

苏州西山岛产枇杷叶的药材品质分析

任冰如, 陈智坤, 陈 剑, 梁呈元, 吕 寒, 李维林^①

[江苏省·中国科学院植物研究所(南京中山植物园) 江苏省药用植物研究开发中心
江苏省抗糖尿病药物筛选技术服务中心, 江苏 南京 210014]

Analysis on medicinal quality of leaf of *Eriobotrya japonica* produced in Xishan Island of Suzhou REN Bingru, CHEN Zhikun, CHEN Jian, LIANG Chengyuan, LYU Han, LI Weilin^① (Jiangsu Center for Research and Development of Medicinal Plants, Jiangsu Provincial Service Center for Anti-diabetic Drugs Screening, Institute of Botany, Jiangsu Province and the Chinese Academy of Sciences, Nanjing 210014, China), *J. Plant Resour. & Environ.* 2014, 23(2): 119-120

Abstract: Qualitative analysis of leaf sample of *Eriobotrya japonica* (Thunb.) Lindl. collected from Xishan Island of Suzhou in 2009 was conducted by thin layer chromatographic method, and contents of water, total ash, extracts, oleanolic acid and ursolic acid in leaf of *E. japonica* collected in 2006 and 2009 were determined. The results show that methanol extracts of leaf sample contains ursolic acid. Water content in leaf sample collected in 2006 and 2009 is 13.99% and 12.75%, total ash content is 11.66% and 13.35%, extract content is 12.76% and 12.60%, and total content of oleanolic acid and ursolic acid is 1.517% and 1.157%, respectively. It is suggested that content of medicinal effective components in leaf of *E. japonica* produced in Xishan Island is high.

关键词: 枇杷叶; HPLC; 齐墩果酸; 熊果酸; 药材品质

Key words: leaf of *Eriobotrya japonica* (Thunb.) Lindl.; HPLC; oleanolic acid; ursolic acid; medicinal quality

中图分类号: Q946.8; R286.0 文献标志码: A 文章编号: 1674-7895(2014)02-0119-02

DOI: 10.3969/j.issn.1674-7895.2014.02.19

枇杷叶为枇杷(*Eriobotrya japonica* (Thunb.) Lindl.)的干燥叶片,为常用中药材之一^[1]。目前已从枇杷叶中分离得到三萜酸类、黄酮类及多酚类等多种有效成分^[2-3],其中,三萜酸类是枇杷叶的主要药效物质,具有抗炎、降血糖和抗病毒等活性,主要包括齐墩果酸、熊果酸、蔷薇酸和科罗素酸等成分^[4],目前已将齐墩果酸和熊果酸作为枇杷叶质量检测标准^[1]。大量的分析结果^[5-8]表明:不同产地、不同季节、落叶与生长叶和不同品种枇杷叶间的三萜酸类成分存在差异。

江苏苏州西山岛是全国五大著名枇杷产区之一,枇杷栽种历史悠久,所产枇杷果实品质优良,目前尚未见有关西山岛产枇杷叶药材品质研究的相关报道。为此,作者对苏州西山岛产枇杷叶的水分、总灰分、浸出物、齐墩果酸和熊果酸的含量进行了分析,旨在为枇杷叶资源的利用提供参考依据。

1 材料和方法

1.1 材料

供试的2批枇杷叶样品分别于2006年5月和2009年11

月采自江苏省苏州市吴中区金庭镇(西山岛)林屋村,均为枇杷树的自然落叶,由本所郭荣麟研究员鉴定,经日光晒干后备用;枇杷叶对照品完整叶片由中国食品药品检定研究院提供;供试样品叶片和对照叶片分别粉碎,用于薄层层析分析以及水分、总灰分和浸出物含量测定的样品过24目筛,用于齐墩果酸和熊果酸含量测定的样品过50目筛。齐墩果酸对照品购自中国药品生物制品检定所(批号0709-9803),熊果酸对照品购自中国食品药品检定研究院(批号110742-200518)。

1.2 方法

1.2.1 薄层层析分析 参照文献[1]制备2009年的样品及对照品的甲醇提取物,以熊果酸对照品的甲醇溶液为对照进行硅胶G薄层分析。点样量各1 μ L,展开剂为V(甲苯):V(丙酮)=5:1,显色剂为体积分数10%硫酸-乙醇溶液。

1.2.2 成分分析 称取样品粉末3g(精度0.001g),采用烘干法^[1]测定水分含量,每批样品2份,每份重复3次。称取样品粉末2.5g(精度0.001g),采用灼烧法^[1]测定总灰分含量,每批样品重复2次。称取样品粉末4g(精度0.0001g),采用热浸法^[1]测定浸出物含量,每批样品重复2次。

收稿日期: 2013-09-05

基金项目: 江苏省产学研联合创新资金项目(BY2009144); 江苏省科技基础设施建设计划—科技公共服务平台项目(BM2011117); 国家自然科学基金资助项目(21102058)

作者简介: 任冰如(1964—),女,江苏宜兴人,博士,研究员,主要从事植物资源的研究与开发。

^①通信作者 E-mail: lwlcnb@cnbg.net

1.2.3 齐墩果酸和熊果酸含量测定 采用 HPLC 法^[1]测定齐墩果酸和熊果酸含量。

1.2.3.1 对照品的 HPLC 分析 分别精密称取齐墩果酸和熊果酸对照品 1.70 和 3.40 mg, 用甲醇溶解并定容至 10 mL; 取齐墩果酸和熊果酸对照品溶液各 1 和 2 mL 混匀, 即为对照品溶液, 二者的质量浓度分别为 57 和 227 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。用 DIONEX ultimate 3000 型高效液相色谱仪进行 HPLC 分析。色谱条件: DIONEX Acclaim[®]120 C₁₈ 柱(4.5 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相为 V(乙腈):V(甲醇):V(质量体积分数 0.5% 乙酸铵) = 67:12:21; 检测波长 210 nm, 流速 1 mL · min⁻¹, 柱温 25 °C, 理论塔板数不低于 5 000, 进样量 20 μL 。

1.2.3.2 样品溶液制备及 HPLC 分析 参照文献[1]的方法用体积分数 95% 乙醇制备样品溶液, 按照上述色谱条件进行 HPLC 分析; 每批样品测定 1 份, 每份样品重复 3 次。采用外标法计算样品溶液中齐墩果酸和熊果酸浓度, 并根据公式 “ $C = [(c \times 50) / (m \times 10)] \times 100\%$ ” 计算样品中齐墩果酸及熊果酸含量。式中: C 为样品中齐墩果酸或熊果酸含量; c 为样品溶液中齐墩果酸或熊果酸浓度; m 为样品质量。

1.3 数据处理和分析

采用 EXCEL 2003 软件对实验数据进行统计和分析。

2 结果和分析

2.1 薄层层析分析结果

硅胶 G 薄层层析结果表明: 2009 年采集的枇杷叶样品与

枇杷叶对照品斑点一致, 均具有与熊果酸对照品一致的斑点, 说明西山岛产枇杷叶中含有熊果酸, 符合药材标准^[1]。

2.2 成分含量分析结果

不同年份苏州西山岛枇杷叶中各成分含量的测定结果见表 1。2006 年和 2009 年采集的枇杷叶样品中的水分含量分别为 13.99% 和 12.75%, 略高于或略低于“不得超过 13.0%^[1]”的标准。据此建议枇杷叶采收后应充分干燥并妥善贮存。

2006 年和 2009 年采集的枇杷叶样品中的总灰分含量分别为 11.66% 和 13.35%, 均高于“不超过 9.0%^[1]”的标准, 可能由于供试枇杷叶样品多为自然落叶并摊晒于地面, 易沾染泥沙, 其叶片绒毛也易附着尘土; 另外, 生长环境、土质和肥水条件等的差异也可能导致植物生理性灰分的变化。

2006 年和 2009 年采集的枇杷叶样品中的浸出物含量分别为 12.76% 和 12.60%, 均低于 2010 年版“药典”的标准(不得少于 18.0%)^[1], 却高于 2005 年版“药典”的标准(不得少于 10.0%)^[9]。除与“药典”不同版本灰分测试方法的差异有关外, 也可能与西山岛枇杷叶本身的品质有关。

2006 年采集的枇杷叶样品中的齐墩果酸和熊果酸含量分别为 0.247% 和 1.270%, 二者总含量为 1.517%; 2009 年采集的枇杷叶样品中的齐墩果酸和熊果酸含量分别为 0.183% 和 0.973%, 二者总含量为 1.157%。这 2 批枇杷叶样品中齐墩果酸和熊果酸的总含量均明显高于相关药材的测试标准(不得少于 0.70%^[1]), 其中 2006 年采集的样品中齐墩果酸和熊果酸的总含量是相关标准的 2 倍以上。可见, 西山岛产枇杷叶的有效成分含量较高, 药用品质较好。

表 1 苏州西山岛产枇杷叶中成分含量的比较 ($\bar{X} \pm SD$)

Table 1 Comparison on component contents in leaf of *Eriobotrya japonica* (Thunb.) Lindl. produced in Xishan Island of Suzhou ($\bar{X} \pm SD$)

采样时间 Sampling time (YYYY-MM)	水分含量/% Water content	总灰分含量/% Total ash content	浸出物含量/% Extract content	有效成分含量/% Content of effective component		
				齐墩果酸 Oleanolic acid	熊果酸 Ursolic acid	总计 Total
2006-05	13.99±0.38	11.66±0.28	12.76±0.04	0.247±0.011	1.270±0.028	1.517±0.033
2009-11	12.75±0.14	13.35±0.17	12.60±0.05	0.183±0.017	0.973±0.027	1.157±0.030

参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2010 年版(一部) [M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 190-191.
- [2] 陈 剑, 李维林, 吴菊兰, 等. 枇杷叶的化学成分[J]. 植物资源与环境学报, 2006, 15(4): 67-68.
- [3] 陈 剑, 李维林, 吴菊兰, 等. 枇杷叶的化学成分研究(I) [J]. 中草药, 2006, 37(11): 1632-1634.
- [4] 沙 娜, 梁敬钰. 枇杷叶研究进展[J]. 海峡药学, 2006, 18(1): 6-10.
- [5] 吕 寒, 习超鹏, 陈 剑, 等. 不同产地枇杷叶中三萜酸类成分的含量比较[J]. 时珍国医国药, 2010, 21(12): 3170-3171.
- [6] 吕 寒, 习超鹏, 陈 剑, 等. 不同生长季节枇杷叶中三萜酸成分的含量变化[J]. 中国中药杂志, 2009, 34(18): 2353-2355.
- [7] 戚雁飞, 李 颀. 不同采收期枇杷叶的质量评价及其药材稳定性研究[J]. 中草药, 2011, 42(6): 1217-1220.
- [8] 吕 寒, 习超鹏, 陈 剑, 等. 不同枇杷叶药材中三萜和黄酮类成分含量的比较[J]. 中成药, 2009, 31(1): 89-92.
- [9] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2005 年版(一部) [M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 142.

(责任编辑: 佟金凤)