

## 娑罗子药材的化学品质研究

石召华<sup>1,2\*</sup>, 关小羽<sup>1,2</sup>, 张一娟<sup>1,2</sup>, 陈科力<sup>3</sup>, 叶利春<sup>1,2</sup>, 郑国华<sup>3</sup>

(1. 武汉爱民制药有限公司, 湖北 鄂州 436070; 2. 湖北省天然组方药物工程技术研究中心, 湖北 鄂州 436070; 3. 湖北中医药大学, 武汉 430065)

**[摘要]** 目的:对七叶树属主要资源种类娑罗子药材化学品质进行综合比较研究。方法:应用 HPLC 法建立不同品种的娑罗子药材中七叶皂苷 A、B 2 个指标成分的含量测定方法,通过紫外-可见分光光度法测定七叶皂苷的含量,并考察样品中的水分、总灰分等含量,比较不同品种娑罗子药材的化学品质。结果:不同品种娑罗子药材中七叶皂苷 A、七叶皂苷 B 的种类和含量各不相同,结合总七叶皂苷含量及水分、总灰分等常规理化实验项目测定结果,表明不同品种的娑罗子药材化学品质差异较大,其中陕西、湖北、浙江等主产地所得药材品质符合《中国药典》要求。结论:该研究可为不同品种的娑罗子药材综合质量评价体系的建立提供理论和实验依据。

**[关键词]** 七叶树属; 化学品质; 娑罗子; 七叶皂苷; 高效液相色谱

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)11-0144-04

**[doi]** 10.11653/syjf2013110144

## Study on Chemical Quality of Main Species of Aesculi Semen

SHI Zhao-hua<sup>1,2,\*</sup>, GUAN Xiao-yu<sup>1,2</sup>, ZHANG Yi-juan<sup>1,2</sup>, CHEN Ke-li<sup>3</sup>, YE Li-chun<sup>1,2</sup>, ZHENG Guo-hua<sup>3</sup>

(1. Wuhan Aimin pharmaceutical Co. Ltd., Ezhou 436070, China;

2. Hubei Engineering Technology Centre of Natural Component Medicine, Ezhou 436070, China;

3. Hubei University of Chinese Medicine, Wuhan 430065, China)

**[Abstract]** **Objective:** To comprehensively evaluate the chemical quality of main species of *Aesculus* planted in China. **Method:** The contents of aescin A and aescin B, 31 samples of 7 officinal species of *Aesculus* were determined by HPLC. Physical and chemical test (H<sub>2</sub>O and total ash) were also investigated to evaluate their chemical qualities. **Result:** There were significant differences in contents of triterpenoid saponin such as aescin A and aescin B in different species, meanwhile, the physical and chemical parameters results also showed that there were obvious differences in chemical quality among different species of *Aesculus*. **Conclusion:** The results provided theoretical and experimental basis for the establishment of comprehensive quality assessment system of *Aesculus* in China.

**[Key words]** *Aesculus*; chemical quality; Aesculi Semen; aescine; HPLC

娑罗子为七叶树科植物七叶树的干燥成熟种子,别名娑罗子、梭罗果、开水果等,始载于《本草纲目》,具有疏肝理气、和胃止痛等功效,现代临床上常用于各种原因所致的软组织肿胀、静脉性水肿、静脉曲张等静脉疾病<sup>[1-3]</sup>。更多的研究显示娑罗子还

具有抗肿瘤、抗氧化、对脑缺血性再灌注损伤等药理作用,已逐步成为国内外医药界研究的热点之一<sup>[4]</sup>。国内娑罗子药材资源以野生为主,全国分布有 10 余种七叶树属植物<sup>[5]</sup>,已形成药材商品并在一定范围内使用和流通的主要种类包括《中国药典》收录的 3 个品种七叶树、浙江七叶树或天师栗,但由于临床应用需求不断攀升、野生药材资源供应的限制,云南七叶树、长柄七叶树、大叶七叶树、大果七叶树等常常被作为娑罗子药材的资源种类来源。由于药材产地种类复杂,药材性状上一般难以鉴别,在

**[收稿日期]** 20120403(100)

**[基金项目]** 湖北省重大科技攻关项目(2012BCA02)

**[通讯作者]** \*石召华,高级工程师,从事中药资源和质量研究,E-mail: whimyf@163.com

一定程度上限制了娑罗子药材的安全、合理应用<sup>[6]</sup>。因此,对不同资源种类娑罗子药材化学品质进行全面系统地比较研究,建立娑罗子药材综合评价体系具有重要的意义。

本研究针对药材市场中流通的主要资源种类中7个品种共31批娑罗子药材(基本可涵盖主要产地)进行药材质量研究,通过七叶皂苷A和七叶皂苷B等主成分含量、水分、总灰分常规理化项目,综合比较不同品种的娑罗子药材的化学品质,为实现娑罗子药材有效质量控制和资源的合理利用提供理论和实验依据。

## 1 仪器与试药

Agilent 1260 系列高效液相色谱仪(G1311C 四元泵、G1329B 自动进样器、G1316A 柱温箱、G4212B 二极管阵列检测器)和 Agilent OpenLAB 工作站;

SG-5200 DTD 型超声波清洗仪(宁波新芝生物科技股份有限公司);Metiler AE240 型电子天平。

七叶皂苷钠对照品由中国药品生物制品检定所提供(批号 100346-200402,其中七叶皂苷 A,B 的含量分别为 38.8%,28.3%);甲醇、乙腈(色谱纯, Tedia 公司),超纯水。

本研究的所用 31 批娑罗子药材来自陕西、湖北、四川、云南、广西、浙江等不同地区的药材市场,经湖北中医药大学药学院陈科力教授鉴定分别为七叶树 *Aesculus*、浙江七叶树、天师栗、云南七叶树、长柄七叶树、大叶七叶树,大果七叶树(见表 1)。凭证标本存放于湖北中医药大学药学院。

## 2 方法与结果

**2.1 水分、总灰分测定** 水分和总灰分分别参照《中国药典》2010 年版一部附录 IX G 干燥失重测定

表 1 31 批娑罗子药材信息

No.	样品	拉丁名	产地	收集时间
01QY01MT01	天师栗	<i>Aesculus wilsonii</i> Rehd.	湖北巴东县	2012-09
02QY01MT02	天师栗	<i>A. wilsonii</i> Rehd.	湖北巴东县	2012-09
03QY01MT03	天师栗	<i>A. wilsonii</i> Rehd.	湖北建始县	2012-09
04QY01MT04	天师栗	<i>A. wilsonii</i> Rehd.	湖北建始县	2012-09
05QY01MT05	天师栗	<i>A. wilsonii</i> Rehd.	湖北宣恩县	2012-09
06QY01MT06	天师栗	<i>A. wilsonii</i> Rehd.	湖北宣恩县	2012-09
07QY01MT07	天师栗	<i>A. wilsonii</i> Rehd.	湖北神农架林区	2012-10
08QY01MT08	天师栗	<i>A. wilsonii</i> Rehd.	四川峨眉山市	2012-08
09QY02MT01	七叶树	<i>A. chinensis</i> Bge.	陕西略阳	2012-08
10QY02MT02	七叶树	<i>A. chinensis</i> Bge.	陕西略阳	2012-08
11QY02MT03	七叶树	<i>A. chinensis</i> Bge.	陕西略阳	2012-08
12QY02MT04	七叶树	<i>A. chinensis</i> Bge.	陕西留坝	2012-08
13QY02MT05	七叶树	<i>A. chinensis</i> Bge.	陕西留坝	2012-08
14QY02MT06	七叶树	<i>A. chinensis</i> Bge.	陕西留坝	2012-08
15QY02MT07	七叶树	<i>A. chinensis</i> Bge.	北京	2012-09
16QY02MT08	七叶树	<i>A. chinensis</i> Bge.	北京	2012-09
17QY03MT01	浙江七叶树	<i>A. chinensis</i> Bge. var. <i>chekiangensis</i> (Hu et Fang) Fang	浙江杭州	2012-08
18QY03MT02	浙江七叶树	<i>A. chinensis</i> Bge. var. <i>chekiangensis</i> (Hu et Fang) Fang	浙江杭州	2012-08
19QY03MT03	浙江七叶树	<i>A. chinensis</i> Bge. var. <i>chekiangensis</i> (Hu et Fang) Fang	浙江丽水	2012-08
20QY03MT04	浙江七叶树	<i>A. chinensis</i> Bge. var. <i>chekiangensis</i> (Hu et Fang) Fang	浙江丽水	2012-08
21QY04MT01	云南七叶树	<i>A. wangii</i> Hu var. <i>wangii</i>	云南文山	2012-09
22QY04MT02	云南七叶树	<i>A. wangii</i> Hu var. <i>wangii</i>	云南文山	2012-09
23QY04MT03	云南七叶树	<i>A. wangii</i> Hu var. <i>wangii</i>	云南文山	2012-09
24QY04MT03	云南七叶树	<i>A. wangii</i> Hu var. <i>wangii</i>	云南文山	2012-09
25QY05MT01	长柄七叶树	<i>A. assamica</i> Griff.	云南马关	2012-09
26QY05MT02	长柄七叶树	<i>A. assamica</i> Griff.	云南马关	2012-09
27QY05MT03	长柄七叶树	<i>A. assamica</i> Griff.	广西南宁	2012-08
28QY06MT01	大叶七叶树	<i>A. megaphylla</i> Hu et Fang	广西南宁	2012-08
29QY06MT02	大叶七叶树	<i>A. megaphylla</i> Hu et Fang	云南西畴	2012-09
30QY07MT01	大果七叶树	<i>A. chuniana</i> Hu et Fang	云南文山	2012-09
31QY07MT02	大果七叶树	<i>A. chuniana</i> Hu et Fang	云南西畴	2012-09

法和附录 IX K 灰分测定法测定。

来源于 7 种七叶树属的主要资源种类药材常规理化实验项目测定结果见表 2。

表 2 七叶皂苷 A, B 的回收率试验

成分	样品 中含量 /mg	加入量 /mg	测得总量 /mg	回收率 /%	平均 回收率 /%	RSD /%
七叶皂苷 A	46.506	42.764	88.304	97.74	98.02	1.03
	46.162	42.764	88.096	98.06		
	46.492	42.764	89.102	99.64		
	46.896	42.764	89.022	98.51		
	47.975	42.764	89.298	96.63		
七叶皂苷 B	33.942	36.530	69.153	96.39	98.18	1.20
	33.691	36.530	69.461	97.92		
	33.392	36.530	69.769	99.58		
	34.227	36.530	70.213	98.51		
	35.014	36.530	70.620	97.47		
	33.731	36.530	69.976	99.22		

## 2.2 七叶皂苷 A、七叶皂苷 B 的含量测定

### 2.2.1 液相色谱条件及系统适用性试验

WELCH LP-C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相乙腈-0.2% 磷酸 (38:62), 检测波长 220 nm, 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 柱温 30 °C, 进样量 10 μL。得到的对照品及样品的色谱图见图 1。

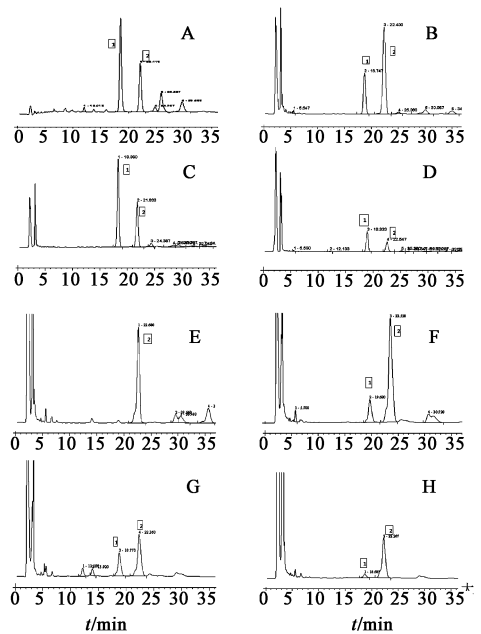
**2.2.2 对照品溶液的制备** 称取七叶皂苷钠对照品 10.5 mg, 加甲醇制成每 1 mL 含 1.05 mg 的对照品溶液, 摇匀, 经 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 即得。供七叶皂苷 A, B 含量测定用。

**2.2.3 七叶皂苷钠贮备液 1** 取七叶皂苷对照品约 100 mg, 精密称定, 加甲醇定容至 50 mL 的量瓶中, 作为七叶皂苷对照品贮备液 1。供线性关系考察用。

**2.2.4 七叶皂苷钠贮备液 2** 称取七叶皂苷钠原料 1.093 7 g (含七叶皂苷 A 39.1%、七叶皂苷 B 33.4%), 加甲醇定容至 100 mL 的量瓶中, 摇匀, 经 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 作为七叶皂苷钠储备液 2。供回收率试验用。

**2.2.5 供试品溶液的制备** 取各样品粉末 2.0 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 50 mL, 称定质量, 超声提取 30 min, 放冷, 用甲醇补足减失的质量, 摇匀, 经 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 即得。

**2.2.6 线性关系考察** 精密吸取七叶皂苷钠贮备液 1 适量, 加甲醇分别稀释成七叶皂苷 A 质量浓度



A. 对照品; B. 天师栗; C. 七叶树; D. 浙江七叶树; E. 云南七叶树; F. 长柄七叶树; G. 大叶七叶树; H. 大果七叶树; 1. 七叶皂苷 A; 2. 七叶皂苷 B

图 1 七叶皂苷钠对照品和不同产地样品 HPLC 色谱

为 39.02, 195.11, 390.21, 585.32, 780.42 mg·L<sup>-1</sup>, 七叶皂苷 B 质量浓度为 28.46, 142.31, 284.61, 426.92, 569.22 mg·L<sup>-1</sup>。按 2.2.1 项下色谱条件分别进样 10 μL, 以进样样品的含量为横坐标 (X), 峰面积为纵坐标 (Y), 绘制标准曲线, 得回归方程  $Y_{\text{七叶皂苷 A}} = 3.9731X - 3.0468, R^2 = 0.9999$ ;  $Y_{\text{七叶皂苷 B}} = 3.2369X - 0.3046, R^2 = 0.9999$ 。结果表明七叶皂苷 A, B 质量浓度分别在 39.02 ~ 780.42, 28.46 ~ 569.22 mg·L<sup>-1</sup>, 28.46 ~ 569.22 mg·L<sup>-1</sup> 线性关系良好。

**2.2.7 精密度试验** 精密吸取七叶皂苷对照品溶液 10 μL, 按 2.2.1 项下色谱条件连续进样 6 次, 测定其七叶皂苷 A, B 的峰面积 RSD 分别为 0.19%, 0.25%, 说明仪器精密度良好, 方法可行。

**2.2.8 稳定性试验** 取娑罗子供试品溶液按 2.2.1 项下色谱条件分别在 0, 1, 3, 5, 7, 12, 24, 36 h 进样, 测定七叶皂苷 A, B 峰面积的 RSD 分别为 0.27%, 0.32%, 说明样品在室温下稳定。

**2.2.9 重复性试验** 取样品批号为 03QY01MT03 娑罗子样品粉末约 2.0 g, 共 6 份, 精密称定, 依 2.2.5 项下分别制备供试品溶液, 测得该批娑罗子中七叶皂苷 A, B 的平均质量分数分别为 4.59%, 3.35%, RSD 分别为 0.22%, 0.37%, 说明该方法重复性良好。

**2.2.10 回收率试验** 取已知含量的娑罗子(样品01QY01MT03)粗粉约1.0 g,共6份,精密称定,分别精密加入七叶皂苷钠贮备液210 mL,按2.2.5项下方法制备供试品溶液,计算平均回收率。结果见表2,结果表明,本试验建立的方法具有良好的准确度。

**2.2.11 样品测定** 分别精密吸取供试品溶液和对照品溶液各10  $\mu$ L,注入液相色谱仪,测定结果见表3。

表3 样品测定结果

No.	成分/%		理化检验/%	
	七叶皂苷 A	七叶皂苷 B	水分	总灰分
01QY01MT01	2.17	3.21	8.3	2.2
02QY01MT02	1.86	1.62	11.8	2.9
03QY01MT03	4.59	3.35	10.7	2.1
04QY01MT04	4.29	3.68	7.7	3.3
05QY01MT05	1.39	2.31	12.1	2.2
06QY01MT06	4.01	2.81	6.4	3.1
07QY01MT07	3.47	4.15	6.1	2.8
08QY01MT08	1.93	2.44	8.7	2.5
09QY02MT01	6.95	4.43	8.0	3.7
10QY02MT02	5.02	3.38	8.9	5.2
11QY02MT03	2.26	1.53	8.4	2.5
12QY02MT04	2.00	1.26	7.8	3.1
13QY02MT05	1.77	1.78	9.6	2.4
14QY02MT06	3.23	3.33	8.0	2.9
15QY02MT07	2.24	2.96	6.9	5.9
16QY02MT08	3.11	2.74	9.9	2.3
17QY03MT01	1.81	1.47	6.8	3.0
18QY03MT02	1.13	2.40	10.7	3.1
19QY03MT03	1.05	1.53	10.4	2.1
20QY03MT04	1.45	2.70	6.4	2.9
21QY04MT01	未检出	6.55	7.7	6.1
22QY04MT02	0.40	4.69	10.3	2.0
23QY04MT03	1.08	3.79	11.2	3.1
24QY04MT04	0.13	5.20	11.9	2.2
25QY05MT01	0.15	4.50	7.7	2.3
26QY05MT02	0.30	3.97	6.6	3.1
27QY05MT03	0.85	0.77	8.1	2.2
28QY06MT01	0.97	1.79	7.7	6.4
29QY06MT02	0.53	1.11	10.3	2.5
30QY07MT01	1.43	1.92	7.9	2.3
31QY07MT02	0.21	1.47	8.5	3.1

### 3 结论与讨论

娑罗子的主要活性成分为七叶皂苷,属于五环三萜皂苷类药物,含 $\alpha$ 和 $\beta$ 2种异构体,2种异构体理化性质和药理活性有较大差异,其中 $\beta$ 型七叶皂苷包括七叶皂苷A,B,是主要的活性异构体。《中国药典》2010年版一部《药典》中规定娑罗子以干燥品计算,含七叶皂苷A( $C_{55}H_{86}O_{24}$ )不得少于0.70%。中药材所含成分受到品种、产地、采收时间

和加工方法等的影响,在多来源的药材中品种的变化直接影响成分的不同。通过对不同资源品种的娑罗子药材中 $\beta$ 七叶皂苷的含量评价药材的化学品质,结果表明,31批来源于7个主要资源种类的娑罗子药材中,产于陕西的七叶树,湖北的天师粟,以及浙江七叶树均符合《药典》规定,《药典》记载为主要药材来源有其合理性;而产于云南、广西等地的云南七叶树、长柄七叶树、大叶七叶树、大果七叶树等资源种类具有一定的产量,但其七叶皂苷A的含量部分不符合相关规定,而七叶皂苷A和七叶皂苷B含量之和等化学品质与《药典》记载的3个品种有一定的相似性,是否可以作为娑罗子药材资源是娑罗子药材资源研究和质量控制研究中值得关注的问题。

药材水分、总灰分等受生长环境、采收季节、加工工艺、运输储存等因素影响较大,因此本研究也对娑罗子药材中水分、总灰分等常规理化实验项目进行考察,结果表明31批娑罗子药材中水分含量均符合《中国药典》规定的不超过13.0%的要求,但有4批样品总灰分含量超过药典规定的5.0%的限度。因此,有必要对娑罗子的质量进一步考察,建立与生态学相关的药材质量评价指标与技术体系<sup>[7]</sup>,从而为保障中药资源的可持续利用和中药产业的可持续发展奠定基础<sup>[8-9]</sup>。

### [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, 2010:275.
- [2] 江苏新医学院. 中药大辞典[M]. 上海:上海科学技术出版社, 1997:1961.
- [3] 陈军辉,李文龙,杨佰娟,等. 高效液相色谱-电喷雾飞行时间质谱分析娑罗子中皂苷类成分[J]. 分析化学, 2008, 36(3):285.
- [4] 聂昕,郭维,徐波,等. 七叶皂苷钠对小鼠肝癌H22移植瘤的抗肿瘤作用机制[J]. 中国新药杂志, 2011, 20(8):688.
- [5] 李珊,马玲云,李向日,等. 七叶树属植物的现代研究进展[J]. 亚太传统医药, 2012, 8(9):190.
- [6] 方文培. 中国植物志. 第46卷[M]. 北京:科学出版社, 1981:274.
- [7] 周应群,曹海禄,赵润怀,等. 中药资源生态学方法研究进展[J]. 中国中药杂志, 2011, 36(3):247.
- [8] 陈士林,苏钢强,邹健强,等. 中国中药资源可持续发展体系构建[J]. 中国中药杂志, 2005, 30(15):1141.
- [9] 陈士林,郭宝林. 中药资源可持续利用[J]. 世界科学技术, 2004, 6(1):1.

[责任编辑 邹晓翠]