

不同产区瓜蒌子有效成分含量测定

张荣超, 辛杰, 郭庆梅, 周凤琴*
(山东中医药大学药学院, 济南 250355)

[摘要] **目的:**对国内不同产区瓜蒌子的有效成分进行比较和研究。**方法:**采用高效液相色谱法,以瓜蒌仁三醇为对照品,以甲醇-水(93:7)为流动相,检测波长 230 nm,进行有效成分测定。**结果:**测定的 45 个样品中,含量存在明显的差异,以山东平阴 025 号样品的含量最高为 0.289 1%,山东肥城 001 号样品含量最低为 0.078 1%。各个产区及产区间瓜蒌子瓜蒌仁三醇含量变化都比较大,且稳定性比较低。各产区山东长清产区的瓜蒌子瓜蒌仁三醇含量较高,且产区内容量稳定;产区间以山东肥城产区瓜蒌仁三醇平均含量最高为 0.141 7%,但其稳定性最低。**结论:**6 个主要产区的瓜蒌子平均含量均符合国家药典规定,但产区间和产区内容量均存在明显的差别,且稳定性都较低。

[关键词] 瓜蒌子;有效成分;含量测定

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)18-0071-03

[doi] 10.11653/syfy2013180071

Effective Components of Semen Trichosanthis from Different Production Regions

ZHANG Rong-chao, XIN Jie, GUO Qing-mei, ZHOU Feng-qin*

(College of Pharmacy, Shandong University of Traditional Chinese Medicine, Ji'nan 250355, China)

[Abstract] **Objective:** To study and compare the effective components of Semen Trichosanthis from different production regions. **Method:** The contents were detected by the HPLC, in 3, 29-Dibenzoyl raronitriol as reference, with methanol-water (93:7) as the mobile phase, to 230 nm as the detection wavelength. **Result:** There are significant differences of content in 45 samples, Shandong Pingyin 025 samples containing up to 0.289 1%, Shandong Feicheng 001 was 0.078 1% minimum content of the sample. The change of 3, 29-Dibenzoyl raronitriol content was relatively large, and the stability is relatively low in each region and sub-interval. The highest content from the region of Changqing, Shandong, and the contents change were stability. The average content of Shandong Feicheng areas is up to 0.141 7%, but its stability is lowest. **Conclusion:** The results indicated that the average content of the six production regions all match the standard of the national, but the difference between regions were significant, and their stability lower.

[Key words] Semen Trichosanthis; effective components; quantitative determination

栝楼为葫芦科栝楼属植物,果实入药称全栝楼、栝楼皮,种子入药称栝楼仁,块根入药称天花粉,是我国常用大宗药材之一^[1]。瓜蒌研究目前主要集中在药理和化学成分上,对于瓜蒌子的研究目前甚少^[2-3]。随着瓜蒌子的单独开发,有必要进行主要产区、主要品种的质量学考察。瓜蒌子的主要成分是栝楼仁三醇和栝楼仁二醇,2010年版《中国药典》已经对其进行了整理和收纳^[4]。本研究采用药典方法,对 6 大产区,43 个种源进行了质量学评价。

[收稿日期] 20130223(009)

[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)

[第一作者] 张荣超,硕士研究生,从事中药质量与资源研究, Tel: 15254137669, E-mail: zhrongchao@163.com

[通讯作者] *周凤琴,教授,博士生导师,从事中药鉴定学、中药商品学和中药资源学的教学与科研, Tel: 13553109263, E-mail: zfqsdzy@yahoo.com.cn

1 材料

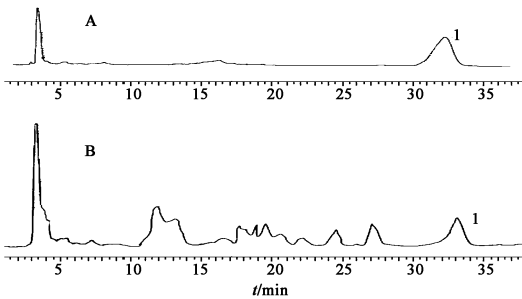
样品于 2011 年采自于全国 6 个瓜蒌产区。瓜蒌子样品经山东中医药大学周凤琴教授鉴定,确认为葫芦科栝楼属植物栝楼 *Trichosanthes kirilowii* Maxim. 的种子。

KQ-250E 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司),METTLER AE240 型精密天平(1/10 万),AK-400A 型粉碎机(温岭市奥力中药机械有限公司),HITACHI ELITE La Chrom L-2000 型高效液相仪(HITACHI Pump L-2130, HIACHI UV Detector L-2400, 日立),D-2000 ELITE Administration 色谱工作站,迪马 Diamonsil C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),SHB-Ⅲ型循环水式多用真空泵(郑州长城科工贸有限公司)。

瓜蒌仁三醇对照品(中国药品生物制剂检定所,批号 110753-200212),甲醇(色谱纯,国药集团化学试剂有限公司),二氯甲烷(分析纯),娃哈哈纯净水(杭州娃哈哈集团有限公司),蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Diamonsil C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),流动相甲醇-水(93:7),流速 1 mL·min⁻¹,检测波长 230 nm,进样量 20 μL。见图 1。



A. 对照品; B. 瓜蒌子供试品; 1. 瓜蒌仁三醇

图 1 瓜蒌子提取物 HPLC

2.2 对照品的制备 精密称取栝楼仁三醇对照品 0.100 mg 置 50 mL 量瓶中,用水溶解并加至刻度。

2.3 供试品溶液的制备 精密称取样品粗粉(40℃干燥 6 h)约 1 g,置具塞锥形瓶中,精密加入二氯甲烷 10 mL,密塞,超声处理(功率 250 W,频率 40 kHz)30 min,放冷,再称定质量,用二氯甲烷补足缺失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,过 0.45 μm 滤膜,即得^[5-11]。

2.4 标准曲线的制备 栝楼仁三醇对照品溶液用二氯甲烷稀释成分别为 2.00, 5.00, 7.50, 10.0, 15.0 mg·L⁻¹的溶液,摇匀,0.45 μm 微孔滤膜滤过,按 2.1 项色谱条件进行含量测定。以峰面积为纵坐

标,栝楼仁三醇对照品稀释液质量浓度为横坐标进行线性回归,得栝楼仁三醇线性回归方程 $Y = 1.7 \times 10^7 X - 1.6 \times 10^7$ ($r = 0.9993$),线性范围为 0.04 ~ 0.30 μg。

2.5 精密度考察 取栝楼仁三醇对照溶液(质量浓度为 2.00 mg·L⁻¹)按 2.1 项下色谱条件下进行含量测定,连续进样 6 次,RSD 0.994%,说明精密度良好。

2.6 重复性考察 称取 6 份瓜蒌子粉末,每份约 1.00 g,按 2.3 项下方法制备供试品溶液,再按 2.1 项下色谱条件进行含量测定。结果 RSD 1.87%,表明重复性良好。

2.7 稳定性考察 取瓜蒌子同一供试品溶液,分别在 0, 2, 4, 6, 8, 10 h 按 2.1 项色谱条件进行含量测定,RSD 0.66%,表明样品在 10 h 内稳定性良好。

2.8 加样回收试验考察 采用标准加入法,精密称取已测知含量的样品 6 份,分别加入一定量的对照品溶液,按 2.3 项下方法进行供试品制备,再按 2.1 项下色谱条件进行含量测定。6 份样品的平均回收率为 98.37%,RSD 0.9974%,表明该法有较好的回收率。试验结果见表 2。

表 1 瓜蒌子中瓜蒌仁三醇加样回收试验考察

No.	样品含量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1	0.102 0	0.200 0	98.00		
2	0.101 7	0.201 0	99.30		
3	0.106 4	0.203 4	97.00	98.37	0.997 4
4	0.103 5	0.201 1	97.60		
5	0.102 1	0.201 5	99.40		
6	0.102 8	0.201 7	98.90		

注:加入量均为 0.100 0 mg。

2.9 样品含量测定 按 2.3 项下制备供试品,按 2.1 项下色谱条件进行测定,进样量为 20 μL,测定不同样品瓜蒌子中栝楼仁三醇的百分含量,见表 2。

6 个主要产区的瓜蒌子含量均符合国家药典规定。其中,最高含量来自安徽潜山产区,6 个产区间进行比较,可知平均含量最高的仍是安徽潜山产区,但是含量波动范围较大,其次是瓜蒌的道地产区山东长清,平均含量为 0.130 1%,RSD 12.82%。含量最低的为山东肥城产区,仅为 0.102 4%。通过产区间比较,我们可以得出,山东长清产区的瓜蒌子瓜蒌仁三醇含量较高,且产区内含量稳定,其次是河北安国产区和安徽亳州产区。见表 3。

表2 不同产地样品瓜蒌子中栝楼仁三醇百分含量 %

No. 品种	含量	No. 品种	含量
1 山东平阴瓜蒌 001	0.146 6	24 河北安国瓜蒌 004	0.144 7
2 山东平阴瓜蒌 001-2	0.091 1	25 河北安国瓜蒌 L005	0.108 1
3 山东平阴瓜蒌 002	0.154 1	26 山东肥城瓜蒌 001	0.078 1
4 山东平阴瓜蒌 L003	0.145 2	27 山东肥城瓜蒌 002	0.278 2
5 山东平阴瓜蒌 L004	0.141 4	28 山东肥城瓜蒌 003	0.124 3
6 山东平阴瓜蒌 006	0.141 6	29 山东肥城瓜蒌 004	0.086 2
7 山东平阴瓜蒌 008	0.151 5	30 山东长清马山 001	0.125 4
8 山东平阴瓜蒌 010	0.155 9	31 山东长清马山 002	0.103 0
9 山东平阴瓜蒌 012	0.095 2	32 山东长清马山 003	0.118 9
10 山东平阴瓜蒌 013	0.107 1	33 山东长清马山 004	0.103 4
11 山东平阴瓜蒌 014	0.122 1	34 山东长清马山 005	0.136 6
12 山东平阴瓜蒌 015	0.117 7	35 安徽亳州瓜蒌 001	0.125 4
13 山东平阴瓜蒌 016	0.104 2	36 安徽亳州瓜蒌 002	0.103 0
14 山东平阴瓜蒌 018	0.093 9	37 安徽亳州瓜蒌 003	0.118 9
15 山东平阴瓜蒌 020	0.117 2	38 安徽亳州瓜蒌 004	0.103 4
16 山东平阴瓜蒌 021	0.127 4	39 安徽桐城瓜蒌 002	0.136 6
17 山东平阴瓜蒌 022	0.098 6	40 安徽岳西花皮瓜 001	0.152 1
18 山东平阴瓜蒌 025	0.289 0	41 安徽岳西花皮瓜 002	0.203 9
19 山东平阴瓜蒌 026	0.136 0	42 安徽岳西花皮瓜 003	0.082 5
20 山东平阴瓜蒌 027	0.234 1	43 安徽潜山大麻子	0.112 9
21 山东平阴瓜蒌 028	0.129 4	44 安徽潜山红大片	0.124 0
22 山东平阴瓜蒌 001	0.124	45 安徽潜山新平一号	0.129 8
23 山东平阴瓜蒌 002	0.124 3	46 安徽潜山花皮瓜	0.119 5

表3 不同产区瓜蒌子含量比较 %

产区	产地	含量	RSD
北方	山东平阴	0.124 4	18.04
	山东肥城	0.102 4	17.66
	山东长清	0.130 1	14.46
	河北安国	0.125 6	12.82
	北方	0.122 6	12.35
南方	安徽亳州	0.117 6	17
	安徽潜山	0.132	24
	南方	0.126	28.57

3 讨论

栝楼是雌雄异株植物,加之地理环境的变化和

影响,不同产区瓜蒌子在形态和质量上存在明显的差异。不同产区瓜蒌子的种质区分和形态归纳,笔者已分别进行了初步的研究,获得种质分类和形态学归纳^[12];针对不同产区瓜蒌子的质量,首次采用高效液相色谱法对我国全国范围内主要瓜蒌产区的瓜蒌子进行了瓜蒌仁三醇含量测定和比较,纵向比较了产区内的含量变异幅度,横向比较了产区间瓜蒌子的含量和变异系数,这为以后瓜蒌子的合理开发和优良瓜蒌子的选育培养提供一定的科研基础和依据。

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:52, 104.
- [2] 郭庆梅,周凤琴,张卉,等. 瓜蒌的药用部位、采收加工和功效的考证[J]. 中医药学刊,2006,24(10):1824.
- [3] 滕勇荣,王连侠,张永清. 瓜蒌药理研究进展[J]. 齐鲁药事,2010,29(7):417.
- [4] 龙凤来,胡普辉,黄时伟. 栝楼属植物研究进展[J]. 陕西林业科技,2008(2):58.
- [5] 修彦凤,程雪梅,刘蕾,等. 不同瓜蒌子饮片的成分比较[J]. 中草药,2005,36(1):33.
- [6] 张玲玲,万婷婷,李超,等. 超声波协同微波提取瓜蒌籽油的研究[J]. 农业机械,2011(29):52.
- [7] 周涛,黄璐琦,江维克. 高效液相色谱法测定大方油栝楼药材中葫芦素 B 的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2008,14(6):4.
- [8] 周亮. 瓜蒌仁中生理活性成分分析及其结构鉴定[D]. 无锡:江南大学硕士学位,2007:16.
- [9] 唐春风. 瓜蒌子的化学成分和定性定量研究[D]. 北京:中国协和医科大学硕士学位,2005:40.
- [10] 巢志茂,唐春风,张贵峰,等. 瓜蒌子的 TLC 鉴别和 HPLC 含量测定[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(17):86.
- [11] 程雪梅,吴弢,俞桂新,等. RP-HPLC 法测定瓜蒌子中 3,29-二甲甲酰基栝楼仁三醇含量[J]. 药物分析杂志,2005,25(4):377.
- [12] 辛杰,韩琳娜,郭庆梅,等. 不同种质瓜蒌子的形态学研究[J]. 种子,2012,31(11):92.

[责任编辑 顾雪竹]