合有關規定。

5.3 霉菌毒素(附錄 VII)：應符合有關規定。

5.4 二氧化硫殘留(附錄 XVI)：應符合有關規定。

5.5 雜質(附錄 VIII)：不多於 1.0%。

5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於 9.0%。

酸不溶性灰分：不多於 1.0%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 10.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 13.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 12.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

槲皮素對照品儲備液 *Std-Stock* (500 mg/L)

精密稱取槲皮素對照品 5.0 mg (圖 4)，溶解於 10 mL 甲醇中。

槲皮素對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取槲皮素對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含槲皮素分別為 2、10、50、100、150 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 1.0 g，置 100-mL 圓底燒瓶中，加甲醇 32 mL 和鹽酸 8 mL，加熱回流 2 小時(約 90°C)，冷卻至室溫。取提取液轉移於 50-mL 離心管中，離心 10 分鐘(約 8000 × g)。取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，加甲醇至刻度。用 0.45-μm 微孔濾膜(RC)濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 370 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm)填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下(表 3)：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	甲醇 (%, v/v)	0.5% 磷酸 (%, v/v)	洗脫
0 – 30	50 → 80	50 → 20	綫性梯度

系統適用性要求

將槲皮素對照品溶液 Std-AS (50 mg/L) 10 μL，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：槲皮素的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；槲皮素峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按槲皮素峰計算應不低於 14000。

供試品測試中槲皮素峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將槲皮素系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以槲皮素的峰面積與相應濃度作圖。從相應 5 點的標準曲綫得斜率、截距與相關系數。

操作程序

將供試品溶液 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與槲皮素對照品溶液 Std-AS 色譜圖中槲皮素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中槲皮素峰。二色譜圖中槲皮素相應峰的保留時間相差應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV (B) 公式計算供試品溶液中槲皮素的濃度(mg/L)，並計算樣品中槲皮素的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含槲皮素(C₁₅H₁₀O₇)不少於 0.20%。