

## 泛油对千金子主要有效成分含量的影响

张宏伟,金锋,张振凌\*  
(河南中医学院,郑州 450008)

**[摘要]** 目的:比较泛油对千金子种仁中脂肪油及千金子甾醇的含量的影响。方法:索式提取法提取脂肪油并测定含量;高效液相色谱法测定千金子甾醇含量,Agilent Rx-SIL 液相色谱柱(4.6 mm × 250 mm,5 μm),流动相正己烷-乙酸乙酯-乙腈(87.5:10:2.5),柱温 30 ℃,检测波长 275 nm,体积流量 1.0 mL·min<sup>-1</sup>。结果:未泛油千金子种仁脂肪油平均含量为 62.48%,千金子甾醇平均含量为 1.20%;泛油千金子种仁脂肪油平均含量为 53.66%,千金子甾醇平均含量为 1.10%。结论:千金子种仁泛油后其脂肪油及千金子甾醇含量均降低。

**[关键词]** 千金子;泛油;脂肪油;千金子甾醇;含量测定

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)22-0124-03

## Impact of Oil-releasing to Content of Main Effective Components of Semen Euphorbiae

ZHANG Hong-wei, JIN Feng, ZHANG Zhen-ling\*  
(Henan University of Traditional Chinese Medicine, Zhengzhou 450008, China)

**[Abstract]** **Objective:** Compare the content of the fat oil and the euphorbia factor L<sub>1</sub> of semen euphorbiae seed kernel before and after oil-releasing. **Method:** Soxhlet extraction was used to extract the fat oil and determine content. The content of euphorbia factor L<sub>1</sub> were determined by HPLC. An Agilent rx-sil column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) was used with normal hexane-ethyl acetate-acetonitrile (87.5:10:2.5) as the mobile phase, the flow velocity was at 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, UV detection was at 275 nm and temperature was at 30 ℃. **Result:** The content of the fat oil and the euphorbia factor L<sub>1</sub> of normal semen euphorbiae seed kernel were 62.48% and 1.20%. The content of the fat oil and the euphorbia factor L<sub>1</sub> of oil-releasing semen euphorbiae seed kernel was 53.66% and 1.10%. **Conclusion:** The content of the fat oil and the euphorbia factor L<sub>1</sub> of oil-releasing semen euphorbiae seed kernel was reduced.

**[Key words]** semen euphorbiae; oil-releasing; the fat oil; the euphorbia factor L<sub>1</sub>; content determination

中药千金子为大戟科植物续随子成熟种子,具有泻下逐水,破血消癥之功效,外用疗癣蚀疣,用于二便不通、水肿、痰饮、积滞胀满、血瘀经闭;外治顽

癣、赘疣<sup>[1]</sup>。千金子含有 47% ~ 50% 的脂肪油,脂肪油的各种脂肪酸含量,其中油酸含量最高为 84%,还含有棕榈酸 6.5%,亚油酸 4%,亚麻酸 2.5% 及其他少量的脂肪酸<sup>[2]</sup>。亚油酸、亚麻酸、油酸、棕榈酸等,主要为人体所需的不饱和脂肪酸<sup>[3]</sup>。现代研究证实千金子除含有大量脂肪油外,还含有甾类<sup>[4]</sup>、香豆素类<sup>[5]</sup>、二萜醇酯类<sup>[6]</sup>等化学成分,且萜类成分为主要的毒效成分<sup>[7]</sup>,二萜醇酯类成分中千金子甾醇具有致泻作用<sup>[8]</sup>。泛油影响中药质量,导致中药中有效成分流失。千金子含有大量脂肪油容易产生走油现象,影响脂肪油的含量,同时会对其他成分产生影响。本实验测定泛油前后千金子种仁

**[收稿日期]** 20120322(014)

**[基金项目]** 中医药行业科研专项子项目(201107008)

**[第一作者]** 张宏伟,硕士研究生,研究方向:中药饮片及新药研究, Tel: 15138681041, E-mail: zhwandl@123@163.com

**[通讯作者]** \*张振凌,学士,教授,研究方向:中药饮片及新药研究, Tel: 13803816758, E-mail: zhangzli@163.com

中脂肪油及千金子甾醇的含量,为完善千金子的质量标准奠定基础。

## 1 材料

数控超声波清洗器,SHZ-D(Ⅲ)型循环水式真空泵,BS210S型电子天平,METTLER AE240型电子分析天平,DHG-9076A型电热恒温鼓风干燥箱,岛津 MODEL LC-2010A HT型高效液相色谱仪;千金子甾醇购于河南省食品药品检验所纯度为99.3%,正己烷、乙酸乙酯、乙腈为色谱纯,乙醚等其他试剂均为分析纯。

药材购于安徽亳州,经河南中医学院药学院陈随清教授鉴定为大戟科植物续随子 *Euphorbia lathyris* L. 的成熟种子。

## 2 方法与结果

### 2.1 泛油前后千金子种仁中脂肪油含量测定

**2.1.1 种仁的外观特性** 分别选取同批次样品中未泛油和泛油种仁观察泛油前后千金子种仁及所提取脂肪油的外观性状特征,见表1。

表1 外观性状特征

样品	种仁	脂肪油
未泛油千金子	白色,表面无油光	浅黄色
泛油千金子	黄褐色,表面有油光,有败油气	橘黄色

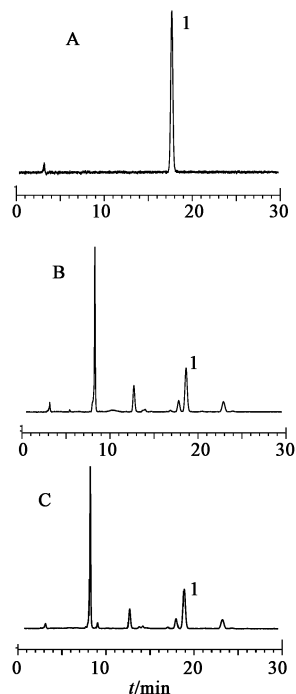
**2.1.2 脂肪油的含量测定**<sup>[9]</sup> 分别取泛油前后千金子种仁(碾成泥状)各两份,每份约5g,精密称定,置索氏提取器内,加乙醚(60~90℃)100 mL,水浴回流至脂肪油提尽(约6h)。置干燥至恒重的蒸发皿中,水浴低温蒸干,移至105℃恒温干燥箱内干燥至恒重,硅胶干燥器内冷却30 min,准确称定质量,计算含油率。分别为62.48%,53.66%。

### 2.2 泛油前后千金子种仁中千金子甾醇含量测定

**2.2.1 色谱条件** Agilent Rx-SIL液相色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μm),流动相正己烷-乙酸乙酯-乙腈(87.5:10:2.5),柱温30℃,检测波长275 nm,体积流量1.0 mL·min<sup>-1</sup>,进样量5 μL。见图1。

**2.2.2 对照品溶液的制备** 取千金子甾醇对照品约0.5 mg,精密称定,置10 mL量瓶中,加乙酸乙酯溶解,定容至刻度,摇匀,制成54 mg·L<sup>-1</sup>对照品溶液。

**2.2.3 样品溶液的制备** 取千金子泛油前后种仁(碾成泥状)各约0.2 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入乙酸乙酯25 mL,密塞,称定质量,超声提取20 min,放冷,再称定质量,用乙酸乙酯补足缺失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,作为供试品溶液。



1. 千金子甾醇

图1 对照品(A)和未泛油千金子(B)及泛油千金子(C)样品HPLC

**2.2.4 线性关系的考察** 分别精密吸取对照品溶液2.0,4.0,6.0,8.0,10.0,12.0 μL进样,按2.2.1色谱条件测定,以峰面积积分为纵坐标(Y),以千金子甾醇的量(μg)为横坐标(X)进行线性回归,回归方程 $Y = 735\ 067.72X + 9\ 889.73$ , ( $R^2 = 1.00$ )。千金子甾醇在0.108~0.648 μg线性关系良好。

**2.2.5 精密度试验** 精密吸取千金子甾醇对照品溶液(54 mg·L<sup>-1</sup>),重复进样6次,每次10 μL,测定峰面积,RSD 0.90%,精密度良好。

**2.2.6 重复性试验** 按供试品处理方法平行制备6份未泛油千金子样品液,每次进样5 μL,测得千金子甾醇含量,RSD 1.66%,重复性良好。

**2.2.7 稳定性试验** 精密吸取未泛油千金子样品溶液,分别于0,2,4,8,12,24,48 h各测定1次每次进样5 μL,计算其峰面积的RSD 2.45%。结果表明对照品在48 h内稳定性较好。

**2.2.8 加样回收率试验** 精密称取千金子甾醇对照品适量,加乙酸乙酯定容在10 mL量瓶中作为储备液。吸取不同体积的对照品储备液加入到已知千金子甾醇含量的未泛油种仁中,按2.2.3项下方法操作,制备各供试品溶液,测定千金子未泛油种仁中千金子甾醇的含量,计算其平均回收率回收率为98.2%,RSD 1.66%。见表2。

表 2 加样回收率试验

No.	样品中 含量 /mg	对照品 加入量 /mg	实测值 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1	1.101	1.06	2.120	96.1		
2	1.204	1.06	2.263	99.9		
3	1.111	1.06	2.155	98.5		
4	1.066	1.06	2.084	96.0	98.2	1.66
5	1.172	1.06	2.221	99.0		
6	1.112	1.06	2.172	100.0		

2.2.9 样品测定 取千金子泛油前后种仁样品适量,按上述方法制备供试品,进行测定,结果分别为 1.20%,1.10%。

### 3 讨论

在液相方法的选择过程中,采用 2010 年版中国药典色谱条件,选择 Agilent Zorbax Rx-C<sub>18</sub> 柱(二甲基十八碳硅烷键合硅胶柱),但分离效果不理想。换用 Agilent Zorbax Rx-SIL 柱(正相硅胶)后,峰分离效果明显改善。由于千金子中二萜醇脂类化合物的极性较小,用正相硅胶柱的分离效果优于反相硅胶柱。

本实验表明,泛油千金子种仁比未泛油种仁中脂肪油含量平均降低 14.12%,千金子甾醇含量平均降低 8.33%,其种仁颜色由白色变成黄褐色,脂肪油颜色加深。但脂肪油中脂肪酸成分结构如何变化,其理化性质是否有变化,需进一步研究。

千金子具有泻下逐水、破血消癥之功效,据文献报道,千金子脂肪油中的千金子甾醇具有峻泻作用,为千金子中的主要泻下成分<sup>[10-11]</sup>。通过本实验可知千金子泛油前后千金子甾醇平均含量分别为 1.20%,1.10%,均高于 2010 年版药典规定,对于千金子质量控制是否需加入其他成分含量标准需进一步研究。

千金子临床多制霜使用,泛油千金子的掺入影

响脂肪油及千金子甾醇含量,影响千金子霜饮片质量及临床疗效,建议控制千金子药材中泛油千金子的量,避免掺有泛油千金子的千金子霜的临床应用,以保证千金子药材质量及临床用药安全,提高药材质量。

### [参考文献]

[ 1 ] 中国药典.一部[S].2010:33.

[ 2 ] 危文亮,金梦阳,马冲,等.续随子油脂脂肪酸组成分析[J].中国油脂,2007,32(5):70.

[ 3 ] 高文义,李银清,陶贵斌.超临界萃取菟蔚子脂肪油的工艺研究[J].中国实验方剂学杂志,2010,16(6):20.

[ 4 ] Leonetto C,Carlo B,Umbeto A,et al.Characterization of extractables from two Sardinian euphorbiae [ J ]. Chim Ind ( Milan ),1983,65(2):753.

[ 5 ] Dutta P K,Banerjee D,Dutta N L.Euphorbetin a new bicoumarin from *Euphorbia lathyris* [ J ]. Tetrahedron Lett,1972,13(7):601.

[ 6 ] Itokawa H,IchiharaY,Yahagi M,et al.Lathyrene diterpenes from *Euphorbia lathyris*[ J ]. Photochemistry,1990,29(5):2025.

[ 7 ] 邱韵紫,郁红礼,吴皓.大戟科大戟属根类中药的毒性研究进展[J].中国实验方剂学杂志,2011,17(23):259.

[ 8 ] Institute of Materia Medica, Chinese Academy of Medical Sciences.The Chinese Materia Medica[ M ].2nd Ed.Beijing.People's Medical Publishing House,1984,160.

[ 9 ] 李群,王琦,黄春凌,等.千金子炮制品中脂肪油成分的研究[J].中成药,1994,16(4):24.

[ 10 ] Jaretsky R,Kohler W. *Euphorbia lathyris* L. as a drug pharmacological tests,especially of the seed oil[ J ]. Arch Pharm,1943,281:256.

[ 11 ] 国家医药管理局中草药情报中心站.植物药有效成分手册[ M ].北京:人民卫生出版社,1986:447.

[责任编辑 顾雪竹]