

酒制对菟丝子中槲皮素含量的影响

谢新年,刘艳芳,吕鹏,张振凌*
(河南中医学院,郑州 450008)

[摘要] 目的:对不同炮制程度的菟丝子酒制品中槲皮素含量进行检测,研究酒制炮制对槲皮素含量的影响。方法:制备不同加酒量、不同温度、不同时间酒制样品,高效液相法测定槲皮素含量。结果:生品中几乎不含槲皮素,炮制后含量显著增高,并且不同烘制温度、不同烘制时间、不同闷润时间、不同黄酒用量对菟丝子中槲皮素含量均有影响。结论:酒制炮制提高菟丝子槲皮素含量,不同炮制工艺水平对菟丝子槲皮素含量影响不同。

[关键词] 菟丝子;槲皮素;酒制

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)17-0055-03

Influence with Wine Processing on Content of Quercetin from Cuscutae Semen

XIE Xin-nian, LIU Yan-fang, LV Peng, ZHANG Zhen-ling*
(Henan University of Traditional Chinese Medicine, Zhengzhou 450008, China)

[Abstract] **Objective:** According to determining the content of quercetin from Cuscutae Semen by different processing degree with wine, to research the influence of different wine processing on the content of quercetin. **Method:** To prepare the samples of different wine quantity to be added, different temperature and different time of wine processing, determined the content of quercetin by HPLC. **Method:** Almost no quercetin was determined in the crude material, the content of quercetin significantly increased after processing, processing factors with different processed temperature, time, moistening time and rice wine volume all had effect on the content of quercetin. **Conclusion:** The content of quercetin was increased by processing with wine, there were different effect on the content of quercetin with different processing craft level.

[Key words] Cuscutae Semen; quercetin; processing with wine

菟丝子为旋花科植物菟丝子 *Cuscuta chinensis* Lam. 的干燥成熟种子,有滋补肝肾、固精缩尿、安胎、明目、止泻的功效。在补肾壮阳、提高免疫能力、抗衰老、保肝明目、保胎、调节下丘脑-垂体-卵巢轴功能、调节内分泌、治疗心血管疾病、促进性腺激素样作用等方面具有广泛的药理作用。菟丝子类生药含有黄酮、多糖和甾醇等成分,其中的黄酮类化合物

以槲皮素、芦丁及山奈酚为主^[1]。生品养肝明目,多用于肝虚目暗。酒制饼炮制增加温肾壮阳的作用,使药材便于粉碎,用于阳痿、缩尿、遗精、脾虚便溏或泄泻,为较常用的炮制方法。有研究对菟丝子生品、清炒品、酒炒品、菟丝饼进行浸出物比较,结果表明各炮制品的浸出物均较生品有不同程度的增加,且易于粉碎。在热浸法或冷浸法中,以制饼和酒炒浸出率最高,但二者相差不大^[2]。本文通过对不同炮制程度的菟丝子酒制品中槲皮素含量的检测,研究酒制炮制对槲皮素含量的影响。

1 材料^[1]

SHIMADZU LC-2010T 型高效液相色谱仪, Mettler AE240 型 1/10 万电子天平(瑞士), TDL-40B 型台式离心机(上海安亭科学仪器厂), Sartorius

[收稿日期] 20110415(011)

[基金项目] 国家“十一五”科技支撑计划项目
(2006BAI09B06-07)

[第一作者] 谢新年,副教授,从事中药教学与研究, Tel:0371-65962546, E-mail: xxn54@yahoo. cn

[通讯作者] * 张振凌,教授,从事中药炮制学教学与研究, Tel:0371-65680970, E-mail: zhangz6758@163. com

BS210S 型 1/万电子天平(北京 SARTORIUS 有限公司)。

菟丝子药材采购于河南药材市场,经河南中医药大学陈随清教授鉴定为旋花科植物菟丝子 *Cuscuta chinensis* 的干燥成熟种子。取净菟丝子饮片加入适量黄酒,闷润 2 h,置烘箱内,分别在 70, 100, 130, 160, 190 °C 烘制 1 h,取出放凉,即得不同烘制温度酒制菟丝子饮片;黄酒(濮阳亚光制药厂,酒精度为 22%,批号 20040610),槲皮素对照品(中国药品生物制品检定所,批号 100081-200406),甲醇为色谱纯和分析纯,双蒸水,磷酸(天津市北大天医化学试剂厂)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Synergi 4u Hydro-Rp 80A 色谱柱(4.6 mm × 250 mm),流动相甲醇-0.4% 磷酸水(45:55),流速 1 mL · min⁻¹,柱温 35 °C,检测波长 360 nm。

2.2 菟丝子槲皮素供试品溶液的制备

2.2.1 称取药材粉末 0.5 g,精密称定置 100 mL 具塞锥形瓶中,加入 80% 甲醇 50 mL,称定质量,超声提取 20 min,取出静置,补足质量,过滤,用移液管精密移取 10 mL 续滤液,放至蒸发皿中,挥尽溶剂,加 80% 甲醇定容至 2 mL 量瓶中,摇匀,即得。

2.2.2 对照品溶液的制备 精密称取槲皮素对照品 2.33 mg,加 80% 甲醇溶液溶解,定容于 100 mL 量瓶中,摇匀,配成 0.023 3 g · L⁻¹ 的槲皮素对照品溶液。

2.3 菟丝子槲皮素测定方法学考察

2.3.1 线性关系考察 取槲皮素对照品溶液,分别精密吸取 1, 5, 10, 15, 20, 25, 35 μL,进样,测定峰面积。以槲皮素含量 X (μg) 为横坐标,以峰面积为纵坐标,计算回归方程为 $Y = 3\ 958\ 949X - 51\ 803$ ($r = 0.999\ 9$)。结果表明,槲皮素在 0.023 3 ~ 0.815 2 μg 线性关系良好。

2.3.2 精密度试验 精密吸取同一供试品溶液 10 μL,连续进样 6 次,依法操作,测定 6 次, RSD 0.75%,表明精密度良好。

2.3.3 稳定性试验 精密吸取同一供试品溶液 10 μL,每隔 2 h 测定其峰面积, RSD 1.32%,结果表明样品溶液在 0 ~ 24 h 稳定性良好。

2.3.4 重复性试验 取同一批样品,按供试品溶液的制备方法平行制备 6 份,精密吸取上述供试品溶

液 10 μL,分别注入液相色谱仪, RSD 1.36%,结果表明重复性良好。

2.3.5 加样回收率试验 取同一供试品粉末(过 40 目筛)约 0.25 g 共 6 份,精密称定,分别置于锥形瓶中,加入 0.131 0 g · L⁻¹ 槲皮素对照品溶液 1 mL,其余照供试品溶液制备项下同法操作,得各供试品溶液。分别精密吸取各加样回收供试品溶液 10 μL,注入液相色谱仪测定含量,得平均回收率为 98.96%, RSD 1.05%。结果见表 1。

表 1 槲皮素加样回收率试验

No.	样品含量/ mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收 率/%	RSD/ %
1	0.131 7	0.131 0	0.261 4	98.98		
2	0.131 6	0.131 0	0.262 6	100.00		
3	0.135 0	0.131 0	0.262 1	97.02	98.96	1.05
4	0.133 6	0.131 0	0.264 2	99.73		
5	0.131 2	0.131 0	0.260 9	98.99		
6	0.131 7	0.131 0	0.261 5	99.05		

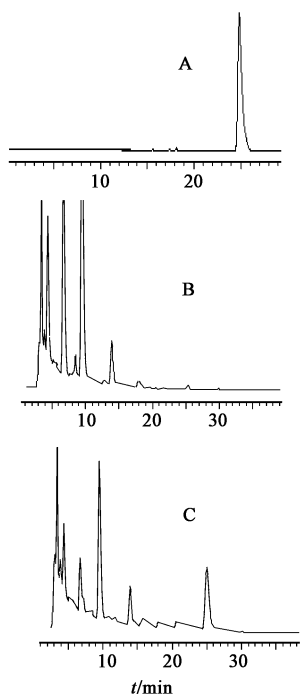
2.4 不同炮制因素样品槲皮素含量的测定 精密吸取供试液各 10 μL,分别注入液相色谱仪,测定槲皮素含量。结果说明生品中几乎不含槲皮素,炮制后含量显著增高,并且不同烘制温度、不同烘制时间、不同闷润时间、不同黄酒用量对菟丝子中槲皮素含量均有影响。见表 2 和图 1。

表 2 不同炮制因素对酒制品中槲皮素平均质量分数的影响

烘制 温度 /°C	槲皮素 /mg · g ⁻¹	烘制 时间 /min	槲皮素 /mg · g ⁻¹	闷润 时间 /h	槲皮素 /mg · g ⁻¹	黄酒 用量 /mL	槲皮素 /mg · g ⁻¹
70	0.060	10	0.094	0.5	0.523	10	0.375
100	0.064	15	0.134	1	0.487	15	0.387
130	0.166	30	0.265	2	0.265	20	0.265
160	0.732	45	0.509	4	0.32	25	0.334
190	0.476	60	0.591	6	0.431	30	0.507

3 讨论

菟丝子中的黄酮类化合物以槲皮素、芦丁及山奈素为主,其中槲皮素含量测定的方法一般使用酸水解的方法,将菟丝子饮片中的槲皮苷,金丝桃苷和芦丁转化为苷元再次测定。而本实验采用甲醇超声的方法,避免酸水解,更好的研究炮制对槲皮素含量的影响,经测定发现生品中几乎不含槲皮素,而经炮制后槲皮素的含量显著增加。近年来研究证明槲皮



A. 对照品; B. 生品; C. 酒制品; 1. 槲皮素

图1 菟丝子 HPLC

素具有广泛的药理活性,故槲皮素炮制后含量增加对于酒制增加温肾壮阳的作用具有一定意义。

菟丝子药材质地坚硬,生品外皮骨质化,不易粉碎,入煎剂时不易于有效成分的煎出,故入汤剂时多用炮制品。用酒制饼法炮制较为多用,但掺入面粉影响有效成分含量,历史上则多用酒浸炒干的方

法^[3],本实验研究炮制工艺条件对菟丝子成分变化的影响,有助于阐明菟丝子酒制炮制的作用机理,提高和保证饮片质量,为制定饮片炮制工艺技术评价体系提供应用基础。

有研究证明酒制后总黄酮含量发生变化^[4],本实验的前期研究证明酒制后金丝桃苷和芦丁等含量降低。因此菟丝子中槲皮素含量升高的原因,可能还与炮制过程中进行加热炮制,增加了槲皮素的溶出,或者是在炮制过程中加热促进了槲皮苷,金丝桃苷和芦丁转化成槲皮素和糖有关。结合不同因素对槲皮素含量的影响,分别从烘制温度,闷润时间,黄酒用量分析槲皮素含量的变化趋势,从烘制时间对槲皮素含量的影响得出炮制的最低时间不得低于60 min,进一步说明了苷类加热水解转化为苷元和糖可能是炮制后槲皮素含量增加的主要方式。

[参考文献]

- [1] 郭澄,王雅君,张剑萍. 菟丝子的化学成分和药理活性研究[J]. 时珍国医国药,2005,16(10):1035.
- [2] 王寿希. 菟丝子不同炮制品浸出物比较[J]. 中药材,1989,12(4):27.
- [3] 方贤. 奇效良方[M]. 上海:商务印书馆,1956:422.
- [4] 田树革,周晓英,肖新芳,等. 菟丝子及其不同炮制品中有效成分含量的研究[J]. 新疆医药大学学报,2001,24(1):68.

[责任编辑 全燕]