

贺 鹏, 罗旭璐, 阚 欢, 等. 3 种梔子中梔子黄色价、梔子苷及总皂苷含量比较[J]. 江苏农业科学, 2014, 42(8): 287-289.

### 3 种梔子中梔子黄色价、梔子苷及总皂苷含量比较

贺 鹏<sup>1,2</sup>, 罗旭璐<sup>1,2</sup>, 阚 欢<sup>1</sup>, 刘 云<sup>1</sup>, 陆 斌<sup>3</sup>, 赵 平<sup>1,2</sup>

(1. 西南林业大学西南山地森林资源保育与利用省部级重点实验室, 云南昆明 650224;

2. 西南林业大学云南省木材胶黏剂及胶合制品重点实验室, 云南昆明 650224; 3. 云南省林业技术推广总站, 云南昆明 650000)

**摘要:**采用紫外分光光度法、HPLC 法对 3 个梔子品种混-1、B13-1、C13-1 果实、果仁、果皮中的梔子黄色价、梔子苷含量、总皂苷含量进行了测定。结果表明, B13-1、C13-1 果实的梔子黄色价较高且数值相当, 混-1 果实的色价相对较低; C13-1 果实中的梔子苷含量最高(3.86%), B13-1 次之(3.14%), 混-1 最低(2.84%); 3 个品种的梔子黄色价、梔子苷及总皂苷的含量均以果仁中最高; 3 个梔子品种中, 品种 B13-1 任何部位的梔子黄色价都是最高的; C13-1 果实中梔子苷、总皂苷含量较其他品种高, B13-1 果仁中梔子苷含量较其他品种高。

**关键词:**梔子; 品种; 梔子黄色价; 梔子苷; 总皂苷

**中图分类号:** R284.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2014)08-0287-02

梔子为茜草科(Rubiaceae)梔子属(*Gardenia*)植物梔子(*G. jasminoides*)的干燥成熟果实, 是我国传统的大宗常用中药材之一, 具有泻火除烦、清热利湿、凉血解毒等功效, 用于治疗热病心烦、湿热黄疸、淋证涩痛、目赤肿痛等症<sup>[1-2]</sup>。研究表明, 梔子的主要化学成分包括梔子黄色素(gardenia yellow)、梔子苷(geniposide)、皂苷类(saponins)等, 梔子具有抗氧化<sup>[3-4]</sup>、细胞毒性<sup>[5]</sup>、抗炎<sup>[6]</sup>、抗血栓<sup>[7]</sup>等多种生理活性。梔子在我国分布区域广泛, 产地、品种、采收期的不同对梔子药材成分影响较大。梔子黄色素作为一种稀有的优良水溶性天然植物色素, 被广泛应用于食品、化妆品、医药领域<sup>[8]</sup>。近年来, 学者们相继开展了梔子苷含量测定方法、水溶性成分指纹图谱等研究, 发现梔子果仁中的梔子黄色素、梔子苷含量最高, 且梔子苷含量因产地不同存在较大差异<sup>[8-15]</sup>。目前关于不同品种梔子中主要化学成分的含量研究鲜有报道。本研究对产自云南省普洱市景谷县的 3 个梔子品种混-1、B13-1、C13-1 果实、果仁、果皮中的梔子黄色素色价、梔子苷、总皂苷含量进行分析, 以期对梔子优良品种选育提供参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

3 个梔子品种混-1、B13-1、C13-1 的干燥成熟果实由云南省林业技术推广总站提供, 于 2013 年 6 月采自云南省普洱市景谷县。将梔子果实、果仁、果皮分别粉碎并过 40 目筛后备用。梔子苷对照品、齐墩果酸对照品购自中国药品生物制品检定所, 香草醛、乙酸、高氯酸、石油醚、乙醇、甲醇、正丁醇均为分析纯, 乙腈为色谱纯, 水为重蒸馏水。

### 1.2 仪器

UV-1000 紫外可见分光光度计(北京莱伯泰科仪器有

限公司)、Agilent 1200 型高效液相色谱仪(美国安捷伦公司)、200 g 装高速中药粉碎机(浙江省瑞安市永历制药机械有限公司)、N-1100 旋转蒸发仪(日本东京理化器械株式会社)、CP224C 型电子天平(奥豪斯仪器有限公司)、HH-2 数显恒温水浴锅(常州国华电器有限公司)。

### 1.3 方法

**1.3.1 梔子黄色价的测定** 参照陆伟等的方法<sup>[16]</sup>制备梔子黄, 分别取梔子粉末 10 g, 按料液比 1 g : 10 mL 加入 60% 乙醇溶液后封口, 在 100 W、45 ℃ 下提取 20 min。称取约 0.15 g 梔子黄用水溶解, 稀释至适当倍数, 以水作空白对照, 用分光光度计在 440 nm 处测定吸光度  $D_{440\text{ nm}}$  ( $D_{440\text{ nm}}$  控制在 0.3 ~ 0.7 之间), 重复 3 次, 按公式(1)计算色价:

$$E_{1\text{ cm}}^{1\%}(440 \pm 5) \text{ nm} = (D_{440\text{ nm}}/C)/100 \quad (1)$$

式中:  $D$  为实际测定试样液的吸光度,  $C$  为被测试样液的浓度(g/mL)。

**1.3.2 梔子苷含量的测定** HPLC 条件为: 色谱柱 Eclipse XDB-C<sub>18</sub>, 4.6 mm × 150 mm, 5 μm; 流动相: 乙腈 : 水 = 15 : 85; 柱温: 40 ℃; 检测波长: 238 nm; 流速: 0.7 mL/min; 进样量: 5 μL。精确配制 28 μg/mL 梔子苷对照品溶液, 分别取 2、4、6、8、16 μL 对照品溶液在上述色谱条件下测定梔子苷质量, 梔子苷对照品的保留时间为 4.93 min, 重复 2 次, 以标样平均峰面积为纵坐标、标样梔子苷质量(μg)为横坐标, 绘制梔子苷含量标准曲线(图 1), 回归方程为  $y = 16.788x + 20.849$  ( $r^2 = 0.9994$ ), 表明梔子苷在 0.056 ~ 0.448 μg 范围内线性关系良好。精确称取 10 mg 试样于具塞锥形瓶中, 加入 10 mL 60% 乙醇溶液, 称定质量, 超声处理 20 min, 放冷后加 60% 乙醇水溶液补足质量, 摇匀滤过后将所得溶液用 0.45 μm 滤膜过滤, 在上述色谱条件下对试样液进行测定, 重复 3 次, 计算试样中的梔子苷含量。

**1.3.3 梔子中总皂苷含量测定** 参照毛得奖等的方法<sup>[17]</sup>, 精确称取齐墩果酸对照品 3 mg, 配成 0.3 mg/mL 甲醇溶液。分别取 0、0.2、0.4、0.6、1.2、1.4 mL 标准溶液, 挥发干试剂后加入 5% 香草醛-冰醋酸 0.2 mL(现配现用)、高氯酸 0.8 mL 混匀, 60 ℃ 水浴加热 15 min, 取出后立刻用流水冷却, 加 5 mL

收稿日期: 2013-11-08

作者简介: 贺 鹏(1990—), 男, 湖南永州人, 硕士研究生, 主要从事天然产物化学研究。E-mail: 727250894@qq.com。

通信作者: 赵 平, 博士, 研究员, 主要从事天然产物化学研究。Tel: (0871) 63863045; E-mail: hypzhao@aliyun.com。

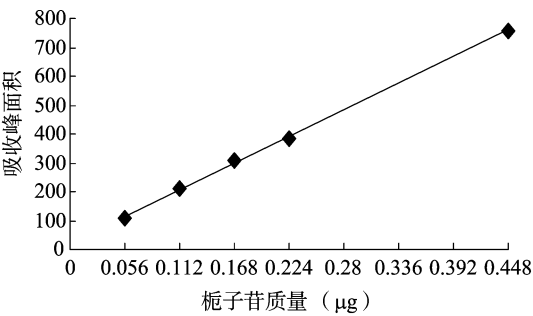


图1 栀子苷含量标准曲线

乙酸稀释混匀,以试管中空白溶液作为空白对照,测 550 nm 处的吸光度  $D_{550\text{ nm}}$ ,重复 2 次,以平均  $D_{550\text{ nm}}$  为纵坐标、对照品浓度为横坐标,绘制标准曲线(图 2),回归方程为  $y = 51.575x - 0.0403 (r = 1.000)$ 。

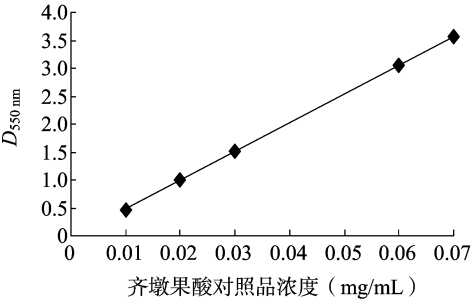


图2 栀子中总皂苷含量标准曲线

参照郝宁等的方法<sup>[18]</sup>制备供试品溶液,称取粉末 500 mg,加入石油醚 40 mL,超声 40 min 后过滤,弃掉滤液;在滤渣中加入 40 mL 80% 乙醇,再超声 40 min,过滤,弃掉滤渣;将滤液减压浓缩干燥后加 40 mL 水,用 40 mL 水饱和正丁醇萃取,重复 3 次;合并正丁醇萃取液后用水洗涤 3 次,减压浓缩干燥后加入甲醇溶解并定容至 10 mL 容量瓶中,作为供试品溶液。取 0.25 mL 供试品溶液于洁净干燥的试管中,减压浓缩干燥后,按上述标准曲线制备方法测  $D_{550\text{ nm}}$ ,重复 3 次,根据标准曲线得到样品浓度,计算供试品的总皂苷含量。

2 结果与分析

采用紫外分光光度法及 HPLC 法,对 3 个栀子品种混-1、B13-1、C13-1 果实、果仁、果皮中栀子黄色价、栀子苷、总皂苷含量进行测定,结果见表 1。

2.1 栀子黄色价比较

从表 1 可知,B13-1、C13-1 果实的栀子黄色价较高且数值相当,混-1 果实的色价相对较低,但均符合 GB 7912—2010《食品添加剂 栀子黄》中色价  $\geq 10$  的要求。3 个栀子品种中,栀子黄色价均以果仁最高,果实次之,果皮最低。

2.2 栀子苷含量比较

由表 1 可知,3 个栀子品种中,C13-1 果实中的栀子苷含量最高(3.86%),B13-1 次之(3.14%),混-1 最低(2.84%)。3 个栀子品种中,栀子苷含量均以果仁最高,果实次之,果皮最低。在 3 个栀子品种果仁中,B13-1 栀子苷含量最高(4.89%),果皮中则仅以微量形式存在,接近 0。

表 1 3 个栀子品种不同部位的栀子黄色价、栀子苷及总皂苷含量

品种	部位	栀子黄色价	栀子苷含量 (%)	总皂苷含量 (%)
混-1	果实	79.71 ± 0.68	2.84 ± 0.04	6.26 ± 0.14
	果仁	92.10 ± 0.19	3.89 ± 0.04	12.90 ± 0.25
	果皮	46.86 ± 0.44	1.30 ± 0.02	6.28 ± 0.04
B13-1	果实	112.59 ± 1.78	3.14 ± 0.01	9.40 ± 0.05
	果仁	115.44 ± 0.55	4.89 ± 0.01	15.58 ± 0.03
	果皮	79.21 ± 0.94		6.10 ± 0.09
C13-1	果实	111.24 ± 4.95	3.86 ± 0.01	10.20 ± 0.13
	果仁	114.93 ± 0.93	4.53 ± 0.04	15.69 ± 0.13
	果皮	68.81 ± 0.76	1.19 ± 0.01	6.69 ± 0.09

2.3 总皂苷含量比较

由表 1 可知,3 个栀子品种中,C13-1 果实中的总皂苷含量最高(10.20%),B13-1 次之(9.40%),混-1 最低(6.26%)。BB-1、CB-1 这 2 个栀子品种中,总皂苷含量均以果仁最高,果实次之,果皮最低。B13-1、C13-1 果仁中的总皂苷含量较高,分别为 15.58%、15.69%。

3 结论与讨论

本研究表明,B13-1、C13-1 果实的栀子黄色价较高且数值相当,混-1 果实的色价相对较低,但均符合 GB 7912—2010《食品添加剂 栀子黄》中色价  $\geq 10$  的要求。3 个栀子品种中,C13-1 果实中的栀子苷含量最高,B13-1 次之,混-1 最低。无论哪个品种,栀子黄色价、栀子苷及总皂苷的含量均以果仁中最高。3 个栀子品种中,品种 B13-1 任何部位的栀子黄色价都是最高的。C13-1 果实中栀子苷、总皂苷含量较其他品种高,但 B13-1 果仁中栀子苷含量较其他品种高。苏伟等发现,栀子果实总皂苷具有较强的抗氧化功能<sup>[4]</sup>。Wang 等从栀子根中分离鉴定了 10 种三萜皂苷类化合物,发现它们对 HeLa、A549、MCF-7、A354-S2 细胞株具有细胞毒活性<sup>[19]</sup>。栀子黄色价、栀子苷、总皂苷含量受栽培条件、种质资源、采收期等诸多因素的影响,而本研究仅对 3 个栀子品种进行了分析比较,结果表明,B13-1、C13-1 的品质较混-1 优。栽培条件、水肥管理等因素对栀子黄色价、栀子苷、总皂苷含量的影响还需进一步研究。

参考文献:

[1] 国家药典委员会. 中国药典:一部[M]. 北京:中国医药科技出版社,2010:31-232.

[2] 张炳鑫. 中药炮制品古今演变评述[M]. 北京:人民卫生出版社,2011:387.

[3] Tseng T H, Chu C Y, Huang J M, et al. Crocetin protects against oxidative damage in rat primary hepatocytes[J]. Cancer Letters, 1995, 97(1): 61-67.

[4] 苏伟,赵利,刘建涛,等. 栀子总皂苷抗氧化能力的研究[J]. 食品科学, 2009, 30(15): 75-77.

[5] Jagadeeswaran R, Thirunavukkarasu C, Gunasekaran P, et al. In vitro studies on the selective cytotoxic effect of crocetin and quercetin[J]. Fitoterapia, 2000, 71(4): 395-399.

[6] Koo H J, Song Y S, Kim H J, et al. Antiinflammatory effects of genipin, an active principle of gardenia[J]. European Journal of Pharmacology, 2004, 495(2/3): 201-208.

林丽萍,李 英,吕 晔. 毛冬青根提取液不同部位的血小板聚集抑制活性[J]. 江苏农业科学,2014,42(8):289-290.

# 毛冬青根提取液不同部位的血小板聚集抑制活性

林丽萍,李 英,吕 晔

(江苏省中国科学院植物研究所,江苏南京 210014)

**摘要:**采用萃取和柱层析法制备毛冬青各提取部位;用 Born 比浊法,以 ADP 为诱导剂检测毛冬青根提取液各部位对血小板聚集的抑制率,从而确定毛冬青根抗血小板聚集的有效部位。结果表明,各部位均具有不同程度的抑制效果。其中水部位和 D101-95% 乙醇部位活性最强,且在 0.08~0.5 mg/mL 范围内,随着剂量的增加,其活性也随之加强,抗血小板聚集活性与剂量呈正相关。

**关键词:**毛冬青;提取部位;抗血小板聚集

**中图分类号:**R285 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-1302(2014)08-0289-02

毛冬青为冬青科(Aquifoliaceae)冬青属植物毛冬青(*Ilex pubescens* Hook. et Am.)的干燥根,具有活血通脉、消肿止痛、清热解毒之功效。已有研究结果表明毛冬青制剂有扩张血管及抗菌消炎的作用,临床用于冠状动脉硬化性心脏病,血栓闭塞性脉管炎,并用于中心性视网膜炎,小儿肺炎等疾病的治疗,有显著疗效<sup>[1]</sup>。查阅大量文献可知,当前报道的毛冬青中具有抗血小板聚集活性的单体化合物有毛冬青甲素<sup>[2]</sup>、毛冬青酸<sup>[3-4]</sup>、Ilexosides D<sup>[5]</sup>、Ilexosides J<sup>[6]</sup>、Ilexgenin A、缩醛基毛冬青化合物 R<sub>4</sub><sup>[7]</sup>、Pubescenosides A 和 Pubescenosides B<sup>[8]</sup> 8 种。此外,笔者以 Ilexgenin A 为先导化合物进行结构修饰,也得到了一系列具有抗血小板聚集活性的衍生物<sup>[9]</sup>。然而,究竟毛冬青根提取液中哪个部位抗血小板聚集活性高,前人没有做过详细的研究。本研究利用萃取和柱层析的方法,获得毛冬青根提取液的不同极性部位,以 ADP 为诱导剂,测定它们对血小板聚集的抑制效果,为后续有效成分的分离纯化奠

定基础。

## 1 材料与方法

### 1.1 动物

新西兰大耳白兔♀♂兼用,体质量 1.7~2.0 kg,由南京市江宁区青龙山动物繁殖场提供。

### 1.2 药物与试剂

毛冬青于 2012 年采自广西,经广西药用植物园韦发南研究员鉴定为毛冬青科冬青属植物毛冬青(*Ilex pubescens* Hook. et Am.)的干燥根,留样样品保存在本所标本馆;柱层析硅胶和薄层层析硅胶(青岛海洋化工有限公司产品);阿司匹林(Sigma,货号:A2093);甲醇、正丁醇、二氯甲烷、乙醇、DMSO 均为国产分析纯(上海实意化学试剂有限公司产品)。

### 1.3 仪器

普通层析柱,超声仪,型号 KQ2200B,昆明市超声仪器有限公司产品;低温离心机,型号 1-15K, Sigma Corporation 公司产品;血小板聚集仪,型号 LBY-NJ,北京普利生仪器有限公司产品。

### 1.4 毛冬青提取液各部位的制备

将毛冬青根原材料粉碎后,70% 乙醇回流提取 3 次,每次

收稿日期:2013-10-31

基金项目:江苏省自然科学基金(编号:BK2012378)。

作者简介:林丽萍(1979—),女,福建永定人,博士,助理研究员,主要从事天然活性成分研究与开发。E-mail:llp790720@yeah.net。

通信作者:吕 晔,研究员。E-mail:1020915216@qq.com。

[7] Suzuki Y, Kondo K, Ikeda Y, et al. Antithrombotic effect of geniposide and genipin in the mouse thrombosis model[J]. *Planta Medica*, 2001, 67(9): 807-810.

[8] 艾志录, 张晓宇, 乔明武, 等. 天然食用色素栀子黄的应用特性研究[J]. *食品工业科技*, 2003, 24(12): 69-73.

[9] Wang X S, Wu Y F, Dai S L, et al. Ultrasound-assisted extraction of geniposide from *Gardenia jasminoides*[J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2012, 19(6): 1155-1159.

[10] 罗光明, 陈 岩, 张晓云, 等. 不同品种及产地栀子水溶性成分指纹图谱研究[J]. *中成药*, 2008, 30(4): 475-479.

[11] 张 村, 肖永庆, 李 丽, 等. 栀子果实不同部位中环烯醚萜苷类成分的比较研究[J]. *中国中药杂志*, 2009, 34(15): 1949-1951.

[12] He M L, Cheng X W, Chen J K, et al. Simultaneous determination of five major biologically active ingredients in different parts of *Gardenia jasminoides* fruits by HPLC with diode-array detection[J]. *Chro-*

matographia, 2006, 64(11/12): 713-717.

[13] 柴 丽, 吴继东. 不同产地栀子药材的质量研究[J]. *中国临床医药研究杂志*, 2006, 147(2): 46-47.

[14] 庄义修, 陈华师. HPLC 法测定不同产地栀子中栀子苷的含量[J]. *亚太传统医药*, 2009, 5(6): 20-21.

[15] 王 谦, 唐 灿, 姚 健, 等. 各栀子主产区栀子中栀子苷含量的比较研究[J]. *泸州医学院学报*, 2009, 32(2): 133-135.

[16] 陆 伟, 钱 铨, 张卫明, 等. 栀子黄色素的提取及精制研究[J]. *中国调味品*, 2009, 34(11): 84-86.

[17] 毛得奖, 朱亚玲, 庞海强, 等. 垂序商陆浆果红色素提取及总皂苷含量测定研究[J]. *中国调味品*, 2012, 37(12): 99-102.

[18] 郝 宁, 李海燕, 李宏博, 等. 白头翁及其同属植物总皂苷含量测定[J]. *时珍国医国药*, 2012, 23(10): 2474-2475.

[19] Wang J, Lu J C, Lv C N, et al. Three new triterpenoid saponins from root of *Gardenia jasminoides* Ellis. [J]. *Fitoterapia*, 2012, 83(8): 1396-1401.