

不同蒸制时间对栀子质量的影响

高晓艳, 萧伟, 徐海娟, 姚青, 凌娅*

(江苏康缘药业股份有限公司 中药制药过程新技术国家重点实验室, 江苏 连云港 222001)

[摘要] 目的: 比较不同蒸制时间对栀子中栀子苷含量和指纹图谱的影响。方法: 将栀子分别蒸制上气 1, 2, 3 次, 干燥处理, 比较不同栀子炮制品中栀子苷含量和指纹图谱。采用 HPLC 测定栀子苷含量, 流动相乙腈-水 (15: 85), 检测波长 238 nm; 利用 HPLC 测定栀子指纹图谱, 流动相甲醇 (A) -0.1% 磷酸溶液 (B) 梯度洗脱 (0 ~ 50 min, 20% ~ 60% A; 50 ~ 60 min, 60% A), 流速 0.8 mL·min⁻¹, 检测波长 225 nm。结果: 栀子蒸至上气 1, 2, 3 次时栀子苷质量分数分别为 3.06%, 4.07%, 4.19%, 三者的指纹图谱相似度均 > 0.96。结论: 蒸制时间是影响栀子中栀子苷含量的重要因素之一, 建议蒸至上气 2 次。

[关键词] 栀子; 栀子苷; 指纹图谱; 蒸制时间; 相似度评价

[中图分类号] R283.6; R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2014)15-0035-02

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2014150035

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20140609.1549.022.html>

[网络出版时间] 2014-06-09 15:49

Effects of Different Steaming Time on Quality of Gardeniae Fructus

GAO Xiao-yan, XIAO Wei, XU Hai-juan, YAO Qing, LING Ya*

(State Key Laboratory of New Technology for Chinese Medicine Pharmaceutical Process, Jiangsu Kanion Pharmaceutical Co. Ltd, Lianyungang 222001, China)

[Abstract] **Objective:** To compare effects of different steaming time on the content of jasminoidin and fingerprint of Gardeniae Fructus. **Method:** Gardeniae Fructus was processed by steaming once, twice and thrice, then drying, the content of jasminoidin and fingerprint of different processed products of Gardeniae Fructus was compared. HPLC was employed to determine the content of jasminoidin with mobile phase of acetonitrile-water (15:85) and detection wavelength at 238 nm; HPLC was adopted to determine fingerprint of Gardeniae Fructus with mobile phase of methanol (A) -0.1% phosphoric acid solution (B) for gradient elution (0-50 min, 20% - 60% A; 50-60 min, 60% A), a flow rate of 0.8 mL·min⁻¹ and detection wavelength at 225 nm. **Result:** The content of jasminoidin steaming once, twice and thrice were 3.06%, 4.07% and 4.19%, respectively; fingerprint similarities of these processed products were more than 0.96. **Conclusion:** Steaming time was one of important factors for Gardeniae Fructus which affected the content of jasminoidin, recommended steaming twice.

[Key words] Gardeniae Fructus; jasminoidin; fingerprint; steaming time; similarity evaluation

栀子内服泻火除烦、清热利湿、凉血解毒, 外用消肿止痛, 主要化学成分包括环烯醚萜苷类、有机酸酯类、黄酮类、挥发油及多糖类等^[1-2]。栀子常于 9 ~ 11 月果实成熟呈红黄色时采收, 除去果梗和杂

质, 蒸至上气或置沸水中略烫, 取出, 干燥^[3], 但沸水中略烫方式易造成水溶性成分的流失。目前栀子药材的产地加工方法有水煮后晒干、蒸气杀青和沸水浸煮等, 但对各种加工方式进行优化的研究较少,

[收稿日期] 20131109(001)

[基金项目] 江苏省第四期“333 工程”科研项目(热毒宁注射液产业化及上市后再评价研究)

[第一作者] 高晓艳, 高级工程师, 从事中药质量控制研究, Tel:0518-82345785, E-mail:gaoxiaoyan999@163.com

[通讯作者] * 凌娅, 研究员级高级工程师, 从事中药学研究, Tel:0518-85521913, E-mail:qiufengwuyu99@sina.com

各地区根据实际情况采用的加工方法各异,多以经验为主。本实验采用蒸制次数为考察因素,采用 RP-HPLC 检测栀子中栀子苷含量和指纹图谱,为栀子的产地加工方法提供数据支持。

1 材料

1100 系列高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司),BP 121s 型 1/万电子分析天平(德国赛多利斯公司)。栀子药材购自江西省樟树市地产药材有限公司,产地江西樟树,经连云港市药品检验所刘金德主任药师鉴定为茜草科植物栀子 *Gardenia jasminoides* Ellis 的干燥成熟果实;栀子苷对照品(批号 110749-200714,中国食品药品检定研究院),水为超纯水,乙腈、甲醇为色谱纯,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 栀子苷的含量测定

2.1.1 色谱条件 Phenomenex luna C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),流动相乙腈-水(15:85),检测波长 238 nm,柱温 30 °C,流速 1 mL·min⁻¹。

2.1.2 供试品溶液的制备 精密称取栀子粉末(过四号筛)约 0.1 g,置 50 mL 具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 25 mL,称定质量,超声处理(功率 250 W,频率 40 kHz)20 min,放冷,加甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过;精密量取续滤液 10 mL 置 25 mL 量瓶中,加甲醇定容至刻度,摇匀,即得。

2.1.3 对照品溶液的制备 精密称取栀子苷对照品适量,加甲醇溶解并稀释成 31.2 mg·L⁻¹ 对照品溶液,即得。

2.2 栀子指纹图谱测定

2.2.1 色谱条件 Phenomenex luna C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),流动相甲醇(A)-0.1% 磷酸溶液(B)梯度洗脱(0 ~ 50 min, 20% ~ 60% A; 50 ~ 60 min, 60% A),流速 0.8 mL·min⁻¹,检测波长 225 nm,柱温 30 °C。

2.2.2 供试品溶液的制备 同 2.1.2 项。

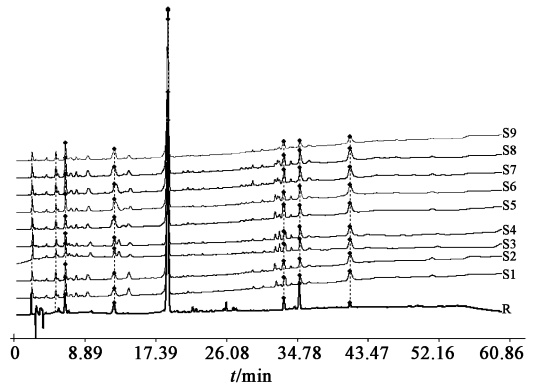
2.2.3 参照物溶液的制备 精密称取栀子苷对照品适量,加甲醇溶解并稀释成 50.7 mg·L⁻¹ 的溶液,即得。

2.2.4 样品测定 取采用不同蒸制时间加工的栀子各 3 批,按 2.1.1 和 2.2.1 项下色谱条件测定,采用国家药典会公布的《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》2004 年 B 版软件计算指纹图谱的相似度,结果见表 1 和图 1。从表 1 可以看出,蒸至上气 2

次,3 次的栀子中栀子苷含量均大于 4.0%,明显高于上气 1 次;而三者的指纹图谱相似度均 >0.96,无明显差异。

表 1 不同蒸制上气次数的栀子中栀子苷含量及指纹图谱比较

No.	蒸制时间	栀子苷质量分数/%	指纹图谱相似度
S1	1 次上气	3.03	0.967
S2	1 次上气	3.01	0.980
S3	1 次上气	3.14	0.991
S4	2 次上气	4.12	0.979
S5	2 次上气	4.07	0.960
S6	2 次上气	4.02	0.986
S7	3 次上气	4.12	0.972
S8	3 次上气	4.20	0.983
S9	3 次上气	4.26	0.988



R 为对照指纹图谱;S1,S2,S3 为蒸至上气 1 次;S4,S5,S6 为蒸至上气 2 次;S7,S8,S9 为蒸至上气 3 次

图 1 不同栀子蒸制品的指纹谱

3 讨论

试验结果表明按传统的栀子加工方法蒸至上气能较好保持栀子的外观完整,其栀子苷含量亦能满足 2010 年版《中国药典》要求;而蒸至上气 2 次或 3 次的栀子虽然外观棱角不明显,但栀子苷含量明显高于前者;而且采用不同蒸制上气次数加工的栀子,指纹图谱相似度与对照指纹图谱相比,均无显著差异,为获得更优质的栀子药材并有效节约能源,建议采用蒸至上气 2 次的蒸制方法。

[参考文献]

[1] 付小梅,周光雄,葛菲,等. 栀子类药材的研究概况及展望[J]. 中国野生植物资源,2001,20(2):24.

[2] 陈雁,张现涛,张雷红,等. 栀子化学成分及药理作用研究进展[J]. 海峡药学,2010,22(12):1.

[3] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:231.

[责任编辑 刘德文]