

· 资源与鉴定 ·

## 不同采收期皱皮木瓜质量动态分析

齐红<sup>1</sup>, 王云<sup>1</sup>, 郭庆梅<sup>2\*</sup>, 周凤琴<sup>2</sup>, 李圣波<sup>3</sup>

(1. 济南市食品药品检验检测中心, 济南 250102; 2. 山东中医药大学, 济南 250355;  
3. 山东亚特生态技术有限公司, 山东 临沂 266071)

**[摘要]** **目的:**考察不同采收期皱皮木瓜外观特征与内在多元药效成分的动态变化规律,探讨皱皮木瓜药材的最佳采收期。**方法:**观察不同采收期皱皮木瓜果实外观特征包括表面颜色、长度、直径及质量变化,采用高效液相色谱法、紫外分光光度法等对在绿原酸、齐墩果酸、熊果酸、鞣质及总有机酸含量进行测定,用主成分分析法(principal component analysis, PCA)进行综合评价。**结果:**不同采收期皱皮木瓜果实外观特征及内在多元药效物质的含量呈现动态变化,综合评价显示,8月下旬采收的样品综合评价指数最高。**结论:**综合分析认为8月中下旬为皱皮木瓜药材最佳采收期,此时果实表面颜色由绿色变为绿黄色。该研究可为皱皮木瓜药材采收、质量评价等提供一定科学依据。

**[关键词]** 皱皮木瓜; 药效成分; 动态分析; 主成分分析法

**[中图分类号]** R282.2 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2017)02-0019-04

**[doi]** 10.13422/j.cnki.syfjx.2017020019

**[网络出版地址]** <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20161107.1504.030.html>

**[网络出版时间]** 2016-11-07 15:04

## Dynamic Quality Analysis of Chaenomelis Fructus in Different Harvesting Periods

QI Hong<sup>1</sup>, WANG Yun<sup>1</sup>, GUO Qing-mei<sup>2\*</sup>, ZHOU Feng-qin<sup>2</sup>, LI Sheng-bo<sup>3</sup>

(1. *Ji'nan Supervision and Inspection Center for Food and Drug Control, Ji'nan 250102, China;*  
2. *Shandong University of Traditional Chinese Medicine, Ji'nan 250355, China;*  
3. *Shandong Yate Eco-tech Co. Ltd., Linyi 266071, China*)

**[Abstract]** **Objective:** To study the dynamic change rules of fruit appearance and medicinal ingredients in Chaenomelis Fructus in different harvesting periods, and explore the optimal harvesting period of Chaenomelis Fructus. **Method:** The fruit appearance characteristics of Chaenomelis Fructus in different harvesting periods were studied, including the changes of fruit surface color, length, diameter and weight; the contents of chlorogenic acid, oleanolic acid, ursolic acid, tannin and total organic acid were determined by HPLC and UV, and principal component analysis (PCA) was used for comprehensive evaluation. **Result:** There were dynamic changes of fruit appearance characteristics and medicinal ingredients in Fructus Chaenomelis, and PCA results showed that the quality of samples collected in the end of August were better than others. **Conclusion:** Comprehensive analysis showed that the optimal harvesting period is mid-to-late August. At this time, the color of fruit surface was changing from green to yellow. The study results could provide certain scientific basis for harvesting and quality evaluation of Fructus Chaenomelis.

**[Key words]** Chaenomelis Fructus; medicinal ingredients; dynamic analysis; principal component analysis

**[收稿日期]** 20160221(011)

**[基金项目]** 国家科技支撑计划项目(2011BAI06B06);山东省科技发展计划项目(2011GSF11904);济南市科学技术项目(201511106)

**[第一作者]** 齐红,博士,主管药师,从事中药质量分析研究, Tel:18906419028, E-mail:413281094@qq.com

**[通讯作者]** \*郭庆梅,博士,教授,从事中药质量分析与资源开发研究, Tel:13864149262, E-mail:mqguo@sina.com

皱皮木瓜主产于安徽、四川、山东、浙江、湖北、云南等地<sup>[1]</sup>。味酸性温,归肝脾经,具有平肝舒筋、和胃化湿等功效。现代研究表明,皱皮木瓜具有保肝<sup>[2]</sup>、抗肿瘤<sup>[3]</sup>、抗炎镇痛<sup>[4]</sup>、祛风湿及抗氧化等作用<sup>[5-6]</sup>,药效成分主要为有机酸、三萜、氨基酸、鞣质、糖类等<sup>[7-9]</sup>。

《中国药典》2015 年版一部规定皱皮木瓜为“近成熟果实,夏、秋二季果实绿黄时采收”;而文献关于皱皮木瓜的采收期存在一定争议,如《中药鉴别手册》<sup>[10]</sup>描述为“果实成熟时采收”;靳李娜等<sup>[11]</sup>研究发现资丘木瓜最佳采收期在 7 月中旬;彭华胜等<sup>[12]</sup>调查发现皱皮木瓜的采收时间随各产区气候,海拔高度不同略有差异;李娜等<sup>[13]</sup>认为宣木瓜的最佳采收期为 7 月上旬至中旬。

为进一步探讨皱皮木瓜药材的最佳采收期,本研究对不同采收期的皱皮木瓜进行动态观察,首次采用了果实外观特征变化与内在多元药效成分相结合的方法,综合考察皱皮木瓜质量动态变化情况,并采用 PCA 对多元药效成分进行了综合评价,旨在确定皱皮木瓜药材的最佳采收期提供试验依据,保证药材质量稳定可控。

## 1 材料

LC-20A 型高效液相色谱仪,SPD-10Avp 检测器(LC-solution 色谱工作站),UV-2501 型紫外分光光度计(日本岛津公司);KB-500DB 型数控超声波清洗器(昆山禾创超声有限公司);AE 240 型分析天平(瑞士梅特公司);SHA-B 型水浴恒温振荡器(江苏省金坛市荣华仪器制造有限公司)。

对照品绿原酸、齐墩果酸、熊果酸、没食子酸(含量均 > 90.1%) (中国食品药品检定研究院,批号分别为 110753-200413, 110709-201206, 110742-200519, 110831-201204);乙腈、甲醇为色谱纯(德国默克公司);饮用纯净水;其余试剂为分析纯。

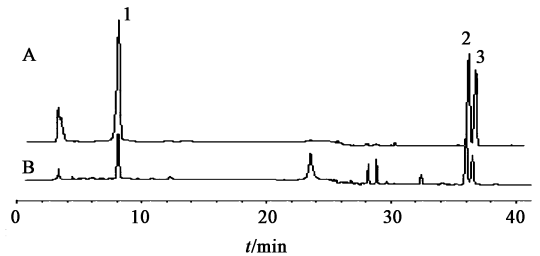
根据前期对山东临沂亚特药用植物生态园木瓜植株生长过程及果实发育情况的观察,皱皮木瓜不同采收期分别为 2014 年 8 月 1 日(S1),8 月 10 日(S2),8 月 19 日(S3),8 月 27 日(S4),9 月 7 日(S5),9 月 15 日(S6),9 月 24 日(S7),采样植株为 13 年生植株;每次随机选取 5 个果实;所有样品经山东中医药大学中药资源鉴定教研室郭庆梅教授鉴定为贴梗海棠 *Chaenomeles speciosa* 的果实。留样凭证保存于山东中医药大学中药资源鉴定教研室。

## 2 方法

**2.1 外观特征指标测定** 每个皱皮木瓜果实观察

表面颜色并测定 3 个特征指标:果实质量、果实长度、果实直径,取其平均值。

**2.2 皱皮木瓜中齐墩果酸、熊果酸、绿原酸含量测定** 参照齐红<sup>[14]</sup>的试验方法进行测定。HPLC 色谱图见图 1。



A. 对照品;B. 样品;1. 绿原酸;2. 齐墩果酸;3. 熊果酸

图 1 皱皮木瓜样品及对照品 HPLC

Fig. 1 Sample and standard HPLC chromatogram of Fructus Chaenomelis

**2.3 皱皮木瓜中总有机酸含量测定** 参照刘晓棠<sup>[15]</sup>的试验方法进行测定。

**2.4 皱皮木瓜中鞣质含量测定** 参照 2015 年版《中国药典》一部附录鞣质含量测定法<sup>[1]</sup>进行测定。

**2.5 数据处理方法** 数据处理主要使用 SPSS 17.0 数据处理软件。

## 3 结果与分析

**3.1 皱皮木瓜果实外观特征动态变化情况** 本研究包括了皱皮木瓜果实成长期至成熟期共 55 d,皱皮木瓜果实外在表现特征情况见表 1。

表 1 皱皮木瓜采收时间及外在表现特征

Table 1 Collecting time and appearance characteristics of Fructus Chaenomelis

No.	采样时间	表现特征
S1	2014 年 8 月 1 日	果实呈宽卵形,表面绿色,气微
S2	2014 年 8 月 10 日	果实呈宽卵形,表面绿色,局部有红晕,气微
S3	2014 年 8 月 19 日	果实呈宽卵形,表面绿色,红晕增多,气微
S4	2014 年 8 月 27 日	果实呈宽卵形,表面浅黄绿色,气微香
S5	2014 年 9 月 7 日	果实呈宽卵形,表面浅黄绿色,气微香
S6	2014 年 9 月 15 日	果实呈宽卵形,表面浅黄色,气微香
S7	2014 年 9 月 24 日	果实呈宽卵形,表面黄绿色,气微香

**3.2 皱皮木瓜果实长度、直径、质量的动态变化规律** 在采样前期即 8 月中上旬,皱皮木瓜果实直径、长度及质量增长较快,此时果实表面颜色为绿色,果实无香气。8 月下旬以后果实生长速度变缓,表面颜色逐渐泛黄,亦开始散发香气,果实成熟时表面变为黄色,香气浓郁。见图 2。

**3.3 皱皮木瓜内在药效成分的动态变化规律**

皱皮木瓜中绿原酸含量在 8 月 10 日达到最大值 0.13%, 之后一直呈缓慢下降趋势; 熊果酸含量在 8 月 19 日达到最大值 0.35%, 之后基本保持平稳至 9 月 7 日, 随着果实的发育成熟, 略呈下降趋势; 齐墩果酸含量则在 8 月初最高, 随着果实的发育逐渐

下降, 8 月下旬到 9 月初小幅回升之后又下降。熊果酸、齐墩果酸总量的变化情况为 8 月初最高, 随着果实发育呈下降趋势; 总有机酸含量为 9 月 15 日达到最高值 19.89%; 鞣质含量在 9 月 7 日达到最高值 4.07%。见图 3。

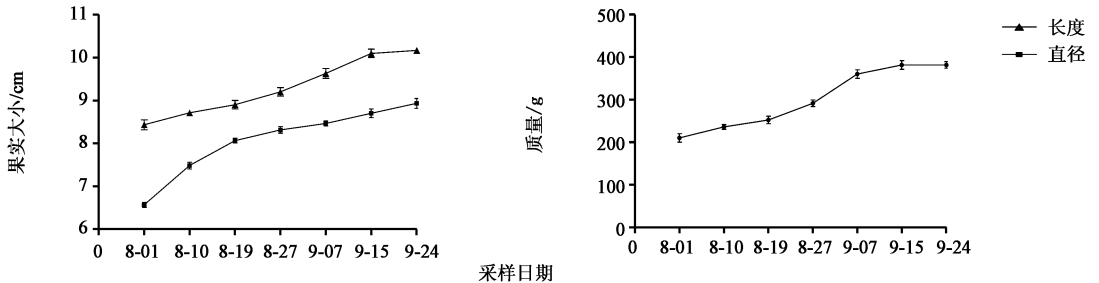


图 2 不同采收期皱皮木瓜外观性状变化趋势

Fig. 2 Dynamic appearance characteristic changes in Fructus Chaenomelis of different harvesting periods

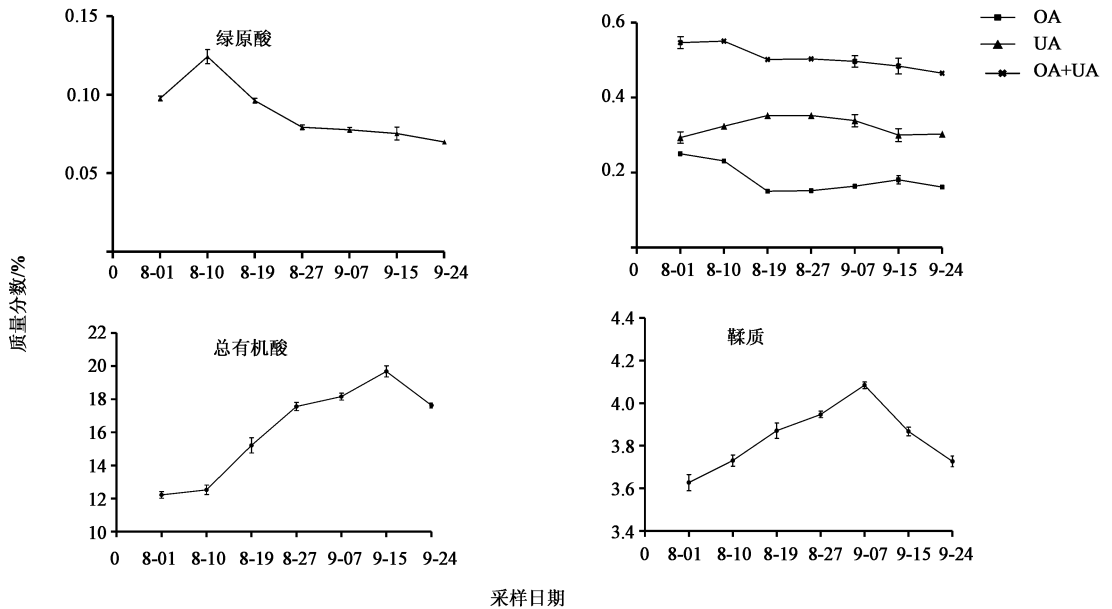


图 3 不同采收期皱皮木瓜有效成分变化趋势

Fig. 3 Dynamic effective ingredients change in Fructus Chaenomelis of different harvesting periods

### 3.4 PCA 用于不同采收期皱皮木瓜的质量评价

采用 SPSS 17.0 统计软件, 对皱皮木瓜中齐墩果酸、熊果酸、绿原酸、总有机酸和鞣质 5 种成分进行主成分分析, 由表 2 可以看出特征值大于 1 的有 2 个主成分, 二者方差贡献率累积为 92.22%, 当累积贡献率达到 80% 即认为比较满意<sup>[16]</sup>, 可选取其前 2 个主成分来代表原来的 5 个变量。根据特征向量, 计算样品各自的主成分得分, 可得到主成分线性组合表达式  $F = 0.778 6F_1 + 0.219 5F_2$ , 其中  $F$  为综合得分,  $F_1$  为第一主成分,  $F_2$  为第二主成分。根据主成分的表达式可以计算出不同采收期皱皮木瓜综合

得分并排序, 综合得分分值越高, 综合品质表现越好。见表 3。

皱皮木瓜在 8 月 27 日采收的样品综合主成分  $F$  最高, 其次为 9 月 7 日采收的样品综合主成分  $F$  次之, 结合皱皮木瓜果实外观表现特征的变化, 综合考虑药效成分含量和产量的动态变化, 皱皮木瓜药材应在果实表面颜色由绿色转变为绿黄色, 即在 8 月中下旬采摘, 此时果实微有香气, 果实产量与内在药效成分的总含量均较高, 不宜过迟, 否则果实进一步成熟, 有效成分总含量下降、虫蛀明显、品质降低。

表 2 主成分全部方差解释

Table 2 Variance analysis of all principal components

主成分	初始特征值			提取平方和载入		
	合计	方差/%	累积率/%	合计	方差/%	累积率/%
1	3.599	71.985	71.985	71.985	71.985	71.985
2	1.012	20.238	92.222	20.238	92.222	20.238
3	0.299	5.979	98.201			
4	0.071	1.418	99.619			
5	0.019	0.381	100.000			

表 3 不同采收期皱皮木瓜的主成分因子及品质综合评价

Table 3 Comprehensive evaluation of principal component factors and quality of different harvesting periods

样品	$F_1$	$F_2$	$F$	排序
S1	-2.893	-0.475	-2.364	7
S2	-2.464	1.116	-1.680	6
S3	1.381	-0.012	1.076	3
S4	1.412	1.406	1.410	1
S5	1.617	0.161	1.298	2
S6	0.779	-0.795	0.434	4
S7	0.169	-1.402	-0.175	5

#### 4 讨论

本实验对山东临沂同一产地、不同采收期的皱皮木瓜药材质量进行了综合评价,结果显示皱皮木瓜药材最佳采收期为 8 月中下旬,此时果实近成熟,表面颜色由绿色变为绿黄色,果实产量与内在药效成分的总量均较高。此结论与《中国药典》2015 年版规定皱皮木瓜“为近成熟果实,夏、秋二季果实绿黄时采收”相一致,《中药大辞典》,《中华本草》亦描述为“7 月到 8 月上旬木瓜外皮呈青黄色时采收”。本实验结果表明根据皱皮木瓜果实表面颜色的变化进行适时采摘是合理的。

据报道皱皮木瓜的采收时间随各产区气候,海拔高度不同略有差异,本实验结果显示果实表面颜色的变化是采收的重要指标,此结论可指导产区适时采收,以保证皱皮木瓜药材的药用质量。

本实验首次采用了皱皮木瓜果实外观特征的变化与内在多元药效成分相结合的方法,综合考察皱皮木瓜不同采收期的质量动态变化,为确定皱皮木瓜药材的最佳采收期提供了实验依据,亦为皱皮木瓜药材质量的综合评价体系的建立提供了实验基础。

#### [参考文献]

[1] 国家药典委员会. 中国人民共和国药典. 一部[M]. 北京:中国医药科技出版社,2015:57.  
[2] 曹丹,邓改改,张巧银,等. 鲜切皱皮木瓜饮片与传统饮片药理作用比较[J]. 湖北中医药大学学报,2012,

14(3):38-41.

[3] 刘爱华,田慧群,覃晓琳. 木瓜总黄酮抗肿瘤活性研究[J]. 中国药房,2014,2(7):599-601.  
[4] 李娜,金敬红,姜洪,等. 宣木瓜总有机酸的纯化及镇痛抗炎作用[J]. 中国实验方剂学杂志,2011,17(1):113-116.  
[5] CHEN Q, WEI W. Effects and mechanisms of glucosides of chaenomeles speciosa on collagen-induced arthritis in rats[J]. Int Immunopharm, 2003,3(4):593-608.  
[6] 刘捷,王文,卢奎. 皱皮木瓜多糖的提取及其抗氧化活性研究[J]. 河南工业大学学报:自然科学版,2011,32(1):48-52.  
[7] 李琼霞,李慧. 光皮木瓜与皱皮木瓜中齐墩果酸含量比较[J]. 中国民族民间医药杂志,2009,18(13):19-20.  
[8] 韩丽敏. 木瓜有效成分的研究[J]. 安徽农业科学,2009,37(23):10969-10970.  
[9] 邹传宗. 木瓜活性成分及药理作用研究概述[J]. 园艺与种苗,2012(3):55-58.  
[10] 中国药品生物制品鉴定所,中国科学院植物研究所. 中药鉴别手册. 第一册[M]. 北京:科学出版社,1997:106.  
[11] 靳李娜,覃江文,刘义梅. 资丘木瓜采收期对商品性状的影响[J]. 中国药师,2014,17(9):1519-1521.  
[12] 彭华胜,程铭恩,王德群. 药用木瓜的资源与采收加工调查[J]. 中华中医药杂志,2009,4(10):1296-1298.  
[13] 李娜,姜洪芳,金敬宏,等. 不同采收期的宣木瓜含量分析[J]. 食品研究与开发,2011,32(2):112-114.  
[14] 齐红,郭庆梅,李圣波,等. HPLC 转换波长法测定木瓜中绿原酸、齐墩果酸和熊果酸含量[J]. 山东中医杂志,2014,33(3):227-229.  
[15] 刘晓棠,张卫明,姜洪芳,等. 不同种类木瓜样品的总有机酸含量测定[J]. 食品研究与开发,2010,31(1):100-102.  
[16] 史周华. 中医药统计学与软件应用[M]. 北京:中国中医药出版社,2015:455-459.

[责任编辑 邹晓翠]