

# 焦栀子的炮制工艺优化及西红花苷类成分含量变化

黄弦, 罗光明\*, 罗扬婧, 杨雅琴, 曾金祥, 朱玉野, 朱继孝, 王晓云  
(江西中医学院, 南昌 330004)

**[摘要]** 目的:优化焦栀子的炮制工艺,考察炮制过程中西红花苷-I 和西红花苷-II 的含量变化。方法:选取炒制时间和炒制温度为考察因素,以水浸出物、醇浸出物及栀子苷质量分数为综合评价指标,采用正交试验法优选焦栀子的炮制工艺。通过 HPLC 测定炮制过程中西红花苷-I 和西红花苷-II 的含量。结果:焦栀子的最佳炮制工艺为 180 ℃炒 30 min。西红花苷-I 和西红花苷-II 含量在炮制过程中逐渐降低,温度过高可致其彻底分解。结论:焦栀子的性状符合相关规定,为其质量控制提供实验依据。

**[关键词]** 焦栀子; 正交试验; 含量测定; 西红花苷

**[中图分类号]** R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)14-0010-04

**[doi]** 10.11653/syfy2013140010

## Processing Technology Optimization of Fructus Gardeniae Praeparatus and Content Change of Crocin Ingredients

HUANG Xian, LUO Guang-ming\*, LUO Yang-jing, YANG Ya-qin,  
ZENG Jin-xiang, ZHU Yu-ye, ZHU Ji-xiao, WANG Xiao-yun

(Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330004, China)

**[Abstract]** **Objective:** To optimize parameters in processing Fructus Gardeniae Praeparatus and investigate content change of crocin-I and crocin-II in processing. **Method:** With the mass fraction of water extract, ethanol extract and geniposide as comprehensive evaluation index, orthogonal test was used to investigate effect of frying temperature and frying time on processing technology of Fructus Gardeniae Praeparatus. HPLC was adopted to determine the content of crocin-I and crocin-II in processing. **Result:** Optimum processing conditions were as follows: fried 30 min at 180 ℃. The content of crocin-I and crocin-II gradually reduced in processing, they would decompose completely when temperature was too high in processing. **Conclusion:** Properties of Fructus Gardeniae Praeparatus complied with relevant regulations, this study could provide experimental basis for quality control of Fructus Gardeniae Praeparatus.

**[Key words]** Fructus Gardeniae Praeparatus; orthogonal test; content determination; crocin

栀子性苦、寒,具有泻火除烦、清热利尿、凉血解毒之功效<sup>[1]</sup>。为适应中医临床辨证的需求,栀子常以其炮制品入药,其炮制方法有多种,现代主要沿用

生品、炒黄、炒焦、炒炭、姜汁炙等。《中国药典》2010 年版一部中收录的栀子加工方法有生栀子、炒栀子、焦栀子,其中焦栀子具有凉血止血之效,用于治疗血热吐血、衄血、尿血、崩漏。对焦栀子的质量控制,2010 年版《中国药典》仅规定了其炒制的色泽及栀子苷含量,其炮制工艺参数无明确规定。本实验将炮制时间和温度列为考察因素,以栀子苷、水浸出物(热浸法)、醇浸出物(热浸法)为评价指标,采用正交试验优选焦栀子的炮制工艺,并考察炮制过程中西红花苷-I 和西红花苷-II 的含量变化。

**[收稿日期]** 20121214(008)

**[基金项目]** 国家“十二五”科技支撑项目(2011BAI04B01)

**[第一作者]** 黄弦,在读硕士,从事中药资源及品质评价研究, Tel:15070927282, E-mail:huangxian1101@163.com

**[通讯作者]** \*罗光明,教授,博士,硕士生导师,从事药用植物分类、资源保护和再生及药用植物引种栽培研究, Tel:0791-87118982, E-mail:zjlgm88@163.com

## 1 材料

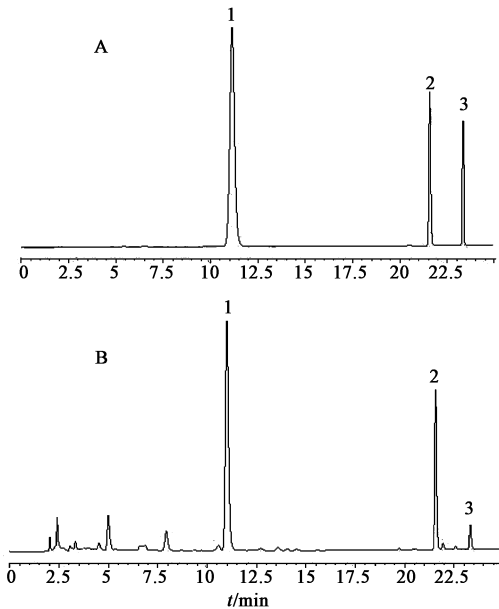
Agilent 1200 系列高效液相色谱仪(美国安捷伦公司),Eclipse XDB-C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm,美国安捷伦公司),CP225D 型 1/10 万电子天平(北京赛多利斯天平有限公司),YF113 型二两装高速中药粉碎机(浙江瑞安市环球药械厂),CCFG-160 型电炒锅(广东湛江家用电器工业公司),ST-20 Raytek Raynger 型红外测温枪(美国雷泰公司)。

栀子购自樟树栀子种植基地,经江西中医学院葛菲教授鉴定为茜草科植物栀子 *Gardenia jasminodes* Ellis 的干燥成熟果实。栀子苷、西红花苷-I、西红花苷-II 对照品(均购自江西本草天工科技有限责任公司,批号分别为 B01-111012, X03-111012, X02-111012),乙腈为色谱纯,水为娃哈哈纯净水,其他试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 西红花苷-I 和西红花苷-II 的含量测定

**2.1.1 色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂的 Hypersil 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),流动相乙腈(A)-水(B)梯度洗脱(0 ~ 15 min, 10% ~ 16% A; 15 ~ 25 min, 16% ~ 35% A),检测波长分别为 238, 440 nm,柱温 30 °C,流速 1 mL · min<sup>-1</sup>,进样量 10 μL,见图 1。



A. 混合对照品; B. 供试品;

1. 栀子苷; 2. 西红花苷-I; 3. 西红花苷-II

图 1 栀子 HPLC

**2.1.2 供试品溶液的配制** 称取适量栀子,粉碎,过 4 号筛,取粉末 0.1 g,加甲醇 5 mL,称重,超声提取 30 min,称重,补足质量,用 0.45 μm 微孔滤膜滤

过,取滤液 1 mL 置于 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

**2.1.3 线性关系考察** 将各对照品用五氧化二磷干燥至恒重,分别精密称取栀子苷、西红花苷-I、西红花苷-II 对照品 6.69, 2.24, 0.11 mg 置于 5 mL 量瓶中,加适量甲醇,超声使完全溶解,定容,摇匀。将配好的混合对照品溶液稀释 2, 3, 4, 6, 8, 16, 24, 32 倍,得系列质量浓度的对照品溶液,按 2.1.1 项下色谱条件进样。以质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,得回归方程  $Y_{\text{栀子苷}} = 15\,384X - 33.402$  ( $r = 0.998\,9$ ),  $Y_{\text{西红花苷-I}} = 56\,260X - 73.75$  ( $r = 0.999\,7$ ),  $Y_{\text{西红花苷-II}} = 63\,615X + 63.652$  ( $r = 0.999\,9$ ),线性范围依次为 42 ~ 669, 14 ~ 224, 0.687 5 ~ 11 mg · L<sup>-1</sup>。

**2.1.4 精密度试验** 取同一混合对照品溶液,连续进样 6 次,按 2.1.1 项下色谱条件测定,得栀子苷、西红花苷-I、西红花苷-II 含量的 RSD 分别为 0.41%, 0.67%, 0.84%,表明仪器精密度良好。

**2.1.5 重复性试验** 分别取同一栀子粉末 6 份,按 2.1.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.1.1 项下色谱条件进样,结果栀子苷、西红花苷-I、西红花苷-II 含量的 RSD 分别为 0.33%, 0.23%, 0.85%,表明该方法重复性良好。

**2.1.6 稳定性试验** 精密吸取同一混合对照品溶液 10 μL,按 2.1.1 项下色谱条件进行分析,于制备后 0, 1, 2, 3, 6, 12, 24 h 进样,结果栀子苷、西红花苷-I、西红花苷-II 峰面积的 RSD 分别为 0.52%, 1.05%, 1.57%,表明混合对照品溶液在 24 h 内稳定性良好。

**2.1.7 加样回收率试验** 分别精密称取 6 份已知含量的同一样品粉末 0.1 g,各加入适量对照品,按 2.1.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.1.1 项下色谱条件进样,计算各成分含量,结果栀子苷、西红花苷-I、西红花苷-II 的平均加样回收率分别为 100.10%, 99.98%, 103.66%, RSD 分别为 1.40%, 0.50%, 1.53%,表明系统误差在允许范围内。

**2.2 浸出物含量测定** 按《中国药典》2010 年版一部附录 XA 浸出物测定法中的水浸出物(热浸法)测定法和醇浸出物(热浸法)测定法测定。

### 2.3 炮制工艺优选

**2.3.1 正交试验水平选择** 在不同炮制时间和温度下,栀子果皮和种子呈现不同颜色。《中国药典》2010 年版一部项下规定焦栀子的性状为表面焦褐色或焦黑色,种子表面为黄棕色或棕褐色。以此为标准,分别考察在炒制温度为 150, 180, 210, 240, 270 °C 时,各炒制 8, 15, 22, 30 min,观察炒制过程中

栀子色泽的变化。结果发现,在 150 °C 下炒制 ≤ 30 min, 栀子色泽均不符合标准;在 180, 210 °C 炒制 ≤ 30 min, 栀子色泽大部分符合标准;在 240 °C 下炒 30 min 时,其种子为焦黑色,但种皮符合标准;在 270 °C 时,果皮在短时间内变黑,炒 22 min 时,果皮有部分炭化。所以选择 180, 210, 240 °C 为炒制温度的 3 个水平,为方便计时,将炮制时间的 3 个水平调整为 10, 20, 30 min。

**2.3.2 正交试验设计** 以水浸出物、醇浸出物、栀子苷质量分数的综合评分为指标,炒制时间和温度

为考察因素,因素水平见表 1, 试验安排及结果见表 2, 方差分析见表 3。确定水浸出物、醇浸出物、栀子苷加权系数分别为 0.2, 0.2, 0.6<sup>[2]</sup>, 综合评分 (Y) = (A/A<sub>max</sub>) × 20 + (B/B<sub>max</sub>) × 20 + (C/C<sub>max</sub>) × 60。

表 1 焦栀子炮制工艺优选正交试验因素水平

水平	A 炒制温度/°C	B 炒制时间/min
1	180	10
2	210	20
3	240	30

表 2 焦栀子炮制工艺优选正交试验安排

No.	A	B	C(空白)	D(空白)	水浸出物/%	醇浸出物/%	栀子苷/%	综合评分
1	1	1	1	1	36.98	25.29	4.04	95.47
2	1	2	2	2	36.80	25.70	4.18	97.69
3	1	3	3	3	37.06	26.21	4.31	99.96
4	2	1	2	3	37.07	25.46	4.13	96.87
5	2	2	3	1	36.77	25.54	3.14	83.08
6	2	3	1	2	35.91	24.90	2.27	69.94
7	3	1	3	2	35.86	24.89	3.99	93.95
8	3	2	1	3	34.50	22.74	3.93	90.69
9	3	3	2	1	33.57	23.69	2.41	69.80
K <sub>1</sub>	97.71	95.43	85.37	82.78				
K <sub>2</sub>	83.30	90.49	88.12	87.19				
K <sub>3</sub>	84.81	79.90	92.33	86.81				
R	14.41	15.53	6.96	4.41				

表 3 综合评分方差分析

方差来源	SS	f	MS	F	P
A	306.186	2	188.093	19.930	<0.05
B	377.396	2	188.847	24.565	<0.05
C, D(误差)	15.363	2	7.682		

注: F<sub>0.05</sub>(2, 2) = 19。

由表 2, 3 可知, A, B 因素对焦栀子均有显著性影响, 且因素 B > A, 确定焦栀子的最佳炮制工艺为 A<sub>1</sub>B<sub>3</sub>, 即在 180 °C 条件下炒制 30 min。

**2.4 炒制过程中西红花苷类含量变化** 按 2.1.1 项下色谱条件, 在测定栀子苷的同时, 测定不同炮制温度和不同炮制时间下西红花苷-I 和西红花苷-II 含量, 结果见表 4。

由表 4 可知, 温度 < 180 °C 时, 在同一温度下, 随炮制时间的延长, 西红花苷-I 和西红花苷-II 含量逐渐降低, 但变幅不大; 当温度 ≥ 180 °C 时, 随着时间的变化, 西红花苷-I 和西红花苷-II 变化明显; 当温

表 4 栀子炮制过程中西红花苷的含量变化 %

温度/°C	西红花苷-I			西红花苷-II		
	10 min	20 min	30 min	10 min	20 min	30 min
120	0.50	0.43	0.41	0.083	0.071	0.064
150	0.45	0.40	0.34	0.075	0.059	0.049
180	0.42	0.31	0.12	0.071	0.036	0.002
210	0.21	0.01	-	0.025	-	-
240	0.12	-	-	0.002	-	-

度 > 200 °C, 炮制超过 20 min 时, 已检测不到西红花苷-I 和西红花苷-II。

### 3 讨论

选择炒制后色泽符合焦栀子的炮制时间和温度水平进行正交试验, 确保焦栀子的性状符合 2010 年版《中国药典》规定的同时, 明确了焦栀子炮制参数。西红花苷-I 对温度极为敏感, 含量随炮制温度和时间变化明显, 因为其结构中含多个不饱和双键, 容易被氧化, 在自然光下的半衰期 9.07h<sup>[3]</sup>, 故在

# 愈肠宁胶囊中苦参提取物的生物碱类成分指纹图谱分析

向孙敏<sup>1</sup>, 韩丽<sup>1\*</sup>, 刘李梅<sup>1</sup>, 张超<sup>1</sup>, 王莹<sup>1</sup>, 谢兴亮<sup>2</sup>

(1. 成都中医药大学, 中药资源系统研究与开发利用省部共建国家重点实验室培育基地, 成都 611137;  
2. 成都医学院药学院, 成都 610083)

**[摘要]** 目的: 建立愈肠宁胶囊中苦参提取物生物碱类成分的 HPLC 指纹图谱的检测方法。方法: 采用 Kromasil NH<sub>2</sub> 氨基柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相乙腈-乙醇(8:1)-3% 磷酸水梯度洗脱, 流速 0.8 min·mL<sup>-1</sup>, 检测波长 220 nm, 对 10 批苦参提取物进行 HPLC 指纹图谱检测, 采用“中药色谱指纹图谱评价系统 2004 年版”进行评价。结果: 苦参提取物采用氨基柱各峰分离效果好, 确定了 15 个共有峰, 并对其中 4 个色谱峰进行了指认, 10 批提取物的相似度均 > 0.9, 提取物与药材指纹图谱间存在相关性。结论: 该方法精密度、重复性、稳定性较好, 为苦参提取物的质量控制提供了一种检测方法。

**[关键词]** 苦参; 提取物; 生物碱; 指纹图谱

**[中图分类号]** R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)14-0013-04

**[doi]** 10.11653/syfy2013140013

## Fingerprint Analysis of Alkaloids from Extract of *Sophora flavescens* in Yuchangning Capsules

XIANG Sun-min<sup>1</sup>, HAN Li<sup>1\*</sup>, LIU Li-mei<sup>1</sup>, ZHANG Chao<sup>1</sup>, WANG Ying<sup>1</sup>, XIE Xing-liang<sup>2</sup>

(1. State Key Laboratory Breeding Base of System Research and Development Utilization of Chinese Materia Medica Resources, Chengdou University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu 611137, China;  
2. Pharmaceutical College of Chengdu Medical College, Chengdu 610083, China)

**[收稿日期]** 20121228(020)

**[基金项目]** 国家科技重大专项“十二五”重大新药创制项目(2012ZX09102201-103)

**[第一作者]** 向孙敏, 在读硕士, 从事中药新技术、新工艺、新制剂研究, Tel: 13708006953, E-mail: 553121616@qq.com

**[通讯作者]** \* 韩丽, 教授, 硕士生导师, 从事中药新技术、新工艺、新制剂研究, Tel: 028-61800127, E-mail: hanliyx@163.com

测定西红花苷类含量时应尽可能快<sup>[4]</sup>。按优化的炮制工艺得到的焦栀子中西红花苷-I 和西红花苷-II 含量很低, 与文献报导一致<sup>[5]</sup>。研究表明, 栀子中西红花苷类以西红花苷-I 为主, 西红花苷-I 在大鼠口服给药后, 是以代谢物西红花酸的形式吸入血分的<sup>[6]</sup>, 西红花酸具有抗凝血作用<sup>[7]</sup>, 而栀子炒焦使西红花苷类分解生成西红花酸<sup>[8]</sup>, 因此推断, 栀子炒焦后止血作用的增强是由于西红花酸含量的增加<sup>[9]</sup>。

### [参考文献]

[1] 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.  
[2] 邓翀, 颜永刚. 多指标综合评价优选大血藤酚酸类化合物的提取工艺[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(13): 12.

[3] 付小梅, 王峥涛. 西红花苷-I 的稳定性研究[J]. 食品科学, 2012, 33(5): 71.  
[4] 罗光明, 陈岩, 李霞, 等. 不同居群品系栀子中栀和西红花苷-I 含量的比较研究[J]. 中药材, 2010, 33(9): 1378.  
[5] 张村, 肖永庆, 李丽, 等. 不同栀子饮片二帖色素类成分比较研究[J]. 中国中药杂志, 2008, 33(21): 2471.  
[6] 张颖, 刘建勋, 林力, 等. 大鼠口服西红花苷-I 后吸收入血成分及药动学[J]. 中国药理学杂志, 2012, 47(2): 136.  
[7] 徐沁蕾, 钱之玉. 西红花酸抗凝血和抗血栓形成作用的实验研究[J]. 中草药, 2008, 38(1): 89.  
[8] 张学兰, 徐苹, 李彬. 炮制对栀子中色素类成分含量的影响[J]. 中国现代中药, 2009, 11(7): 38.  
[9] 李文, 张村, 陈红, 等. 藏红花酸糖苷-I、藏红花酸药理学比较[J]. 中国实验方剂学杂志, 2007, 13(12): 24.

[责任编辑 全燕]