

民族药甜瓜子质量标准的研究

严丽 周洋 于新兰* 于睿

新疆维吾尔自治区药品检验研究院 中药(维药)质量控制重点实验室

DOI:10.12238/fcmr.v3i1.4618

[摘要] 目的: 建立甜瓜子的质量标准。方法: 根据《中华人民共和国卫生部药品标准维吾尔药分册》、2015年版《中国药典》第一部, 对其进行性状作了修订, 增加了(鉴别项), 分别增加了甜瓜子药材横切面的显微及薄层色谱鉴别, 建立了水分的测定、总灰分的测定、酸不溶性灰分的测定、增加了浸出物的浸出含量的测定。结果: 15批次甜瓜子的水分含量在5.0%–6.0%, 平均值为5.4%; 总灰分含量在4.8%–7.6%, 平均值为5.6%; 酸不溶性灰分含量为0.19%–0.81%, 平均值为0.40%; 15批次的酸值在7~100之间, 暂定酸值不得过40.0; 15批过氧化值在0.036~0.088之间, 平均值为0.056 (n=15), 暂定过氧化值应不得过0.070。浸出物浸出率为32.6%–39.3%, 平均值为35.2%; 薄层色谱法简便、可靠、快速、重现性好。结论: 该实验方法可用于甜瓜子的质量控制。

[关键词] 甜瓜子; 质量标准; TLC; 浸出物

中图分类号: R97 **文献标识码:** A

Study on the Quality Standard of Ethnic Medicine Melon Seeds

Li Yan Yang Zhou Xinlan Yu* Rui Yu

Xinjiang Uygur Autonomous Region Institute for Drug Control

Key Laboratory of Quality Control of Traditional Chinese Medicine (Uygur Medicine)

[Abstract] Objective: To establish the quality standard of sweet melon seeds. Methods: According to the *Uygur Drug Volume of the Drug Standard of the Ministry of Health of the People's Republic of China* and the Chinese Pharmacopoeia of volume1, 2015 edition, the characters were revised and (identification items) were added. The microscopic and TLC identification of the cross section of sweet melon seeds were added respectively, and the determination of water, total ash, acid insoluble ash and the leaching content of the extract were established. Results: The moisture content of 15 batches of sweet melon seeds was 5.0% – 6.0%, and the average value was 5.4%. The total ash content is 4.8% – 7.6%, with an average of 5.6%. The content of acid insoluble ash is 0.19% – 0.81%, with an average of 0.40%. The acid value of 15 batches is between 7 and 100, and the tentative acid value shall not exceed 40.0. The peroxide value of 15 batches is between 0.036 ~ 0.088, the average value is 0.056 (n = 15), and the tentative peroxide value shall not exceed 0.070. The leaching rate of the extract is 32.6% – 39.3%, and the average value is 35.2%. Conclusion: The experimental method can be used for the quality control of sweet melon seeds.

[Key words] melon seeds; quality standards; TLC; extract

甜瓜子药材是维吾尔医药中常用的一种, 已被记录在《中国医学百科全书-维吾尔医学》和《中华本草-维吾尔药卷》中, 维吾尔语名称为“Koghun Urughi”, 即“Koghun Urughi”^[1]。茹克亚·沙迪克编写的《维吾尔医常用药材学》, 由新疆喀什地区维吾尔医院编写的《维吾尔医常用药材手册》都有收录, 《中华人民共和国卫生部药品标准维吾尔药分

表1 甜瓜子样品调研、采集及收集情况

编号	产地	批号			
1	新疆和田	20170907	9	新疆	20170804
2	喀什市	20170701	10	新疆	Z30003213
3	喀什市	20170703	11	新疆	Z30003215
4	新疆和田	20170906	12	新疆	TGZ-YP-180301
5	新疆	20160501	13	新疆	TGZ-YP-171222
6	和田市	20160901	14	新疆	TGZ-YP-180130
7	和田墨玉县	20170802	15	和田	20170907
8	新疆	20170718			

册》记载,其中文名称为“新疆甜瓜子”,维吾尔语名称为“Kogun Uruki””,即“阔袞欧如格”,该植物的来源应为葫芦科植物甜瓜 *Cucumis melo* L. 的干燥成熟种子^[2]。2015年版《中国药典》第一部也都有记载,其中文名称为“甜瓜子”,来源为葫芦科植物甜瓜 *Cucumis melo* L. 的干燥成熟种子,与部颁标准新疆甜瓜子为相同植物基原^[3]。本品为葫芦科植物甜瓜 *Cucumis melo* L. 的干燥成熟种子。夏、秋二季果实成熟时收集,洗净,晒干。

目前甜瓜子在《卫生部药品标准-维吾尔药分册》中只有性状和粉末显微鉴别项目;在2015年版《中国药典》第一部中只有性状、粉末显微鉴别项目和检查项下(总灰分),因而不能全面控制药材的质量。本研究对性状作了修订,增加了横截面显微鉴定和薄层色谱与对照品和对照药材的鉴别,增加了检验项目下的水分、酸值、酸值和过氧化值的检查,增加了浸出物的浸出率测定,全面提高了质量标准。

1 仪器和试验药物

仪器:奥林巴斯bx-51tf生物显微照相系统,尼康AZ100多功能变焦显微镜;冷冻切片仪hm525NX; mflc-7/10d高温炉; Gzx-9140 MBE数显鼓风干燥箱;瑞士卡马公司生产的薄层色谱成像系统 camag reprostar3;台湾艾柯成都康宁实验专用纯水设备厂生产的超纯水仪 klzup.上海科导超声仪器有限公司生产的 kudos sk72101hc型超声仪。

试验药物:水为纯化水,环己烷试剂、乙酸乙酯试剂、二氯甲烷试剂、冰醋酸试剂、甲酸试剂等均为分析纯。氢氧化钠滴定液(NaOH)(批号:63960390, C=0.1mol/L,上海安谱实验科技股份有限公司),硫代硫酸钠滴定液(批号:191011, C=0.1021mol/L,上海市计量测试技术研究院),硅胶G薄层板(分别由青岛海洋化工厂分厂,烟台江友硅胶开发有限公司,烟台市化学工业研究所,浙江台州市路桥四甲生化塑料厂生产)。亚油酸(批号:111622-201203,购于中验院);7,22,25-豆甾三烯醇(批号:ps010493,购于成都

普思),甜瓜子对照药材(参考药材)(批号:20200605,自配)。

药材:甜瓜子样品15批,经新疆维吾尔自治区药品检验研究院苏来曼·哈力克主任药师鉴定为葫芦科植物甜瓜 *Cucumis melo* L. 的干燥成熟种子。样品信息见表1。

2 方法与结果

2.1 鉴别

2.1.1 甜瓜子原始植株性状鉴定。

甜瓜(*Cucumis melo* L.)又称香瓜、哈密瓜等。是葫芦科一年生蔓性草本植物;茎枝有棱,有黄褐色或白色的粗糙硬毛和疣状突起。卷须纤细,单一,被微柔毛。叶柄长8~12厘米,具沟槽及短刚毛;叶片厚而纸质,近圆形或肾形,长宽均为8-15厘米,顶部粗糙,被白色粗糙硬毛覆盖,背部沿着叶脉密集被粗鬃毛覆盖,边缘不分裂或3-7浅裂,叶尖钝,有锯齿,其基部被截断或半圆形,具有掌状脉。花单性,雌雄同株。雄花:数朵,簇生在叶腋;花梗纤细,长为0.5-2cm,被有柔毛;花萼筒狭钟形,被柔毛,裂片近囊状,直立或平展,短于筒部;花冠黄色,长约2cm,裂片卵状长圆形,锐尖;雄蕊3,花丝极短,药室折曲,药隔顶端引长;雌蕊长约1mm。雌花单生,花梗被柔毛;子房类长椭圆形,密被长柔毛和多毛,花柱长1-2mm,柱头近,长约2毫米。果实的形状和颜色因品种而异,通常为球形或长椭圆形,果皮光滑,纵向凹槽或条纹,无刺状突起,果肉白色、黄色或绿色,芳香甘甜;种子呈白色、黄白色,椭圆形或长椭圆形,先端尖,基部钝,表面光滑,无边缘。花果期为夏季。见图1-2。

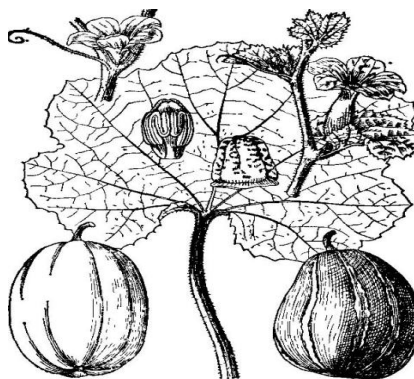


图1 原植物墨线图

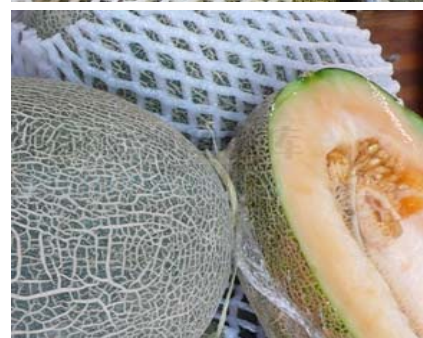


图2 甜瓜原植物生境及果实

2.1.2 显微鉴别。横截面:有1排大小不等的种皮表皮细胞,呈长方形或不规则长方形,向多个切向延伸,壁稍厚,暗棕黄色,角质层薄,隐约可见细颗粒结构;种皮石细胞3-4行,矩形或不规则形,稍切向延伸;有1排内表皮细胞,扁平,棕色。外胚乳有一排长方形细胞,呈放射状延伸;胚乳细胞呈多边形,内含糊粉粒和

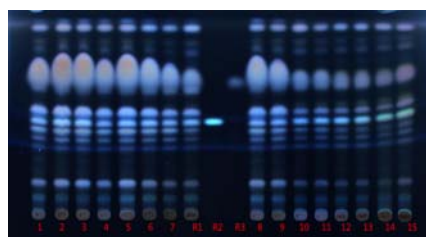
油滴。子叶网格状细胞呈长方形, 2~3排; 整齐排列, 子叶细胞大多为圆形或方形, 最外层略呈放射状延伸, 内含糊粉颗粒和脂肪油滴。见图3。



1. 种皮表皮 2. 上表皮 3. 子叶栅栏组织 4. 内表皮 5. 外胚乳 6. 内胚乳

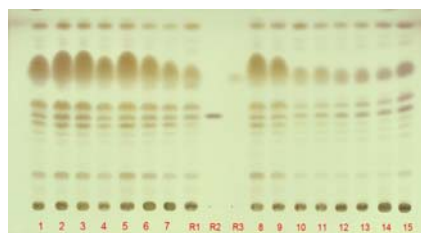
图3 甜瓜子横切面显微

2. 1. 3薄层(TLC)鉴别。取粉末1.0g, 加入甲醇3ml, 超声处理20min, 静置, 上清液作为供试品溶液。另外, 取1.0g甜瓜子作为对照药材, 用同样的方法制备成对照药材溶液。然后以亚油酸、豆甾三烯醇为对照品, 加甲醇, 制备每1ml含亚油酸1mg的溶液和每1ml含豆甾三烯醇0.35mg的对照品溶液。根据2015年版《中国药典》第四部分的通则0502薄层色谱试验, 吸取上述四种溶液中的5 μ l, 分别点于同一块硅胶G薄层板上, 以乙酸乙酯-环己烷-冰醋酸(2: 8: 0.5)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以10%硫酸乙醇液, 在105 $^{\circ}$ C加热直到斑点清晰。在阳光下, 供试品色谱图中对照药材和对照品色谱图的相应位置会出现相同颜色的斑点。将其放置到紫外线波长(365nm)灯下进行检视。在供试品色谱图中, 在参考药材和亚油酸、豆甾三烯醇对照品色谱图的相应位置上, 显示相同颜色的荧光斑点。见图4-5。



样1#--15#; R1、参考药材; R2、豆甾三烯醇; R3、亚油酸; 显色(365nm)

图4 甜瓜子15批次样品硅胶G板TLC图



样1#--15#; R1、参考药材; R2、豆甾三烯醇; R3、亚油酸; 显色-加热显色

图5 甜瓜子15批次样品硅胶G板TLC图

2. 2检查

2. 2. 1水分。本品分别取适量15批供试品, 按2015年版《中国药典》第四部分通则0832第二法测定15批样品的含水量, 水分含量结果为5.0%-6.0%, 平均值为5.4%(n=15)。结果表明, 水分应不得超过8.0%。测定结果见表3。

2. 2. 2总灰分。本品分别取适量15批供试品, 按2015年版《中国药典》第四部分通则2302测定, 结果总灰分量为4.8%-7.6%, 平均值为5.6%(n=15), 结果表明, 总灰分应不得超过7.0%。测定结果见表3。

2. 2. 3酸不溶性灰分。由于总灰分的测定难以确定是否有外来无机杂质的存在, 而需要测定酸不溶性灰分, 酸不溶性灰分的测定可以精确地表明药材中沉淀物, 沙子等杂质的含量, 所以建立了酸不溶性灰分测定方法。分别取适量15批供试品, 按《中国药典》2015年版第四部通则2302的规定测定, 结果表面, 酸不溶性灰分的结果为0.19%-0.81%, 平均值为0.40%(n=15), 结果表明, 酸不溶性灰分的含量应不超过1.0%。测定结果见表3。

2. 2. 4取15批供试品适量, 依照2015年版《中国药典》四部通则2303中项下的方法进行油脂提取: 实验方法取约40g, 粉碎成粗粉, 置索氏提取器中, 加正己烷100ml~150ml, 置水浴上加热回流2h, 放冷, 用3号垂熔玻璃漏斗滤过, 滤液置水浴上减压回收溶剂至尽, 所得残留物即为油脂。甜瓜子40g约提取油脂10ml左右, 备用。

2. 2. 5酸败度测定酸值测定: 取油脂, 照脂肪与脂肪油测定法测定(通则0713)。

(1)酸值的测定精密称取供试品约2.0g, 置于250ml锥形瓶中, 加入乙醇-乙醚(1:1)混合液[临用前加酚酞指示液

1.0ml, 用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)调至微显粉红色]50ml, 振摇使完全溶解, 用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定, 至粉红色持续30s钟不褪。以消耗氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)的体积(ml)为A, 供试品的重量为(g)。照下式计算酸值:

供试品的酸值=A*5.61/W测定分别取15批供试品油脂适量, 依法检测, 结果甜瓜子15批次的酸值在7~100之间, 删去4批次的离群值后酸值平均值为49(n=11), 故暂订酸值不得过40.0。测定结果见表2。

(2)过氧化值的测定: 称取油脂的量约为2~3g, 精密称定, 置于250ml的干燥碘量瓶中, 加入三氯甲烷-冰醋酸(1:1)的混合溶液30ml, 使溶解。精密加入新配制的碘化钾饱和溶液1ml, 密塞, 轻轻振摇30s钟, 在暗处放置3min, 加水100ml, 用硫代硫酸钠滴定液(0.01mol/L)滴定至溶液呈浅黄色时, 加入淀粉指示液1ml, 继续滴定至蓝色消失; 同时做空白试验, 照下式计算:

供试品的过氧化值=(A-B)*0.001269/w*100

A为油脂消耗硫代硫酸钠(0.01mol/L)滴定液的体积ml;

B为空白试验消耗硫代硫酸钠(0.01mol/L)滴定液的体积ml;

W为油脂的重量, 单位g;

0.001269为硫代硫酸钠(0.01mol/L)滴定液1ml相当于碘的重量, g。

表2 酸值、过氧化值

样品编号	批号	酸值	过氧化值
1	20170907	61	0.037
2	20170701	92	0.061
3	20170703	100	0.065
4	20170906	62	0.044
5	20160501	91	0.040
6	20160901	77	0.052
7	20170802	40	0.040
8	20170718	82	0.047
9	20170804	50	0.036
10	Z30003213	20	0.065
11	Z30003215	21	0.069
12	TGZ-YP-180301	8	0.063
13	TGZ-YP-171222	11	0.088
14	TGZ-YP-180130	7	0.079
15	20170907	8	0.060

表3 水分、总灰分、酸不溶性灰分、浸出物测定结果

编号	产地	水分 (%)	总灰分 (%)	酸不溶性灰分 (%)	浸出物 (%)
1	新疆和田	5.1	5.4	0.27	34.8
2	喀什市	5.0	4.8	0.34	39.3
3	喀什市	5.0	4.8	0.19	38.0
4	新疆和田	5.0	5.2	0.28	35.2
5	新疆	5.0	4.9	0.44	32.6
6	和田市	5.5	7.6	0.81	36.6
7	和田墨玉县	5.4	4.3	0.32	36.2
8	新疆	5.8	6.9	0.46	34.5
9	新疆	5.4	5.0	0.22	34.6
10	新疆	5.8	6.0	0.32	35.2
11	新疆	5.5	6.5	0.80	35.6
12	新疆	5.8	4.8	0.37	34.5
13	新疆	6.0	5.8	0.34	34.2
14	新疆	5.7	6.0	0.43	33.8
15	和田	5.7	5.2	0.37	33.1

表4 提取方法考察结果

溶 剂	称样量(g)	方法	含量%
水	4.1011	冷浸法	14.9
乙醇	3.9215	冷浸法	24.1
水	2.3412	热浸法	28.4
乙醇	2.7916	热浸法	32.4

表5 浸出物提取溶剂考察结果

溶 剂	称样量(g)	方法	浸出物%
95%乙醇	2.3978	热浸法	32.4
70%乙醇	2.4516	热浸法	12.0
50%乙醇	2.1992	热浸法	13.0

分别取15批供试品油脂适量, 硫代硫酸钠滴定液(0.1021mol/L)临用前稀释10倍, 依法检测, 结果其过氧化值在0.036~0.088之间, 平均值为0.056(n=15), 故暂订过氧化值应不得过0.070。测定结果见表2。

2.2.6浸出物。方法选择: 依据2015年版《中国药典》第四部通则2201浸出物测定法项下对水溶性和醇溶性浸出物测定法中的冷浸法和热浸法进行实验, 取10#供试品粉末(过二号筛), 精密称取, 两份平行样, 以水和乙醇为溶剂, 依法测定。结果表明, 溶剂为乙醇时, 热浸法的浸出物含量最高, 因此选择了热浸法。测定结果见表4。

溶剂选择: 方法根据2015年版《中国药典》四部通则2201浸出物测定法项下的醇溶性浸出物测定法中的热浸法, 取10#供试品粉末, 准确称取两个平行样

品, 用95%、70%和50%乙醇作为溶剂, 依法认定。结果表明, 以95%乙醇为溶剂时, 提取量最高, 因此选择95%乙醇为溶剂。测定结果见表5。

取适量15批供试品, 按2.3.6测定浸出物的浸出含量, 结果为32.6%~39.3%, 平均值为35.2% (n=15), 根据测定结果, 暂定浸出物不得低于28.0%。测定结果见表3。

3 讨论

根据《中国药典》2015年版(四部)通则0502薄层色谱法研究采用薄层色谱法对甜瓜子的提取方法、提取溶剂、展开剂、样品体积、显色等条件进行了研究; 结果表明, 本文方法色谱清晰, 特异性强, 是最佳方法。本文还对甜瓜种子的原始植株性状进行了研究: 甜瓜种子横截面的显微鉴定。

本实验依据2015年版《中国药典》四部通则0832第二法、通则2302、通则2201,

对甜瓜子的水分、总灰、酸不溶性灰分、酸败度项下的酸值、过氧化值、浸出物进行检查, 测定了15批甜瓜子平均水分为5.4%, 由于水分受环境温度和湿度影响较大, 参照药典初步确定本品水分不得超过8.0%; 总灰分为4.8%~7.6%, 平均值为5.6%, 初步确定本品总灰分不得超过7.0%; 酸不溶性灰分结果为0.19%~0.81%, 平均值为0.40%, 初步确定本品酸不溶性灰分应不得过1.0%; 结果为32.6%~39.3%, 平均值为35.2%, 5批次的酸值在7~100之间, 初步确定本品酸值不得过40.0; 15批过氧化值在0.036~0.088之间, 平均值为0.056(n=15), 初步确定本品过氧化值应不得过0.070。初步确定本品浸出物不得少于28.0%。本研究建立的方法简便、准确、可靠, 能有效地控制甜瓜子的质量。该方法可以将甜瓜种子载入地方标准, 为甜瓜种子的生产提供实验依据和科学依据。

【参考文献】

- [1]中国医学百科全书编辑委员会编《中国医学百科全书维吾尔医学》上海:上海科学技术出版社,2005:328~329.
- [2]胡婷.新疆公立维吾尔医医院现状及发展对策研究[D].新疆医科大学,2012.
- [3]国家药典委员会编《中国药典2015年版一部》北京:中国医药科技出版社,2015:317.

作者简介:

严丽(1979--),女,汉族,甘肃武威人,本科,实验师,新疆维吾尔自治区药品检验研究院,研究方向:中药民族药检验及质量标准研究。

周洋(1986--),男,汉族,浙江黄岩人,本科,实验师,新疆维吾尔自治区药品检验研究院,研究方向:中药民族药检验及质量标准研究。

通讯作者:

于新兰(1973--),女,汉族,山东烟台人,本科,正高级实验师,新疆维吾尔自治区药品检验研究院,研究方向:中药质量控制及有害残留物分析。

于睿(1985--),男,汉族,陕西商洛人,本科,实验师,新疆维吾尔自治区药品检验研究院,研究方向:中药民族药检验及质量标准研究。