中国药业
China Pharmaceuticals
2021年8月20日 第30卷第16期
Vol. 30, No. 16, August 20, 2021

doi:10.3969/j.issn.1006－4931.2021.16.024

甜瓜蒂药材质量标准提升研究

冯淑萍

（山西省运城市食品药品检验所，山西 运城 044000）

摘要：目的 提升甜瓜蒂的地方药材标准。**方法** 收集山西省各地甜瓜栽培品种样品10批。采用显微镜对样品横切面进行鉴别；采用薄层色谱法对样品进行定性鉴别；参照2020年版《中国药典（四部）》测定样品的水分、灰分、杂质；采用高效液相色谱法测定其中葫芦素B的含量，色谱柱为Waters XBridge C_{18}柱（250 mm×4.6 mm，5 μm），流动相为甲醇－水（60∶40，*V*/*V*），流速为1.0 mL/min，检测波长为228 nm，柱温为30 ℃，进样量为10 μL。**结果** 10批药材样品的显微特征基本相同，重复性较好；药材样品溶液的薄层色谱斑点清晰，分离度好，阴性对照无干扰；10批药材样品水分的平均值为9.6%，灰分的平均值为3.1%，杂质测定值极低；葫芦素B进样量在0.081 2～1.611 3 μg范围内与峰面积线性关系良好，精密度、稳定性、重复性试验的*RSD*均小于2%，平均回收率为102.72%，*RSD*为0.62%（$n=6$）。**结论** 建议在甜瓜蒂药材的地方质量标准中增加显微鉴别、薄层色谱鉴别、水分限度（不得过12.0%）、灰分限度（不得过4.0%）及含量测定（葫芦素B不得少于0.20%）项，暂不列入“杂质”项。该研究结果可为甜瓜蒂药材地方质量标准的修订提供参考。

关键词：甜瓜蒂；地方质量标准；显微鉴别；薄层色谱法；高效液相色谱法；水分限度；灰分限度；含量测定

中图分类号：R932；R286.0　　**文献标志码：**A　　**文章编号：**1006－4931(2021)16－0092－04

Improvement of Quality Standard of *Pedicellus Melo*

FENG Shuping

（*Yuncheng Institute for Drug and Food Control*, *Yuncheng*, *Shanxi*, *China* 044000）

Abstract: Objective To improve the standard of the local medicinal materials of *Pedicellus melo*. **Methods** A total of 10 samples of *Pedicellus melo* were collected from different regions of Shanxi Province. The cross－section of the sample was identified by microscope. The samples were qualitatively identified by thin－layer chromatography (TLC). The water, ash and impurities of the samples were determined according to the *Chinese Pharmacopoeia* (2015 Edition, Volume Ⅰ). The content of cucurbitacin B was determined by the high－performance liquid chromatography (HPLC) method, the chromatographic column was Waters XBridge C_{18} column (250 mm×4.6 mm, 5 μm), the mobile phase was methanol－water (60∶40, *V*/*V*), the flow rate was 1.0 mL/min, the detection wavelength was 228 nm, the column temperature was 30 ℃, and the injection volume was 10 μL. **Results** The microscopic characteristics of 10 batches of medicinal materials were the same, and the repeatability was good. The TLC spots of the medicinal material sample solution were clear with good separation, and the negative control had no interference. The average water content of 10 batches of medicinal materials was 9.6%, the average ash content was 3.1%, and the determination value of impurities was very low. The linear range of cucurbitacin B was 0.081 2－1.611 3 μg. The *RSD*s of precision, stability and repeatability tests were less than 2%, the average recovery of cucurbitacin B was 102.72% with *RSD* of 0.62% ($n=6$). **Conclusion** It is suggested that the items of microscopic identification, TLC identification, moisture limit (not more than 12.0%), ash limit (not more than 4.0%) and content determination (the content determination of cucurbitacin B not less than 0.20%) should be added to the local quality standard of *Pedicellus Melo*, but the item of "simpurity" should not be included temporarily. This study provides a reference for the revision of the local quality standard of *Pedicellus melo*.

Key words: *Pedicellus melo*; local quality standards; microscopic identification; TLC; HPLC; moisture limit; ash limit; content determination

甜瓜蒂为葫芦科植物甜瓜 *Cucumis melo* L. 的干燥果柄，有涌吐痰食、除湿退黄功效。甜瓜蒂别名苦丁香、甜瓜把、瓜丁、瓜蒂，始载于《神农本草经》并被列为上品。其主要含有葫芦素系化合物，包括葫芦素B，D，E，异葫芦素B等，还含有皂苷、甾醇、氨基酸等。葫芦素是一类高度氧化的四环三萜类化合物，具有抗癌、抗炎、保肝、提高机体免疫力等药理作用。葫芦素系化合物中，葫芦素B含量超过80%，是抗肝炎、肝癌的有效单体。有研究表明，葫芦素B对体外肿瘤有显著抑制作用，可促进肿瘤细胞发生氧化应激损伤，可抗小鼠肝纤维化，可抑制食管癌细胞增殖、迁移、克隆，促进细胞凋亡[1－6]。甜瓜蒂现收载于1987年版《山西省中药材标准》，但仅有来源、性状、性味、功能主治、用法用量、注意、贮藏项。现拟修订甜瓜蒂药材的地方质量标准，增加显微鉴别，薄层色谱鉴别，水分、灰分、杂质及含量测定项。现报道如下。

1　仪器与试药

1.1　仪器

Waters e2695型高效液相色谱仪，含紫外－可见光检测器（美国Waters公司）；Agilent Cary 3500型紫外－可见分光光度计（美国Agilent公司）；ME55型、ME155DU型

第一作者：冯淑萍，女，硕士研究生，副主任药师，研究方向为中药质量标准，（电子信箱）fspxst@163.com。

电子分析天平(瑞士 Mettler Toledo 公司,精度为十万分之一);KQ－250E 型超声仪(昆山市超声仪器公司)。

1.2 试药

葫芦素 B 对照品(成都曼思特生物科技有限公司,批号为 MUST－11081601,规格为 20 mg,含量为 99.2%);甜瓜蒂对照药材(中国食品药品检定研究院,批号为 1178－200001);甲醇为色谱纯,其余试剂为分析纯,水为超纯水。

甜瓜蒂药材样本来源:2 组采自运城夏县尉郭乡白张村,批号分别为 20180512,20180517,均为白皮瓜;2 组采自运城稷山县太阳乡白池村,批号分别为 20180615,20180619,均为白皮瓜;2 组采自运城新绛县龙兴镇桥东村,批号分别为 20180713,20180719,均为花纹瓜;2 组采自运城闻喜县裴社乡大泽村,批号分别为 20180723(花纹瓜),20180729(白皮瓜);2 组购自忻州,批号分别为 XZ－2019－1,XZ－2019－2,均为花纹瓜。10 组药材样本(编号 1～10 号)基源鉴定结果均符合规定。

2 方法与结果

2.1 显微鉴别

样本横切面显微结果:木栓层为数列细胞,断续可见;表皮细胞扁长方形,外被角质层;皮层内有 1 圈由数列厚壁细胞组成的环,细胞呈多角形,直径 32～45 μm,壁木化,腔大;维管束双韧型,纤维束排列成环;木质部导管较大,明显;髓大,由薄壁细胞组成,常呈空洞状。10 批样品显微特征基本相同,重复性较好。详见图 1。

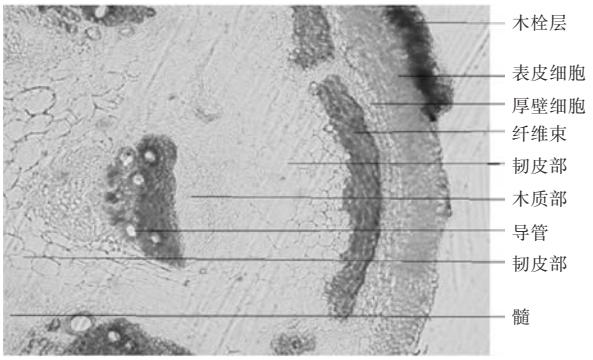
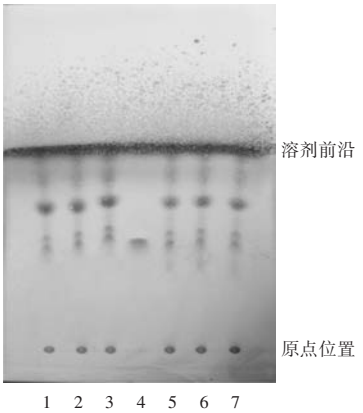


图 1 药材样品横切面显微特征图

Fig. 1 Microscopic characteristics of the cross－section of *Pedicellus melo*

2.2 薄层色谱鉴别

取药材样品适量,研为粉末,取约 1 g,加入乙醇 10 mL,超声(功率 300 W,频率 40 kHz)处理 30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇 1 mL 使溶解,即得供试品溶液。取甜瓜蒂对照药材 1 g,同法制成对照药材溶液。取葫芦素 B 对照品,加乙醇制成每 1 mL 含 3 mg 的对照品溶液。照薄层色谱法[2020 年版《中国药典(四部)》通则 0502]试验,吸取上述 3 种溶液各 3～5 μL,分别点于同一硅胶 G 板上,以二氯甲烷－乙酸乙酯(2∶1,*V*/*V*)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以磷钼酸试液(取磷钼酸 5 g,加无水乙醇使溶解成 100 mL,即得),105 ℃加热至斑点显色清晰。供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液和对照品溶液色谱相应位置上显相同颜色的斑点。详见图 2。



1－2,5－7. 供试品溶液 3. 对照药材溶液 4. 对照品溶液

图 2 甜瓜蒂薄层色谱图

1－2,5－7. Test solution 3. Reference medicinal material solution 4. Reference solution

Fig. 2 TLC chromatograms of *Pedicellus melo*

2.3 水分、灰分、杂质检查

水分:测定结果见表 1。结合 2020 年版《中国药典(四部)》通则 0212 果实类药材的水分规定,将水分限度定为不得过 12.0%,纳入标准。

表 1 药材样品水分及灰分测定结果(%)

Tab. 1 Determination result of moisture and ash in the sample(%)

指标	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	$\bar{X}$
水分	10.3	9.9	9.5	9.5	9.4	8.9	9.2	10.2	9.1	10.3	9.6
灰分	2.9	2.7	3.2	3.5	2.8	2.9	3.3	3.4	3.0	3.2	3.1

灰分:测定结果见表 1。据此将甜瓜蒂药材总灰分的限度定为不得过 4.0%,纳入标准。

杂质:按 2020 年版《中国药典(四部)》通则 2301“杂质检查法”检查,结果 10 批药材样品所含杂质极少,故不列入标准。

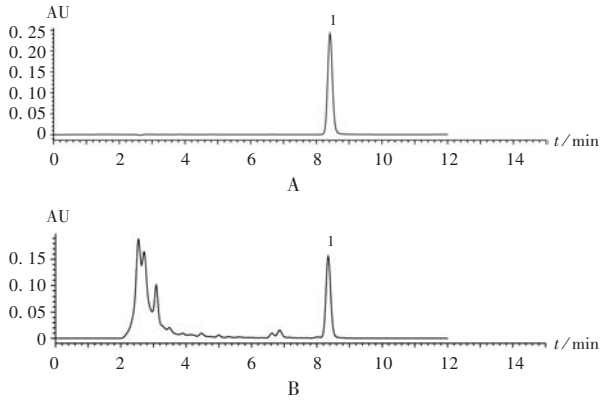
2.4 含量测定

2.4.1 色谱条件及系统适用性试验

色谱柱:Waters Xbridge C_{18} 柱(250 mm×4.6 mm,5 μm);柱温:30 ℃;流动相:甲醇－水(60∶40,*V*/*V*);流速:1.0 mL/min;检测波长:228 nm;进样量:10 μL。在此色谱条件下,指标成分葫芦素 B 与其他峰能达到基线分离。详见图 3。

2.4.2 溶液制备

对照品溶液:取葫芦素 B 对照品适量,精密称定,加 55% 乙醇制成每 1 mL 含 80 μg 的溶液,即得。



1. 葫芦素B

A. 对照品溶液 B. 供试品溶液

图3 甜瓜蒂高效液相色谱图

1. cucurbitacin B

A. Reference solution B. Test solution

Fig. 3 HPLC chromatograms of *Pedicellus melo*

供试品溶液：取药材样品粉末约1 g（过3号筛），精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入55%乙醇50 mL，称定质量，超声处理45 min，放冷，再称定质量，用55%乙醇补足减失的质量，摇匀，滤过，取续滤液，即得[7-13]。

2.4.3 *方法学考察*

线性关系考察：精密量取2.4.2项下对照品溶液（80.24 μg/mL），逐步稀释为系列对照品溶液，按2.4.1项下色谱条件进样测定，以峰面积为纵坐标（Y）、进样量（X，μg）为横坐标进行线性回归，得回归方程 $Y=19.972X-3.2317$，$r=0.9998$（$n=7$）。结果表明，葫芦素B进样量在0.0812～1.6113 μg范围内与峰面积线性关系良好。

精密度试验：取同一对照品溶液，按2.4.1项下色谱条件连续进样6次，测定峰面积。结果的 *RSD* 为0.72%（$n=6$），表明仪器精密度良好。

重复性试验：称取同一批药材样品（批号为20180512）5份，精密称定，按2.4.2项下方法制备供试品溶液，按2.4.1项下色谱条件进样，测定峰面积，并计算含量。结果葫芦素B的平均含量为0.574%，*RSD*=1.61%（$n=5$），表明方法重复性较好。

稳定性试验：取样品（批号为20180512），依法制备供试品溶液，室温下按2.4.1项下色谱条件，分别于0，2，4，8，12，24 h时进样测定峰面积。结果的 *RSD* 为0.94%（$n=6$），表明供试品溶液室温下24 h内稳定性良好。

加样回收试验：取已知含量的药材样品粉末（批号为20180615），平行6份，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入葫芦素B对照品适量，依法制备供试品溶液，按2.4.1项下色谱条件进样测定，记录峰面积并计算加样回收率。结果见表2。

表2 加样回收试验结果（$n=6$）

Tab. 2 Results of the recovery test（$n=6$）

样品含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	$\bar{X}$(%)	*RSD*(%)
0.8293	0.4022	1.2414	102.46	102.72	0.62
0.8275	0.4022	1.2444	103.65		
0.8261	0.4022	1.2403	102.98		
0.8284	0.4022	1.2412	102.64		
0.8360	0.4022	1.2497	102.86		
0.8362	0.4022	1.2453	101.72		

2.4.4 *样品含量测定及限度制订*

取10批药材样品适量，依法制备供试品溶液，再按2.4.1色谱条件测定药材样品中葫芦素B含量，平行测定2次，取平均值，结果见表3。据此拟订最低药材样品含量为0.22%，根据药材样品最低值下浮10%，暂定本品含葫芦素B不得少于0.20%。

表3 10批药材样品含量测定结果（%，$n=2$）

Tab. 3 Content determination of cucurbitacin B in 10 batches of samples（%，$n=2$）

批号	1	2	$\bar{X}$	批号	1	2	$\bar{X}$
20180713	0.270	0.270	0.27	XZ-2019-2	0.885	0.881	0.88
20180512	0.587	0.568	0.58	20180719	0.219	0.219	0.22
20180619	0.874	0.874	0.87	20180615	0.797	0.797	0.80
XZ-2019-1	1.050	1.048	1.05	20180517	0.562	0.552	0.56
20180723	0.264	0.260	0.26	20180729	0.646	0.638	0.64

3 讨论

预试验中分别选用不同的薄层色谱展开剂，包括三氯甲烷-乙醇（5∶1，*V*/*V*），石油醚-乙酸乙酯（5∶1，*V*/*V*），二氯甲烷-甲醇（1∶1，*V*/*V*），二氯甲烷-甲醇（3∶1，*V*/*V*），二氯甲烷-甲醇（7∶1，*V*/*V*），二氯甲烷-乙酸乙酯（2∶1，*V*/*V*），结果表明，以最后一种为展开剂时，展开所得的薄层色谱图斑点较多、谱图清晰，且分离度较好，因此选用该展开剂进行试验。

所测10批药材样品在性状、显微鉴别、薄层色谱、水分、灰分、杂质方面检测结果差异不大，但含量测定结果显示，不同来源的药材样品中葫芦素B含量差异较大，可能与各地土壤、气候、采收时间有关。

参考文献

[1] 江苏新医学院. 中药大辞典[M]. 上海：上海科学技术出版社，2004：756.

[2] 王 露，陶遵威. 甜瓜蒂3种提取物体外抗肿瘤活性的比较研究[J]. 天津医药，2017，4(4)：359-363.

[3] 黄良玖，钟佳玲，赵红梅，等. 23，24-二氢葫芦素B抑制Nrf2-ARE通络逆转肝癌耐药的实验研究[J]. 临床肿瘤学杂志，2020，25(3)：217-223.

[4] WS_3-B-3711-98，中华人民共和国卫生部药品标准[S].

[5] 杨 丽，敖琴芳，余学如，等. 葫芦素B调控IGFBPrP1抗小