

不同发酵时间对樟帮枳壳饮片质量的影响

方小华², 谢一辉¹, 姚冬琴³, 何敏⁴, 龚千锋¹, 张金莲^{1*}

(1. 江西中医学院, 南昌 330004; 2. 江西南华医药有限公司, 南昌 330009;

3. 江西天仁诚和医药有限公司, 南昌 330004; 4. 广东一方制药有限公司, 广东 佛山 528244)

[摘要] 目的: 探讨不同发酵时间对樟帮枳壳饮片质量的影响。方法: 以不同发酵时间樟帮枳壳饮片为研究对象, 用照相机和 Adobe Photoshop 软件获取各饮片色泽的基本信息, 采用 HPLC 测定饮片中柚皮苷和新橙皮苷的含量, SPSS 13.0 统计软件对饮片色泽信息和有效成分的关系进行分析。结果: 色度差和有效成分存在显著相关性。结论: 色度差可作为不同发酵时间樟帮枳壳饮片质量评判标准的指标之一。

[关键词] 枳壳; 柚皮苷; 新橙皮苷; 樟帮法炮制; 色度差

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)09-0017-03

Quality Control Method of *Citrus anrantium* Pieces with Different Fermentation Time

FANG Xiao-hua², XIE Yi-hui¹, YAO Dong-qin³, HE Min⁴, GONG Qian-feng², ZHANG Jin-lian^{1*}

(1. Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330004, China; 2. Jiangxi Nanhua

Medicine Co. Ltd, Nanchang 330009, China; 3. Jiangxi Tianren Chenghe Medicine Co. Ltd,

Nanchang 330004, China; 4. Guangdong Yifang Pharmacy Co. Ltd, Foshan 528244, China)

[Abstract] **Objective:** To explore quality control method of *Citrus anrantium* pieces with different fermentation time. **Method:** Taking *C. anrantium* with different fermentation time as object, camera and Adobe Photoshop software were used to obtain basic information of pieces color, the content of naringin and neohesperidin in pieces were determined by HPLC. Information of pieces color and relationship of active ingredients were analyzed by SPSS 13.0. **Result:** There was a significant correlation between color difference and active ingredients. **Conclusion:** Color difference could be used as one index of quality criteria for *C. Anrantium* with different fermentation time.

[Key words] *Citrus anrantium*; naringin; neohesperidin; processing by Zhangbang method; color difference

规范的炮制工艺是保证饮片质量的关键。在现行的炮制工艺中, 质量控制参数有火候的大小、饮片色泽等, 虽能在一定程度上反映饮片的质量、工艺特色等, 但有很大的主观性, 很难保证饮片质量稳

定^[1]。本试验以不同发酵时间的樟帮麸炒枳壳为研究对象, 引入色度空间概念, 采用国际标准和国家标准 CIELAB 2000 色度计算公式, 计算不同发酵时间下所得炮制品的色度值和成分含量, 分析色泽与饮片内在质量指标的关联, 将传统的外观感觉表征转化为量化指标。

1 材料

Ultimate3000 型高效液相色谱仪(美国戴安), AE240 型天平 1/10 万(Mettler), 高速万能粉碎机(天津市泰斯特一仪器有线公司), CFP-110X50 型报喜龙电炒锅(报喜龙电器厂), TN408LC 型红外测温枪(上海仪迷杰光电技术有限公司), GZX-

[收稿日期] 20111129(014)

[基金项目] “十一五”国家科技支撑计划(2006BAI06A07-02); 江西省卫生厅基金项目(2008Z0026)

[第一作者] 方小华, 副主任中药师, 硕士, 从事中药质量控制研究, E-mail: 503903436@qq.com

[通讯作者] *张金莲, 硕士, 教授, 从事中药学研究, Tel: 0791-87118995, E-mail: jxjzjl@163.com

9146MBE 型数显鼓风干燥箱(上海博讯实业有限公司), T70 型数码照相机(索尼), 光照仪(台北得益工业仪器有限公司)。

枳壳原药材购自江西省樟树市药材市场(产地樟树黄岗), 经江西中医学院药学院中药资源学科组褚小兰教授鉴定为酸橙 *Citrus aurantium* L. 干燥未成熟果实。柚皮苷对照品(购自中国药品生物制品检定所, 批号 110722-200309), 新橙皮苷对照品(由江西中医学院重点实验室杨武亮教授提供纯度 99.34%), 甲醇、乙腈为色谱纯甲醇, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 樟帮枳壳生品的制备^[2] 将枳壳原药材用小刀挖去内瓢, 取 3 500 g, 洗净泥沙, 捞起, 浸润过夜(12 h), 取 500 g, 切片, 干燥。其余用铁锚压扁, 使对合成扁半圆形, 上木架压制, 置温度 28 ℃ 和湿度 92% 的环境中, 分别于 24, 48, 60, 72, 96, 120 h 取样, 切片, 干燥。

2.2 樟帮麸炒枳壳饮片的制备 将炒锅加热至 200

℃, 加麦麸 25 g, 炒至麦麸冒烟, 分别取 2.1 项下干燥的饮片 100 g, 炮制 4 min, 取出, 筛去麦麸即得。

2.3 饮片色度差 每批饮片随机取出 10 片, 按色泽信息获取方法取得图片, 运用 Adobe Photoshop 9.0 中的“模糊”子菜单中选择“平均”工具, 获得饮片色泽的无反射光的明度(L), 反射光中红色与绿色的成分(a), 反射是中黄色与蓝色的成分(b)平均值。根据色差计算公式, 计算不同批次饮片色度差。

2.4 含量测定^[2]

2.4.1 色谱条件 Ultimate 3 000 C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相乙腈-水(磷酸调 pH 3)23: 77, 检测波长 283 nm, 柱温 30 ℃, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 进样量 10 μL。

2.4.2 对照品溶液的配制 精密称取柚皮苷对照品 9.89 mg 于 25 mL 量瓶中, 加适量甲醇溶解, 定容, 摇匀, 得 0.396 g·L⁻¹柚皮苷对照品溶液。精密称取新橙皮苷对照品 2.35 mg 于 10 mL 量瓶中, 加适量甲醇溶解, 定容, 摇匀, 得 0.235 g·L⁻¹新橙皮苷对照品溶液。

表 1 不同发酵时间樟帮麸炒枳壳含量和色度差测定

No.	发酵时间 /d	色度差	柚皮苷 /mg·g ⁻¹	新橙皮苷 /mg·g ⁻¹	No.	发酵时间 /d	色度差	柚皮苷 /mg·g ⁻¹	新橙皮苷 /mg·g ⁻¹
1	0	7.265	41.61	29.67	36	2.5	5.716	43.68	31.10
2		8.428	41.95	28.40	37		4.929	45.80	32.27
3		5.652	42.91	29.11	38		7.147	44.41	31.83
4		9.505	41.54	28.73	39		7.589	43.88	31.29
5		7.265	39.19	28.03	40		5.716	43.76	31.47
6		8.428	41.06	27.72	41	3	8.479	43.57	27.77
7		5.652	44.33	30.13	42		5.363	46.14	28.73
8		9.505	40.98	28.47	43		4.020	45.36	28.73
9		8.428	42.55	28.62	44		7.771	47.45	30.70
10		5.652	46.84	31.55	45		8.479	46.90	29.91
11	1	4.630	41.91	30.37	46		4.020	41.62	26.25
12		7.511	42.36	28.84	47		7.771	45.98	29.87
13		4.684	46.51	29.81	48		5.363	45.49	28.57
14		6.719	42.47	28.17	49		4.020	45.19	28.46
15		4.630	42.73	30.86	50		7.771	42.77	27.95
16		7.511	43.21	29.35	51	4	10.066	41.69	27.70
17		4.684	45.21	29.00	52		6.878	38.90	29.38
18		6.719	42.15	27.91	53		4.504	41.31	28.53
19		4.684	43.80	27.99	54		5.998	39.25	28.23
20		6.719	43.63	28.88	55		4.504	38.53	26.68
21	2	5.279	48.52	33.47	56		5.998	39.32	28.24
22		4.999	43.31	30.66	57		10.066	40.34	26.92
23		9.326	45.42	32.14	58		6.878	38.99	29.34
24		3.188	46.53	33.14	59		4.504	38.97	27.03
25		5.279	46.05	32.08	60		5.998	39.22	27.80
26		4.999	46.36	32.66	61	5	6.456	42.92	30.73
27		5.279	47.56	32.95	62		7.873	40.87	28.81
28		4.999	46.52	32.87	63		5.045	40.09	31.16
29		9.326	47.38	33.38	64		6.456	46.63	33.20
30		3.188	49.62	34.71	65		5.716	44.57	30.67
31	2.5	7.147	44.21	31.44	66		7.873	39.57	28.07
32		7.589	53.43	38.10	67		5.045	40.24	31.17
33		4.929	52.80	36.87	68		6.456	39.83	28.43
34		7.147	40.72	28.95	69		5.716	43.48	30.16
35		7.589	43.95	31.33	70		5.045	40.36	31.25

2.4.3 样品测定 分别取 2.2 项下所得樟帮麸炒枳壳粉末(40 目)约 0.5 g,置 100 mL 圆底烧瓶中,加 50 mL 甲醇水浴加热回流 1.5 h,趁热滤过,滤液置 50 mL 量瓶中,药渣再提取 2 次(每次加 10 mL 甲醇提取 10 min),滤液置同一量瓶中,待冷却后加甲醇至刻度,摇匀,准确取出 5 mL 转移至 25 mL 量瓶,甲醇定容,摇匀,过 0.45 μm 微孔滤膜,测定,结果见表 1。将表 1 中饮片色度差与柚皮苷干品含量和新橙皮苷干品含量,SPSS 13.0 统计软件进行相关性分析,结果见表 2。

表 2 色度差与发酵时间、饮片含量的相关性分析

项目	发酵时间	柚皮苷	新橙皮苷
色度差	-0.116	-0.173 ¹⁾	-0.195 ²⁾
发酵时间	1	-0.216 ¹⁾	-0.17

注:¹⁾ $P < 0.05$,²⁾ $P < 0.01$ 。

由表 2 结果可知,色度差与柚皮苷含量、新橙皮苷含量均存在显著负相关,说明样品的色度差越大,柚皮苷含量、新橙皮苷含量越低;发酵时间与柚皮苷含量存在显著负相关,而与新橙皮苷含量不存在显著相关。

3 讨论

目前樟帮枳壳的文献报道主要是对其炮制前后的挥发油及成分变化的研究^[3-8],尚未有不同发酵时间樟帮枳壳饮片炮制品色泽控制指标量化的研究报道。本试验发现发酵时间与柚皮苷含量存在显著负相关,与新橙皮苷含量不存在显著相关,而不同发酵时间樟帮枳壳饮片炮制品色度差与饮片内在质量

具有较好的相关性,用色度差来控制饮片的质量比传统的颜色指标(淡黄色)与发酵时间 2~5 d 更为合理,色度差可作为不同发酵时间樟帮枳壳的质量控制指标,对饮片色度差设定最大值,有利于樟帮饮片的质量控制。

[参考文献]

- [1] 覃洁. 中药饮片的质量与色、香、味、形[J]. 中草药, 2004, 35(7): 附 12.
- [2] 张金莲, 谢一辉, 何敏, 等. 多指标正交优选樟帮枳壳炮制工艺[J]. 中成药, 2011, 33(2): 287.
- [3] 龚千锋, 袁小平, 袁艳金, 等. 枳壳樟帮炮制方法及其炮制前后化学成分研究[C]. 武汉: 中华中医药学会中药炮制分会 2009 年学术研讨会论文集, 2009.
- [4] 蒋以号, 龚千锋, 曹旻旻, 等. 枳壳樟建两帮炮制前后挥发油的 GC-MS 分析[C]. 武汉: 中华中医药学会中药炮制分会 2008 年学术研讨会论文集, 2008.
- [5] 曹君, 王少军, 龚千锋, 等. 不同产地枳壳炮制前后挥发油的 GC-MS 分析[J]. 中草药, 2005, 36(2): 172.
- [6] 蒋以号, 杨武亮, 陈海芳, 等. 枳壳炮制前后高效液相色谱指纹图谱的比较研究[J]. 中药材, 2008, 31(7): 963.
- [7] 顾雪竹, 毛淑杰, 李先端, 等. 枳壳生品、炮制品中有效成分分析[J]. 中国实验方剂学杂志, 2006, 12(9): 15.
- [8] 阎汝南, 李飞, 蔡丹昭, 等. 枳壳炮制前后微量元素的测定[J]. 广东微量元素科学, 1994, 1(5): 50.

[责任编辑 仝燕]