

不同采收期地肤子中皂甙含量的变化

夏玉凤, 王强, 戴岳

(中国药科大学中药分析教研室, 江苏南京 210038)

Changes of saponin content in Kochia scoparia fruit in different collecting times XIA Yu-feng, WANG Qiang, DAI Yue (Department of Analysis for Chinese Materia Medica, China Pharmaceutical University, Nanjing 210038, China), *J. Plant Resour. & Environ.* 2002, 11(4): 54–55

Abstract: In order to examine the most appropriate collecting time, HPLC-ELSD and colorimetric methods were respectively used to determine the content of momordin Ic and total saponins in *Kochia scoparia* (L.) Schrad. fruit at different collecting times. It was shown that the best collecting time was when fruit just matured.

关键词: 地肤子; 皂甙; 地肤子单体皂甙; 高效液相色谱法

Key words: *Kochia scoparia* (L.) Schrad.; saponin; momordin Ic; HPLC

中图分类号: Q946.8; R284 文献标识码: A 文章编号: 1004-0978(2002)04-0054-02

地肤子为藜科植物地肤 [*Kochia scoparia* (L.) Schrad.] 的干燥成熟果实, 始载于《神农本草经》, 具有“治膀胱热、利小便、益精气”等功效, 久服能“耳聪目明、轻身、耐老”。药理研究表明地肤子中所含的三萜皂甙类成分为其主要活性成分, 具有抗炎、抗过敏和抗搔痒等作用^[1,2]。地肤子为一年生草本, 一般于4月上、中旬栽种, 花期为7~9月, 果期为8~10月^[3], 传统经验是在秋季果实成熟时采收, 但何时采收其有效成分含量最高, 这方面尚未见研究和报道。因此, 本文分别采用高效液相色谱法和比色法检测不同采收期地肤子中地肤子单体皂甙(momordin Ic)和总皂甙的含量, 观察其动态变化规律, 确定地肤子的最佳采收时间。

1 实验部分

1.1 仪器、试剂与药品

日本产岛津 LC-10A 液相色谱仪; 法国产 SEDEX55 型蒸发光散射检测器; 日本产岛津 UV2501 分光光度仪。

甲醇为淮阴化学试剂厂产, 色谱纯; 水为纯净水; 香草醛为上海双香助剂厂产, 分析纯; 其余所用试剂均为分析纯。

地肤子为中国药科大学植物园栽培品, 经中国药科大学中药资源学教研室秦民坚副教授鉴定, 采收后先阴干, 粉碎后经50℃干燥48 h, 其含水量在4.97%~5.10%之间。地肤子单体皂甙(momordin Ic)自制, 纯度≥99%。

1.2 地肤子单体皂甙 Ic 的含量测定

1.2.1 色谱条件 色谱柱: LichroSpher C18 (250 mm × 4.6 mm i.d.); 流动相: V(甲醇): V(水): V(冰醋酸) = 85: 15: 0.2; 流速: 1.0 mL/min; ELSD 参数: 漂移管温度70℃; 氮气压力: 0.21 mPa。

1.2.2 线性关系的考察 精密称取对照品地肤子单体皂甙 Ic 2.98 mg, 甲醇溶解并定容至5 mL, 配成0.596 mg/mL的溶液,

精密吸取对照品溶液0.1、0.2、0.4、0.6、0.8和1.0 mL, 加甲醇稀释并定容至1 mL, 摆匀, 进样量20 μL, 以对照品峰面积的常用对数值为纵坐标, 以进样量(μg)的常用对数值为横坐标进行线性回归, 得回归方程为: $Y = 1.53X + 5.01, r = 0.9995$, 线性范围1.19~11.92 μg。

1.2.3 精密度试验 精密吸取上述对照品溶液, 连续重复进样5次, 每次20 μL, RSD为1.3%。

1.2.4 重现性试验 取同一批样品5份, 每份约50 mg, 精密称定, 分别置10 mL量瓶中, 以甲醇定容, 称重, 浸泡过夜后, 超声提取30 min, 称重, 补足原重, 测定时过0.45 μm微孔滤膜, 取20 μL进样。结果该批地肤子中地肤子单体皂苷 Ic 平均含量为2.73%, RSD为1.5%。

1.2.5 回收率试验 取上述已知含量的地肤子样品约25 mg, 共5份, 精密称定, 每份各精密加入一定量的对照品, 按上法制备并测定, 得平均回收率为99.28%, RSD为1.6% ($n = 5$)。

1.2.6 供试品溶液的制备与测定 精密称取经粉碎的不同采收期地肤子干燥样品适量, 分别以10倍量甲醇浸泡过夜后, 超声提取30 min, 过滤, 回收溶剂后以甲醇定容至10 mL, 测定时过0.45 μm微孔滤膜, 取20 μL进样。

1.3 地肤子总皂甙的含量测定

1.3.1 标准曲线的制备 精密称取对照品地肤子单体皂苷 Ic 1.91 mg, 加甲醇溶解并定容至1 mL, 制成对照品溶液, 精密吸取30、60、90、120和150 μL置具塞试管中, 摆去甲醇, 精密加入新鲜配制的5%香草醛-冰醋酸溶液0.2 mL, 随即在冰浴中加入高氯酸0.8 mL, 摆匀, 于60℃水浴中加热15 min后

收稿日期: 2002-06-10

基金项目: 国家新药基金资助项目(96-901-05-210)

作者简介: 夏玉凤(1967-), 女, 江苏高淳人, 本科, 助理研究员, 主要从事中药分析等工作。

取出,冷却,精密加入冰醋酸 5.0 mL,摇匀。作随行试剂空白,在 UV-2501 分光光度仪上,于 548 nm 处比色测定吸收度,绘制标准曲线。线性范围 57.3 ~ 286.5 μg, 回归方程: $Y = 3.6017 \times 10^{-3} X - 0.01262$, $r = 0.9998$ 。

1.3.2 供试品溶液的制备及测定 分别取经粉碎的不同采收期地肤子干燥样品约 100 mg, 精密称定。用甲醇浸提并定容至 10 mL, 静置过夜, 超声提取 30 min, 过滤, 回收甲醇至干, 残渣加 10 mL 水溶解, 以石油醚萃取 2 次, 每次 10 mL, 弃去醚层, 水层再以水饱和的正丁醇萃取 3 次, 每次 15 mL, 合并正丁醇层, 以正丁醇饱和的水 10 mL 萃取 1 次, 回收正丁醇至干, 加甲醇溶解并定容至 10 mL。按标准曲线测定方法进行测定。

2 结果与讨论

不同采收期地肤子中地肤子单体皂甙(momordin Ic)和总皂甙的测定结果见表 1, 其中对照品和 10 月 8 日采收的样品 HPLC 色谱图见图 1 和图 2。

表 1 不同采收期地肤子中地肤子单体皂甙和总皂甙的含量
Table 1 The contents of momordin Ic and total saponins of *Kochia scoparia* (L.) Schrad. in different collecting times

采收时间 Collecting times	样品性状 Fruits description	Ic	Ts
2001-08-24	果实绿色残存黄色花被、无膜质小翅	0.03	0.57
2001-09-03	果实绿色、无膜质小翅	0.56	1.68
2001-09-13	果实灰绿色有少量膜质小翅	0.91	3.78
2001-09-24	果实灰绿色有膜质小翅	2.96	4.13
2001-10-08	果实棕褐色有膜质小翅	3.70	5.45
2001-10-15	果实褐色有膜质小翅	3.35	5.01
2001-10-29	果实黑褐色有膜质小翅	3.37	5.01

Ic: 地肤子单体皂甙含量 content of momordin Ic (%) ; Ts: 总皂甙含量 content of total saponins (%)

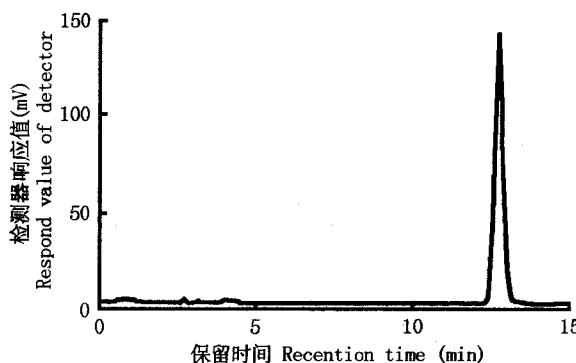


图 1 对照品地肤子单体皂苷的 HPLC 色谱图
Fig. 1 HPLC chromatogram of momordin Ic

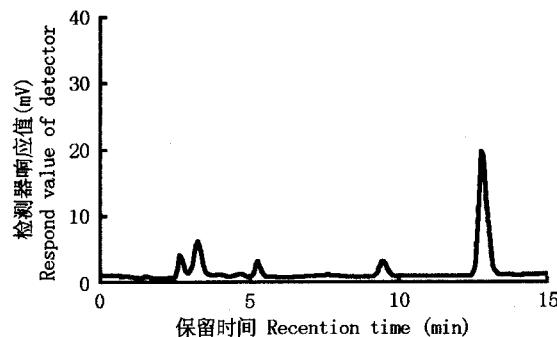


图 2 10月8日采收的地肤子的 HPLC 色谱图

Fig. 2 HPLC chromatogram of *Kochia scoparia* (L.) Schrad. collected in 8, Oct

本实验是以文献记载的果期 8 至 10 月作为采收期, 从 8 月果实刚形成时开始采收, 每隔 10 d 采收 1 次, 至 10 月底采收结束。从实验结果可看到地肤子在成熟前其皂甙的含量随时间变化显著, 至刚成熟时(10月8日)其单体皂甙与总皂甙的含量最高, 成熟后随着时间的推移, 其含量又有所下降, 因此在传统采收经验的基础上还应注意要在果实刚成熟时采收为宜。

本文所用的材料是栽培品, 与野生品的生长环境可能存在一定的差异, 但其有效成分在植物体内的代谢变化规律应基本一致, 所以实验结果具有参考价值。

参考文献 :

- [1] Kubo M, Matsuda H, Dai Y, et al. Studies on *Kochiae Fructus* I. Antipruritogenic effect of 70% ethanol extract from *Kochiae Fructus* and its active component [J]. *Yakugaku Zasshi*, 1997, 117(4): 193 - 201.
- [2] Matsuda H, Dai Y, Ido Y et al. Studies on *Kochiae Fructus* IV. Anti-allergic effects of 70% ethanol extract and its component, momordin Ic from dried fruits of *Kochia scoparia* L. [J]. *Biol Pharm Bull*, 1997, 20 (11): 1165 - 1170.
- [3] 江苏新医学院. 中药大辞典 [M]. 上海: 上海科技出版社, 1986. 1633 - 1635.