

不同产地秦艽药材的质量差异性研究

徐 蕾¹, 梁宗锁¹, 王 琬¹, 付瑞锋¹, 魏永胜¹, 解娟芳²

(1. 西北农林科技大学 生命科学学院, 陕西 杨陵 712100; 2. 隆德县西北药材科技有限公司, 宁夏 隆德 756300)

摘 要:以秦艽药材为试材, 采用薄层色谱法(Thin-layer chromatogram, TLC)和高效液相色谱法(High-performance liquid chromatography, HPLC)对不同产地的 14 批次秦艽中水分、灰分、酸不溶灰分、浸出物、龙胆苦苷、马钱苷酸含量进行了测定。结果表明:不同产地气候环境差异较大, 导致各地秦艽中各种成分含量差异较大。该结果可为评价秦艽药材的质量提供参考。

关键词:秦艽; 产地; 质量标准

中图分类号:Q 949. 776. 4 **文献标识码:**B **文章编号:**1001—0009(2014)15—0173—04

秦艽(*Gentiana macrophylla* Pall.) 属龙胆科(Gentianaceae) 龙胆属(*Gentiana* L.) 秦艽组(Sect. *Cruciata Gaudin*)植物^[1], 秦艽的干燥根为临床常用中药材^[2]。目前, 有 20 种秦艽组植物分布在世界各地, 我国存在 17 种, 秦艽在我国的分布, 北起自大兴安岭, 经由内蒙古草原, 沿祁连山北麓一直到到天山一线, 东至太行山脉, 向南则到云贵高原西北缘, 西达青藏高原东部。主产区为山西、甘肃、四川、青海、东北、陕西等地, 其中甘肃省的产量最高^[3]。秦艽的主要功效是祛风除湿, 活血化瘀利尿清热。多用于治疗风湿疼痛、关节拘挛、小儿疳热。秦艽的活性成分主要是龙胆苦苷、獐牙菜苦苷、獐牙菜苷、马钱苷酸。其中, 龙胆苦苷具有抗炎、抗菌、抗过敏、镇静、镇痛、退热、保肝护肝等作用^[4-7]。

近年来, 国内一些研究报道了秦艽的药理作用及化学成分的分离和分析等工作, 但由于秦艽药材来源复杂, 2010 年版中国药典规定了秦艽的药材来源主要指秦艽、粗茎秦艽、麻花秦艽或者小秦艽的干燥根, 其中秦艽及麻花秦艽在国家重点保护的药用植物物种中列为国家三级重点保护植物。由于市场上不同产地的秦艽药材质量差别较大, 为了更加全面地了解不同产地秦艽药材的质量差异性, 课题组收集了全国 14 批不同产地的秦艽药材, 并且按照 2010 年版中国药典一部附录的相应项目, 对其进行了测定, 检测项目包括水分、灰分、酸不溶灰分、浸出物及有效活性成分含量。以全面了解不同产

地秦艽药材的质量差异性, 为建立更加可靠、完善的秦艽药材质量标准提供依据和参考, 也为进一步的化学和药理相关性的研究奠定基础。

1 材料与方法

1.1 试验材料

供试龙胆苦苷和对照马钱苷酸均购于中国药品生物制品检定所, 批号分别为 110770-201013 和 111865-201102。不同产地的药材从各地药材市场购得(表 1), 经西北农林科技大学张跃进教授鉴定为龙胆科龙胆属秦艽组植物秦艽(*Gentiana macrophylla* Pall.)。

试剂: 甲醇和乙腈购自天津市科密欧化学试剂有限公司, 均为色谱纯; 水为自制超纯水; 其它试剂均为分析纯(四川西陇化工有限公司生产)。

仪器: RE-52AA 旋转蒸发仪(上海亚荣生化仪器厂); XMTD-8000 电热恒温鼓风干燥箱(上海博泰实验设备公司); SX2-4-10 马福炉(上海博泰实验设备公司); HH-4 电热恒温水浴锅(上海浦东物理光学仪器厂); KH-250DE 超声波清洗器(昆山禾创超声仪器有限公司); SSI-1500 高效液相色谱仪(美国科学系统公司); Discovery DV215CD 型电子天平(美国奥豪斯仪器有限公司); KH-250DH 型超声波仪(昆山市超声仪器有限公司); 0.45 μ m 微孔滤膜(天津津腾实验设备有限公司)。

1.2 试验方法

取不同产地样品粉末各 0.5 g, 加入 10 mL 甲醇, 超声处理 15 min, 过滤后取滤液作为供试品溶液。另取龙胆苦苷对照品, 加甲醇制成 1 mL 含 1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。中国药典 2010 年版薄层色谱法(附录 VI B)试验, 吸取供试品溶液 5 μ L、对照品溶液 1 μ L, 分别点于同一硅胶 GF254 薄层板上, 以乙酸乙酯: 甲醇: 水 = 10: 2: 1 为展开剂, 取出, 晾干, 置紫外光灯 254 nm 处下检视。

第一作者简介:徐蕾(1988-), 女, 硕士研究生, 现主要从事药用植物规范化生产等研究工作。E-mail: xulei0606@sina. cn.

责任作者:魏永胜(1970-), 男, 博士, 副教授, 现主要从事植物水分与抗旱分子生物学等研究工作。E-mail: wyshe70@126. com.

基金项目:宁夏自然科学基金资助项目(NZ13207); 陕西省重大产业集群资助项目(2012KZCL 02-07)。

收稿日期:2014-04-21

1.3 项目测定

1.3.1 常规项目含量测定 水分测定参照 2010 年版中国药典一部附录 IX H 水分测定法,灰分测定参照 2010 年版中国药典一部附录 IX K 灰分测定法,浸出物测定参照 2010 年版中国药典一部附录 XA 测定法项下水溶性浸出物测定法中的热浸法对 14 个不同产地的秦艽进行测定,结果见表 1。

1.3.2 龙胆苦苷和马钱苷酸的含量测定 色谱条件:色谱条件参照 2010 年版中国药典(一部)附录,色谱柱:Alltech Chrom BDS-C18 色谱柱(4.6 mm×150 mm, 5 μm)。流动相 A:1%乙腈,流动相 B:0.1%醋酸溶液。流速 1.0 mL/min,检测波长 254 nm,柱温 30℃,进样量 10 μL。理论塔板数按龙胆苦苷色谱峰计算应不低于 3 000。

1.3.3 供试溶液的制备 对照品溶液的制备:分别精密称取龙胆苦苷、马钱苷酸,加甲醇分别制成龙胆苦苷 0.708 mg/mL、马钱苷酸 0.304 mg/mL 的对照品溶液;过 0.45 μm 微孔滤膜得对照品溶液。供试品溶液的制备:取该品粉末(过四号筛)约 0.5 g,精密称定,置 50 mL 具塞锥形瓶中,精密加入 20 mL 甲醇,称定重量,超声处理(功率 500 W,频率 40 kHz),30 min,冷却后再称重,加甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液即得;滤液过 0.45 μm 微孔滤膜,得供试品溶液。

1.3.4 线性关系考察 精密吸取龙胆苦苷对照品溶液 1、5、9、13、17、21 μL,在上述色谱条件下依次进样,以进样量为横坐标,以峰面积为纵坐标,拟合回归方程,龙胆苦苷 $Y = 4.89766 \times 10^5 X - 4.16563 \times 10^5$, $R^2 = 0.9999$ 。表明龙胆苦苷在 0.7~14.7 μg 范围内与峰面积呈良好的线性关系。精密吸取马钱苷酸对照品溶液 1、3、5、7、9、11 μL,在上述色谱条件下依次进样,以进样量为横坐标,峰面积为纵坐标,计算回归方程,马钱苷酸 $Y =$

$3.31932 \times 10^5 X - 4.58690 \times 10^4$, $R^2 = 0.9997$ 。表明马钱苷酸在 0.3~3.3 μg 范围内与峰面积呈良好的线性关系。

1.3.5 精密度试验 取同一样品溶液,参照方法 1.3.2 连续进样 6 次,每次进样量为 10 μL,测得龙胆苦苷色谱峰面积的 RSD 为 0.6%,马钱苷酸含量的 RSD 为 0.3%,表明系统精密度良好。

1.3.6 重现性试验 取同一秦艽样品粉末 6 份,精密称定,参照方法 1.3.2 和 1.3.3 每次进样量为 10 μL,测得龙胆苦苷含量的 RSD 为 2.3%,马钱苷酸含量的 RSD 为 2.5%,表明重现性良好。

1.3.7 稳定性试验 取秦艽样品粉末 1 份,精密称定,参照方法 1.3.2 和 1.3.3 分别于 0、2、4、8、16、24 h 进样,每次进样 10 μL,测得龙胆苦苷色谱峰面积的 RSD 为 0.8%,表明样品溶液在 24 h 内稳定。

1.3.8 加样回收率试验 取已知质量分数的秦艽样品粉末 5 份,约 0.5 g,精密称定,分别按已知质量分数的 50%加入龙胆苦苷对照品,参照方法 1.3.2 和 1.3.3 每次进样量为 10 μL,测定龙胆苦苷质量分数,计算平均回收率为 100.2%(RSD 为 1.28%)。

1.3.9 样品的含量测定 取秦艽样品粉末,平行 3 份,参照方法 1.3.2 和 1.3.3 每次进样量为 10 μL,进行含量测定,结果见图 1 和图 2。

2 结果与分析

2.1 含水量

将所有样品统一放在避光、恒温、恒湿条件下多天后再进行含水量测定。由表 1 可知,不同产地秦艽含水量波动于 5.02%~8.31%,其中有 4 个产地的秦艽含水量超过了 7%。总的看来,不同产地的秦艽含水量均较高。

表 1 不同产地秦艽的水分、总灰分、酸不溶性灰分、浸出物含量

Table 1 Contents of water, total ash, acid-insoluble ash and extract of *Gentiana macrophylla* Pall. from different producing areas

| 编号 Number | 产地 Producing area | 水分 Water/% | 总灰分 Total ash/% | 酸不溶灰分 Acid-insoluble ash/% | 浸出物 Extract/% |
|--------------|----------------------|---------------|--------------------|-------------------------------|------------------|
| 1 | 陕西太白 | 6.89 | 3.12 | 1.65 | 30.89 |
| 2 | 山西阳泉 | 7.57 | 6.24 | 2.53 | 27.21 |
| 3 | 内蒙古海拉尔 | 6.42 | 6.49 | 1.83 | 28.97 |
| 4 | 内蒙古通辽 | 5.12 | 5.52 | 1.23 | 27.15 |
| 5 | 云南洱源 | 6.90 | 3.98 | 0.97 | 28.89 |
| 6 | 河北张家口蔚县 | 5.28 | 4.43 | 1.21 | 28.12 |
| 7 | 青海同仁 | 6.34 | 4.26 | 1.42 | 25.11 |
| 8 | 辽宁沈阳 | 8.31 | 5.11 | 2.82 | 30.28 |
| 9 | 甘肃定西漳县 | 5.02 | 4.25 | 1.80 | 33.12 |
| 10 | 甘肃天水 | 7.14 | 3.32 | 1.81 | 36.25 |
| 11 | 陕西陇县 | 5.07 | 4.61 | 1.48 | 38.42 |
| 12 | 宁夏固原基地 | 6.47 | 5.48 | 2.82 | 34.46 |
| 13 | 宁夏隆德沙塘 | 6.94 | 3.91 | 1.72 | 36.63 |
| 14 | 宁夏六盘山 | 7.28 | 3.80 | 1.50 | 43.38 |

2.2 总灰分含量

由表 1 可知,不同产地秦艽总灰含量波动于 3.12%~6.49%,各产地间差异较大。参照中国药典的相关规定,秦艽药材的总灰分含量标准以不超过 6%较为合适。

2.3 酸不溶灰分含量

由表 1 可知,不同产地秦艽酸不溶灰分含量波动于 0.97%~2.82%,各产地间差异较大。由此可见,不同产地的秦艽含有的一些惰性无机物含量有所差别。这些无机物被人体服用后一般较难吸收,由于其含量在药材中所占比例较小,对药效影响也相应较小。

2.4 浸出物含量

由表 1 可知,不同产地秦艽浸出物含量波动于 25.11%~43.38%。由此可见,各别产区秦艽中水溶性物质含量较高。这些水溶性物质主要为次生物质裂环环烯醚萜苷类,其中龙胆苦苷占绝大部分,獐牙菜苦苷、獐牙菜苷、6'-氧- β -D-葡萄糖基龙胆苦苷占少量,这些成分也是秦艽药材中的重要活性成分^[8-9]。

2.5 龙胆苦苷和马钱苷酸含量

由图 1 和图 2 可知,秦艽的龙胆苦苷与马钱苷酸含量总和波动于 2.56%~12.42%之间,而 2010 年版中国药典规定秦艽中龙胆苦苷与马钱苷酸含量总和不得低于 2.5%。所有产地秦艽的龙胆苦苷含量均明显高于中国药典规定的范围,其中以宁夏六盘山秦艽最高,其次为陕西陇县,含量最低为青海同仁。

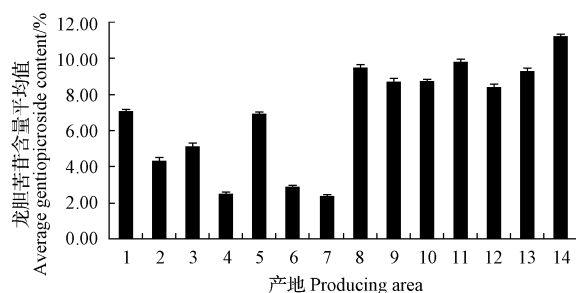


图 1 不同产地秦艽的龙胆苦苷含量

Fig. 1 Content of gentiopicroside of *Gentiana macrophylla* Pall. from different producing areas

3 结论

由于不同产地地形和气候等环境因素不同,各地秦艽成分含量差异较大。从测量结果看,宁夏境内气候条件特殊,适合大面积种植秦艽,且栽培秦艽中龙胆苦苷含量远远高于药典要求,特别是隆德等地相对海拔低,气候湿润,适合于中药材生长,可以大面积种植。另

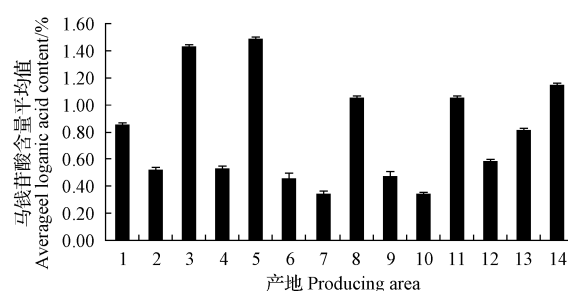


图 2 不同产地秦艽的马钱苷酸含量

Fig. 2 Content of loganic acid of *Gentiana macrophylla* Pall. from different producing areas

外,秦艽在生产过程中需用水冲洗,在该过程中有效成分龙胆苦苷有损失^[10-12]。另外,水分限量按照检查样品的平均值适当上浮,暂定为不得超过 7.5%;总灰分限量按照检查样品的平均值适当上浮,暂定为不得超过 6%;酸不溶灰分按照检查样品的平均值适当上浮,暂定为不得超过 2%;浸出物按照检查样品的平均值适当降低,暂定为不得低于 28%。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 299.
- [2] 郭伟娜, 魏朔南. 秦艽的生物学研究[J]. 中国野生植物资源, 2008(4): 1-5.
- [3] 吴玉泓, 吴迪, 崔治家, 等. 不同产地秦艽的质量和遗传多样性研究[J]. 中药材, 2011(4): 517-519.
- [4] 倪慧, 卿德刚, 古力努尔, 等. EPR 技术研究新疆地产秦艽清除自由基作用及对细胞膜流动性的影响[J]. 中国药理学通报, 2005, 21(10): 1278-1279.
- [5] 苏晓玲, 李福安, 魏全嘉, 等. 秦艽水煎液对小鼠急性肝损伤肿瘤坏死因子- α 和白细胞介素-10 表达的影响[J]. 时珍国医国药, 2010, 21(4): 827-828.
- [6] 高兰月, 高亦珑, 赵淑红. 秦艽对心血管的作用及毒性研究[J]. 中国民族民间医药杂志, 2010, 19(11): 24.
- [7] 王玮, 邓庚, 陈利达, 等. 大秦艽汤对脑缺血大鼠凝血及血小板黏附、聚集功能的影响[J]. 中国中医药科技, 2010(2): 116-117.
- [8] 穆祯强, 于洋, 高吴, 等. 龙胆属秦艽组植物的化学成分和药理作用研究进展[J]. 中国中药杂志, 2009, 34(16): 2012-2017.
- [9] Tang W, Eisenbrand G. Chinese drugs of plant origin. Chemistry, pharmacology, and use in traditional and modern medicine[M]. Springer-Verlag, 1992: 549-553.
- [10] 孟祥才, 陈士林, 王喜军. 论道地药材及栽培产地变迁[J]. 中国中药杂志, 2011, 36(13): 1687-1692.
- [11] 陈千良, 石张燕, 孙文基, 等. 不同栽培年限秦艽药材质量变异研究及适宜采收年限的确定[J]. 西北大学学报(自然科学版), 2010, 40(2): 277-281.
- [12] 陈德煜. 中药材采收加工环节对其质量的影响[J]. 中国中医药现代远程教育, 2011, 9(11): 87-88.

Study on the Quality Differences of Chinese Medicine *Gentiana macrophylla* Pall. From Different Producing Areas

XU Lei¹, LIANG Zong-suo¹, WANG Wan¹, FU Rui-feng¹, WEI Yong-sheng¹, XIE Juan-fang²

辣椒新品种“郑椒 17”的选育

赵香梅, 郭 竞, 张建国, 陈 曼, 申爱民

(郑州市蔬菜研究所, 河南 郑州 450015)

摘 要:“郑椒 17”是以自交系 L219-7-3-2-3-1 为母本, L198-2 为父本配制而成的辣椒一代杂种。该植株生长势强、抗逆性强; 第一花平均着生节位 8.2 节, 早熟; 果实羊角形, 青熟期黄绿色, 老熟期鲜红色; 辣味浓, 商品性好。果实纵茎 22.0 cm, 横径 3.7 cm, 平均单果质量 50~80 g; 可溶性总糖含量 2.56%, 维生素 C 含量 92.3 mg/100g; 高抗病毒病、疫病、炭疽病; 每 667 m² 产量 4 000~5 000 kg。该品种适宜在河南省及其周边地区推广种植。

关键词:辣椒; “郑椒 17”; 一代杂种; 选育

中图分类号:S 641.3 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2014)15-0176-03

辣椒营养丰富, 维生素 C 含量冠盖群菜, 并含有其它多种营养物质。果色为黄绿色的辣椒(俗称黄皮辣椒)品种, 更以其亮丽的颜色、口感好、品质佳、上市早等优点受到种植者和消费者的青睐。为了满足市场的需要, 课题组以培育优质、丰产、抗病、早熟或中早熟黄皮辣椒品种为育种目标, 开展了黄皮辣椒新品种选育研究工作。

1 选育过程

“郑椒 17”是以自交系 L219-7-3-2-3-1 为母本, L198-2 为父本配制而成的辣椒一代杂种。母本 L219-7-3-2-3-1

是通过对外国引进的黄皮羊角椒一代杂交品种后代进行分离、多代单株选择选育而成。该亲本主要特征包括: 植株生长势强, 开花节位 7~8 节, 早熟; 果实为长羊角形, 果长 20~28 cm, 果宽 2.8~3.0 cm, 青熟果黄绿色, 单果重 45~60 g 左右, 味辣。抗病性强, 结果多。

父本 L198-2 是利用从内蒙古及山东引进的 2 个育种材料“引 92-11”和“引 93-24”杂交后代, 对后代进行多代系选育成的一个优良自交系。该亲本主要特征包括: 植株生长势较强, 中早熟, 开花节位 9~11 节; 果实为粗大牛角形, 辣味适中, 青熟果黄绿色, 单果重 70~100 g 左右, 果长 18~22 cm, 果宽 4.0~4.5 cm, 肉厚 0.36 cm 左右。结果能力中等, 抗病性较强。

2008 年配制杂交组合, 2009 年进行组合力测定试验, L219-7-3-2-3-1×L198-2(组合编号 08-30)表现突出, 符合育种目标。2010~2011 年进行品种比较试验, 并命名为“郑椒 17”。2012~2013 年参加河南省区域试验及生产试验, 综合表现优良, 于 2014 年 3 月通过河南省农作物品种鉴定。

2 选育结果

2.1 丰产性

2.1.1 品种比较试验 2010~2011 年在郑州市蔬菜研究

第一作者简介:赵香梅(1970-), 女, 硕士, 助理研究员, 现主要从事辣椒和茄子新品种选育等研究工作。E-mail: zxm991225@sohu.com.

责任作者:申爱民(1968-), 男, 研究员, 现主要从事辣椒和茄子新品种选育等研究工作。E-mail: zzsclj@163.com.

基金项目:郑州市科技创新团队资助项目(096SYJH17093); 郑州市重大科技专项资助项目(10ZDZX025); 郑州市重点科技攻关资助项目(131PZDGG311); 郑州市科技创新团队资助项目(131PCXTD635)。

收稿日期:2014-04-17

(1. College of Life Science, Northwest Agriculture and Forest University, Yangling, Shaanxi 712100; 2. Northwest Herbs Technology Co. Ltd., Longde, Ningxia 756300)

Abstract: Taking *Gentiana macrophylla* Pall. as raw material, the content of water, total ashes, acid-insoluble ashes, water-insoluble extracts, gentiopicroside and loganic acid of 14 batches of *Gentiana macrophylla* Pall. from different producing areas were analyzed by the method of thin-layer chromatogram and high-performance liquid chromatography in order to set up the quality standards of *Gentiana macrophylla* Pall.. The results showed that the quality of *Gentiana macrophylla* Pall. varied with their producing areas. The established standers in this research were typical and they could be used in the quality control of *Gentiana macrophylla* Pall..

Key words: *Gentiana macrophylla* Pall.; producing area; quality standard