

不同炮制方法对枳实中柚皮苷和新橙皮苷含量的影响^{*}

★ 王文凯 刘红娜 雷丹 (江西中医学院 南昌 330006)

关键词:枳实;炮制品;柚皮苷;新橙皮苷;HPLC

中图分类号:R 284.1 文献标识码:B

枳实为芸香科植物酸橙 *Citrus aurantium* L. 及其栽培变种或甜橙 *Citrus sinensis* Osbeck 的干燥幼果。具有破气消积、化痰散痞之功效。枳实历代有多种炮制方法,近代炮制方法主要有炒黄、炒炭、麸炒、蜜炙、砂烫等,本文以柚皮苷和新橙皮苷为指标对其质量进行评价。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 Agilent1100 高效液相色谱仪(四元泵,柱温箱,VWD 检测器)和 Agilent1100 色谱工作站;瑞士 METTLER AE 240 天平。

1.2 试剂 柚皮苷对照品购于中国药品生物制品检定所(供含量测定用,批号 110722-200309),新橙皮苷对照品(自制)(含量 HPLC 归一 99.34%);所用试剂中除供含量测定用甲醇为色谱纯外,其余均为分析纯;水为双蒸水;枳实药材购于江西新干县三湖镇。

2 样品制备

称取净枳实片适量,均分 7 份,备用。

(1)生枳实:取净枳实片 1 份粉碎成细粉备用。

(2)炒枳实:取净枳实片 1 份,照炒黄法^[1]项下炒制。

(3)麸炒枳实:取净枳实片 1 份,照麸炒法^[1]炒至色变深。

(4)醋炙枳实:取净枳实片 1 份,照醋炙法^[1]项下炒制。每 100kg 枳实用醋 20kg,稀释水量为(1:1,V/V)。

(5)蜜炙枳实:取净枳实片 1 份,照蜜炙法^[1]项下炒制。每 100kg 枳实用炼蜜 25kg,稀释水量为(2:3,V/V)。

(6)枳实炭:取净枳实片 1 份,照炒炭法^[1]项下炒制。

(7)烫枳实:取净枳实片 1 份,照砂烫法^[1]项下炒制。

3 方法与结果

3.1 色谱条件 色谱柱为 Hypersil C₁₈柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相:甲醇-醋酸水(35:65, PH = 3.3);柱温:30 ℃;流速:1 min/ml;检测波长:283 nm;进样量:10 μl。理论塔板数按柚皮苷峰计算不低于 2 000。

3.2 供试品溶液制备 取枳实饮片细粉 0.5 g,精密称定,置 100 ml 锥形瓶中,加 30 ml 甲醇水浴回流 1.5 h,过滤,残渣用 10 ml 甲醇提取 20 min,滤过,合并滤液于 50 ml 容量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,精密量取供试液 1.5 ml 定容到 25 ml 容量瓶中,过滤(0.45 μm 微孔滤膜),取续滤液备用。

3.3 标准曲线的绘制 精密称取柚皮苷对照品 5.10 mg 和新橙皮苷对照品 5.11 mg,分别置于 10 ml 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,备用。精密量取柚皮苷和新橙皮苷对照品溶液各 0.2、0.4、0.5、0.6、0.8、1.0 ml,分别置于 10 ml 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,配成混合对照品溶液。按上述色谱条件进样 10 μl,以对照品的量(μg)为横坐标,峰面积积分值为纵坐标,绘制标准曲线,得回归方程:柚皮苷 $Y = 17.412\ 885\ 2X + 2.12$, $r = 0.999\ 85$;新橙皮苷 $Y = 19.807\ 227\ 3X + 2.30$, $r = 0.999\ 46$ 。结果表明柚皮苷在 0.102 ~ 0.510 μg 范围内,新橙皮苷在 0.102 ~ 0.511 μg 范围内呈良好的线性关系。

3.4 精密度试验 精密吸取同一混合对照品溶液分别进样 10 μl,连续重复 6 次,柚皮苷和新橙皮苷峰面积积分值 RSD 分别为 1.04 %、1.11 %。

3.5 重现性试验 取同一批枳实饮片细粉 0.5 g,6

* 江西省教育厅科技项目,(赣财教 200418 号)

官山自然保护区药用野菜资源调查*

★ 邹红¹ 曹岚¹ 赖学文^{1**} 姚振生² 葛菲¹ (1. 江西中医学院 南昌 330006; 2. 浙江中医药大学 杭州 310053)

摘要: 对官山自然保护区药用野菜资源的实地调查, 初步统计出药用野菜资源的种类, 并对其开发利用提出建议。

关键词: 官山自然保护区; 药用野菜; 资源

中图分类号: R 931.2 文献标识码: A

药用野菜是泛指可供人们食用与药用的没有污染的山林蔬菜。长期生活在都市的人们越来越向往自然生长营养丰富的药用野菜, 因此它具有广阔的消费市场。合理开发利用野菜资源, 既可丰富人们食用蔬菜种类, 提高生活质量; 又可发展山区经济, 提高林区农户的收入, 使原本自行生长消亡的资源得到充分利用, 对经济发展具有重要的现实意义。

1 官山自然保护区概况

官山自然保护区位于赣西北九岭山脉中段宜丰、铜鼓县境内, 地处北纬 $28^{\circ}32' \sim 28^{\circ}38'$, 东经 $114^{\circ}30' \sim 114^{\circ}43'$, 总面积 11 500 hm^2 。该区自然环

境优越, 气候温和, 属中亚热带季风气候区, 年均温度 15°C , 7 月最高温度 36.8°C , 1 月最低温度 -7.3°C , 年均降雨量 1 700 mm, 无霜期 270 d。保护区内群山耸峙, 峰峦连绵, 地形地貌复杂, 地势北高南低, 多峡谷溪流。地质构造为中生代南岭花岗岩、石英岩、板岩及页岩等, 是我国中亚热带北部地区典型植被, 其优越独特的自然地理条件, 蕴藏着极其丰富的植物资源, 区内药用野菜种类繁多。

2 官山自然保护区药用野菜资源

自 2000 年至 2006 年, 我们在官山自然保护区内进行《药用植物学》的课间实习和考察, 对官山自

份, 精密称定, 按“3.2”项下制备, 进样, 测得柚皮苷和新橙皮苷含量 RSD 分别为 1.95%、1.78%。

3.6 稳定性试验 取枳实饮片细粉 0.5g, 精密称定, 按“3.2”项下制备, 于 0、4、8、12、24、36 h 各进样 10 μl , 测得柚皮苷和新橙皮苷峰面积积分值 RSD 分别为 1.86%、1.95%。表明供试品溶液在 36 h 内稳定。

3.7 回收率试验 采用加样回收法, 取枳实饮片细粉 6 份, 精密称定, 分别加入一定量柚皮苷和新橙皮苷对照品, 按“3.2”项下制备并测定含量, 计算柚皮苷的平均回收率为 99.35%, RSD 为 2.00% ($n=6$)。橙皮苷的平均回收率为 101.10%, RSD 为 2.17% ($n=6$)。

3.8 样品的测定 取各炮制品, 按供试品溶液制备项下制备, 进样 10 μl , 结果见表 1。

4 讨论

枳实中主要有效成分有挥发油、黄酮类和生物

碱类, 其中柚皮苷和新橙皮苷为黄酮类主要成分, 可作为质量评价指标。

实验结果表明, 炒枳实和麸炒枳实的柚皮苷和新橙皮苷含量偏高, 其中炒枳实含量最高。炒炭品和砂烫品含量偏低, 其中炒炭品含量最低。与生品相比说明了高温炮制对柚皮苷和新橙皮苷含量影响很大, 低温炮制影响甚小。不同炮制方法对柚皮苷和新橙皮苷含量有很大的影响。

表 1 枳实饮片含量测定结果 ($n=3$)

炮制品	含量 (%)	
	柚皮苷	新橙皮苷
生品	6.86	9.08
麸炒品	8.10	8.64
炒黄品	8.54	9.04
醋制品	8.03	7.54
蜜制品	6.93	6.77
炒炭品	3.48	3.91
砂烫品	5.14	5.53

(收稿日期: 2007-07-25)

基金项目: 江西省教育厅科学技术研究项目 (赣教技字 2007249 号)
** 通讯作者: 赖学文, 副教授, 主要从事药用植物学的教学与科研工作