

· 制剂与质量 ·

不同瓜蒌子饮片的成分比较

修彦凤^{1,2}, 程雪梅^{1,3}, 刘蕾⁴, 吴 蕾^{1,5*}, 王峰涛^{1,5*}

(1. 上海中医药大学中药研究所, 上海 201203; 2. 上海中医药大学中药学院, 上海 201203; 3. 新疆维吾尔自治区药品检验所, 新疆 乌鲁木齐 830002; 4. 上海雷允上中药饮片厂, 上海 200434; 5. 上海中药标准化研究中心, 上海 201203)

摘要: 目的 建立瓜蒌子中 3, 29-二苯甲酰基栝楼仁三醇的 HPLC 测定方法, 以选择质量较佳的瓜蒌子饮片。方法 以 3, 29-二苯甲酰基栝楼仁三醇为指标, 建立了 HPLC 法测定条件, 色谱柱为 Polaris C₁₈ 柱 (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-水 (93 : 7), 检测波长为 230 nm, 体积流量为 1.0 mL/min, 并对瓜蒌子、炒瓜蒌子、麸炒瓜蒌子、蛤粉炒瓜蒌子、蜜炙瓜蒌子、瓜蒌子霜、瓜蒌仁、炒瓜蒌仁、瓜蒌子壳中该成分进行了测定。结果 3, 29-二苯甲酰基栝楼仁三醇在 0.048 4~2.420 μg 与峰面积线性关系良好, 平均加样回收率为 97.06%。3, 29-二苯甲酰基栝楼仁三醇的质量分数大小依次为: 瓜蒌仁 > 炒瓜蒌仁 > 瓜蒌子 > 炒瓜蒌子 > 麸炒瓜蒌子 > 蛤粉炒瓜蒌子 > 蜜炙瓜蒌子 > 瓜蒌子霜 > 瓜蒌子壳。结论 瓜蒌子和炒瓜蒌子是较佳的瓜蒌子饮片, 这与瓜蒌子临床应用现状是相符合的。

关键词: 瓜蒌子; 3, 29-二苯甲酰基栝楼仁三醇; 高效液相色谱

中图分类号: R283.1; R286.02

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2005)01-0033-03

Component comparison on different slices of prepared Semen Trichosanthis

XU Yan-feng^{1,2}, CHENG Xue-mei^{1,3}, LIU Lei⁴, WU Tao^{1,5}, WANG Zheng-tao^{1,5}

(1. Institute of Chinese Materia Medica, Shanghai University of Traditional Chinese Medicine, Shanghai 201203, China;

2. School of Chinese Materia Medica, Shanghai University of Traditional Chinese Medicine, Shanghai 201203, China;

3. Institute for Drug Control of Xinjiang Uygur Autonomous Region, Urumqi 830002, China; 4. Shanghai

Leiyunshang Factory of Chinese Materia Medica, Shanghai 200434, China; 5. Shanghai Research and

Development Centre for Standardization of Chinese Materia Medica, Shanghai 201203, China)

Abstract: **Objective** To establish the determination of 3, 29-dibenzoyl-karounitriol by HPLC for optimizing the slices of prepared Semen Trichosanthis (ST). **Methods** With 3, 29-dibenzoyl-karounitriol as the marker, HPLC was used to determine the contents of 3, 29-dibenzoyl-karounitriolis in different slices of prepared ST, such as ST, stir-baked ST, stir-baked ST with bran, clam shell powder, or honey, ST frosting, ST kernel, stir-baked kernel of ST, and shell of ST in the condition of chromatographic column: Polaris C₁₈ column (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), mobile phase: methanol-water (93 : 7), detecting wavelength: 230 nm, flow rate: 1.0 mL/min. **Results** 3, 29-Dibenzoyl-karounitriol is in the better linear range to the peak area of 0.048 4—2.420 μg and the mean recovery is 97.06%. The order in different slices of prepared ST is: kernel of ST > stir-baked kernel of ST > ST > stir-baked ST > stir-baked ST with bran > stir-baked ST with clam shell powder > stir-baked ST with honey > ST frosting > shell of ST. **Conclusion** ST and stir-baked ST are better slices of prepared ST, the results are in an accordance with the status of ST in clinical application.

Key words: Semen Trichosanthis (ST); 3, 29-dibenzoyl-karounitriol; HPLC

瓜蒌子又名瓜蒌仁、栝楼子、栝楼仁、栝蒌实等, 为葫芦科植物栝楼 *Trichosanthis kirilowii* Maxim. 或双边栝楼 *T. rosthornii* Ham s. 的干燥成熟果实, 具润肺化痰、滑肠通便之功, 常用于燥咳痰黏、肠燥便秘。瓜蒌子古今入药有生熟之分, 如瓜蒌子、炒瓜

蒌子、麸炒瓜蒌子、蛤粉炒瓜蒌子、蜜炙瓜蒌子、瓜蒌子霜、瓜蒌仁、炒瓜蒌仁等。目前仍在全国各地使用的有瓜蒌子、炒瓜蒌子、蜜炙瓜蒌子、瓜蒌子霜等, 其中瓜蒌子和炒瓜蒌子最常用。陈嘉谟《本草蒙筌》载瓜蒌子制熟后气味较生品好, 可以“免人恶心”。为了

* 收稿日期: 2004-05-06

基金项目: “十五”国家科技攻关项目 (2001BA701A11); 上海市教委“重中之重”重点学科建设项目经费资助; 上海市科委重点攻关项目“中药化学对照品的制备及中药材的指纹图谱研究”(03DZ19546)

作者简介: 修彦凤 (1974—), 女, 山东栖霞人, 讲师, 博士, 主要从事中药炮制及中药质量控制研究。

Tel: (021) 51322210 E-mail: xiu-yf@163.com

* 通讯作者 Tel: (021) 51322506

比较不同瓜蒌子饮片的质量差异,本实验以 3,29-二苯甲酰基栝楼仁三醇为指标,测定了不同瓜蒌子饮片中该成分的质量分数。

1 仪器与材料

WRNM—102 型表面探头、WRNM—104A 型热电偶探头、XMX—801B 便携式数字温度指示仪(上海娄山热工仪表厂);Agilent 1100 高效液相色谱仪(美国惠普公司);MA110 型电子分析天平(上海第二天平仪器厂)。

瓜蒌子药材由上海雷允上中药饮片厂提供,产地为山东枣庄,经桂新副教授鉴定为葫芦科植物栝楼 *T. kirilowii* Maxim. 的干燥成熟果实;蜂蜜购自上海冠生园蜂制品有限公司,麦麸、蛤粉由上海雷允上中药饮片厂提供。

3,29-二苯甲酰基栝楼仁三醇由上海中药标准化研究中心制备,纯度>98%。甲醇为色谱纯,其余试剂均为分析纯。

2 样品的制备

- 2.1 瓜蒌子^[1]:除去杂质及干瘪种子,洗净,晒干。
- 2.2 炒瓜蒌子^[1]:取净瓜蒌子于热锅内,用文火炒至微鼓起,取出,放凉。
- 2.3 蜜炙瓜蒌子^[2]:取炼蜜用水按水与蜜的质量比约为 1:2 稀释,加入瓜蒌子拌匀,稍闷,置热锅内,用文火炒至不粘手为度,取出,放凉。瓜蒌子每 100 kg,用炼蜜 5 kg。
- 2.4 麸炒瓜蒌子^[3]:将麦麸均匀撒入热锅中,至起烟时投入净瓜蒌子,不断翻动并适当控制火力,炒至药物表面呈黄色时取出,筛去麦麸,放凉。瓜蒌子每 100 kg,用麦麸 5 kg。
- 2.5 蛤粉炒瓜蒌子^[4]:将研细过筛后的蛤粉置热锅内,中火加热至蛤粉呈滑动流利状态时,投入净瓜蒌子,不断翻埋烫炒至膨胀鼓起、内部疏松时取出,筛去蛤粉,放凉。瓜蒌子每 100 kg,用蛤粉 50 kg。
- 2.6 瓜蒌子霜^[2]:取净瓜蒌子去壳取仁,碾成泥状,用粗纸包严后,置炉边微热,压榨去油,反复压榨换纸,至成为黄白色松散粉末、纸不显油迹为度。
- 2.7 炒瓜蒌仁^[3]:取净瓜蒌子去壳取仁,置于热锅内,用文火炒至微鼓起、表面微变黄色,取出,放凉。

3 3,29-二苯甲酰基栝楼仁三醇的测定

- 3.1 色谱条件:Polariis C₁₈柱(250 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:甲醇-水(93:7);柱温:25℃;检测波长:230 nm;体积流量:1.0 mL/min。理论塔板数按 3,29-二苯甲酰基栝楼仁三醇计算应不低于 2 000。
- 3.2 供试品溶液的制备:取各种瓜蒌子样品粉碎,

制成粗粉,40℃恒温干燥 6 h。分别取不同样品约 1 g,精密称定,置 50 mL 具塞锥形瓶中,精密加入氯仿 10 mL,密塞,称定质量,超声 30 min,放冷,加氯仿补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,即得。

3.3 对照品溶液的制备:取 3,29-二苯甲酰基栝楼仁三醇对照品约 12 mg,精密称定,置 25 mL 量瓶中,加氯仿溶解并稀释至刻度,摇匀,即得对照品溶液(0.484 0 mg/mL)(临用前新制)。

3.4 线性关系的考察:取对照品溶液进一步稀释得到质量浓度为 0.048 4 mg/mL 溶液。分别吸取该溶液 1 μL、对照品溶液 1、2、3、4、5 μL 进样,按上述色谱条件测定,以对照品的进样量为横坐标,峰面积积分为纵坐标,得回归方程 $Y = 2\,348.5 X - 44.093$, $r = 0.999\,9$,线性范围:0.048 4~2.420 μg。

3.5 精密度考察:取 0.096 8 mg/mL 对照品溶液进样 5 μL,重复进样 6 次,测定峰面积,计算得峰面积的 RSD 为 0.93%。

3.6 稳定性考察:取炒瓜蒌子样品粉末约 1.0 g,精密称定,制备供试品溶液,分别在 0、1、2、3、5、8、12 h 进样测定,进样体积为 5 μL,计算得 3,29-二苯甲酰基栝楼仁三醇峰面积的 RSD 为 1.78%,表明样品在 12 h 内稳定。

3.7 重现性考察:取炒瓜蒌子样品粉末 5 份,制备供试品溶液,进样测定,进样体积为 5 μL,计算 3,29-二苯甲酰基栝楼仁三醇的质量分数,得其 RSD 为 2.56%。

3.8 加样回收率考察:取炒瓜蒌子样品(含 3,29-二苯甲酰基栝楼仁三醇 1.16 mg/g)约 0.2 g,精密称定,加入 3,29-二苯甲酰基栝楼仁三醇对照品 0.242 0 mg,制成供试品溶液,测定,计算得回收率为 97.06%,RSD 为 1.71% ($n=5$)。

3.9 样品的测定:取供试品溶液,进样 5 μL,计算各饮片中 3,29-二苯甲酰基栝楼仁三醇的质量分数,结果见表 1。HPLC 图谱见图 1。

表 1 瓜蒌子饮片中 3,29-二苯甲酰基栝楼仁三醇的质量分数 ($n=2$)

Table 1 3,29-Dibenzoyl-karounitriol in slices of prepared ST ($n=2$)

样 品	3,29-二苯甲酰基栝楼仁三醇 /(mg·g ⁻¹)	样 品	3,29-二苯甲酰基栝楼仁三醇 /(mg·g ⁻¹)
瓜蒌子	1.28	蛤粉炒瓜蒌子	1.10
炒瓜蒌子	1.17	瓜蒌仁	2.18
蜜炙瓜蒌子	1.09	瓜蒌子壳	0.14
瓜蒌子霜	0.20	炒瓜蒌仁	1.52
麸炒瓜蒌子	1.16		

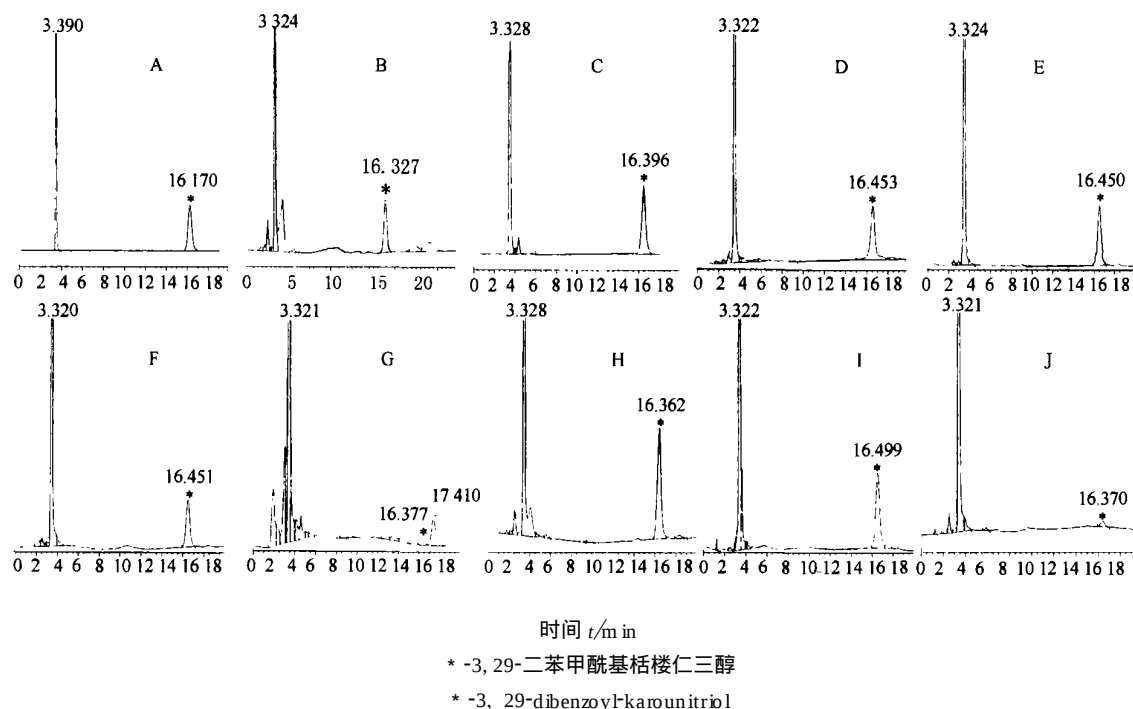


图 1 3, 29-二苯甲酰基栝楼仁三醇对照品(A)、瓜蒌子(B)、炒瓜蒌子(C)、蜜炙瓜蒌子(D)、麸炒瓜蒌子(E)、蛤粉炒瓜蒌子(F)、瓜蒌子霜(G)、瓜蒌仁(H)、炒瓜蒌仁(I)和瓜蒌子壳(J)的HPLC图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of 3, 29-dibenzoyl-karounitriol reference substance (A), ST (B), stir-baked ST (C), stir-baked ST with honey (D), stir-baked ST with bran (E), stir-baked ST with clam shell powder (F), ST frosting (G), ST kernel (H), stir-baked kernel of ST (I), and shell of ST (J)

4 讨论

不同瓜蒌子饮片中 3, 29-二苯甲酰基栝楼仁三醇质量分数大小依次为: 瓜蒌仁 > 炒瓜蒌仁 > 瓜蒌子 > 炒瓜蒌子 > 麸炒瓜蒌子 > 蛤粉炒瓜蒌子 > 蜜炙瓜蒌子 > 瓜蒌子霜 > 瓜蒌子壳, 可以看出该成分在瓜蒌仁中质量分数较高, 瓜蒌子壳中质量分数较少, 经过炮制后该成分的质量分数降低。瓜蒌仁、炒瓜蒌仁、瓜蒌子、炒瓜蒌子中 3, 29-二苯甲酰基栝楼仁三醇的质量分数较高, 瓜蒌仁、炒瓜蒌仁需“去壳”; 操作麻烦, 贮藏不当容易泛油, 所以现在各饮片厂省略了“去壳”的步骤, 主要生产瓜蒌子和炒瓜蒌子, 应用前捣碎。本实验的研究结果符合目前瓜蒌子饮片的临床应用现状, 即瓜蒌子和炒瓜蒌子较为常用, 是质量较佳的瓜蒌子饮片。

瓜蒌子炮制后可以除去油闷的气味, 避免恶心呕吐的不良反应, 是否与 3, 29-二苯甲酰基栝楼仁三醇的质量分数减少有关, 有待进一步研究。

References:

- [1] Ch P (中国药典) [S]. Vol I. 2000.
- [2] Medicinal Administration Bureau of Ministry of Health P. R. China. *National Criterion on Chinese Materia Medica Preparation* (全国中药炮制规范) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1998.
- [3] Institute of Chinese Materia Medica of Chinese Academy of Traditional Chinese Medicine, Beijing Institute for the Control of Pharmaceutical and Biological Products. *Collection of Experience on Chinese Materia Medica Preparation* (中药炮制经验集成) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1998.
- [4] Ye D J. *Subject on Chinese Materia Medica Preparation* (中药炮制学) [M]. Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishers, 1996.

欢迎订阅《中草药》杂志 2004 年增刊

为了加速中药现代化进程, 促进中药产业的技术创新, 我部编辑出版了以“新技术在中药现代化中的应用”为主要内容的增刊。该增刊共收载论文 120 篇, 总字数约 50 万字, 每本定价 60 元, 另加 5.00 元邮费。欢迎广大读者直接向《中草药》杂志编辑部订阅, 款到寄刊。

编辑部地址: 天津市南开区鞍山西道 308 号 邮编: 300193 网址: www.tjipr.com

电话: (022) 27474913 23006821 传真: (022) 23006821 E-mail: zcyzzbjb@tjipr.com