

藿香正气水中橙皮苷转移率优化

郑艳春*, 杨冬丽, 崔雅慧, 秦婷, 李俊芳

(承德颈复康药业集团有限公司, 河北省中药新辅料工程技术研究中心, 河北 承德 067000)

[摘要] 目的: 考察影响藿香正气水中橙皮苷含量的因素, 提高橙皮苷的转移率。方法: 采用 HPLC 测定各因素下橙皮苷的转移率。结果: 控制陈皮药材的粒径在 10 mm 以下, 用 70% 乙醇 60 °C 下浸泡, 低于 65 °C 浓缩, 橙皮苷的转移率较高。结论: 采用此方法能有效地提高橙皮苷的转移率, 保证成品中橙皮苷的含量。

[关键词] 藿香正气; 橙皮苷; 转移率

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)24-0027-02

Transfer Rate of Hesperidin in Huoxiang Zhengqi Solution

ZHENG Yan-chun*, YANG Dong-li, CUI Ya-hui, QIN Ting, LI Jun-fang

(1. Chengde Jingfukang Pharmaceutical Group Co. Ltd, Chengde 067000, China; 2. New Excipients of Traditional Chinese Medicine Engineering Research Center of Hebei Province, Chengde 067000, China)

[Abstract] **Objective:** To investigate factors of the content of hesperidin from Huoxiang Zhengqi solution, and improve transfer rate of hesperidin. **Method:** Transfer rate of hesperidin in different factors was determined by HPLC. **Result:** Controlled size of *Citrus reticulata* under 10 mm, soaked with 70% ethanol at 60 °C, and concentrated below 65 °C, transfer rate of hesperidin was highest. **Conclusion:** This method could effectively improve transfer rate of hesperidin, and ensure the content of hesperidin from finished product.

[Key words] Huoxiang Zhengqi; hesperidin; transfer rate

藿香正气水现收载于《中国药典》2010 年版一部, 具有解表化湿、理气和中之功效, 用于外感风寒、内伤湿滞或夏伤暑湿所致的感冒^[1]。在成品检测中, 标准要求橙皮苷的含量不得低于 0.18 g·L⁻¹, 但在实际大生产中多存在陈皮中橙皮苷转移率低, 成品中含量难以达到标准要求的情况。本文开展相关实验研究, 考察影响藿香正气水中橙皮苷含量的相关因素。

1 材料

SPD-10ATP 型高效液相色谱仪(日本岛津公司), 陈皮(承德颈复康药业集团), 乙醇为药用级, 橙皮苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号

0721-200010)。

2 方法与结果

参考《中国药典》2010 年版一部收载的藿香正气水项下橙皮苷的含量测定方法。

2.1 对照品溶液的制备 取橙皮苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成 60.0 mg·L⁻¹ 橙皮苷溶液, 即得。

2.2 供试品溶液的制备 精密量取陈皮提取液适量, 用 50% 的乙醇稀释到约 60.0 mg·L⁻¹ 橙皮苷溶液, 即得。

2.3 含量测定 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂, 流动相乙腈-0.05 mol·L⁻¹ 磷酸二氢钠溶液(用磷酸调节 pH 3.0)(20:80), 检测波长 284 nm, 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液 10 μL, 注入液相色谱仪, 测定即得。

2.4 单因素试验 根据藿香正气水中陈皮的提取工艺, 即 60% 乙醇浸泡, 渗漉, 收集渗漉液。分别从药材的粒径、乙醇体积分数、浸泡温度等方面考察。

[收稿日期] 20110804(009)

[通讯作者] * 郑艳春, 工程师, 从事中药新药制剂及质量研究, Tel: 0314-2292050, E-mail: zhengyanchun2001@163.com

2.4.1 陈皮药材粒径对橙皮苷含量的影响 取陈皮药材 100 g, 分别粉碎成不同粒径, 按工艺规程要求用 60% 乙醇浸泡 24 h, 渗滤(每公斤药材 1 ~ 3 mL·min⁻¹), 收集渗滤液, 定容至 1 000 mL, 测定粗粉(10 目)、小块(3 ~ 6 mm)、大块(10 ~ 20 mm) 中橙皮苷含量分别为 0.34, 0.29, 0.28 g·L⁻¹, 转移率(渗滤液中橙皮苷提出量/药材中橙皮苷总量 × 100%) 依次为 5.9%, 5.0%, 4.8%。表明随着药材粒径的增加, 橙皮苷的转移率逐渐降低, 粗粉的转移率与其他 2 种规格的有显著的差异, 而小块和大块差别不大。

2.4.2 不同体积分数乙醇浸泡后对橙皮苷含量的影响 取陈皮大块药材 100 g, 分别用 60%, 70%, 80%, 90% 乙醇室温浸泡 24 h, 收集浸泡液, 定容至 1 000 mL, 测定含量, 在浸泡相同时间内, 以 70% 乙醇浸泡液中橙皮苷的含量最高。结果见表 1。

表 1 不同体积分数乙醇浸泡液对橙皮苷转移率的影响

乙醇体积分数	橙皮苷质量浓度	橙皮苷转移率
/%	/g·L ⁻¹	/%
60	0.34	2.97
70	0.45	3.90
80	0.43	3.69
90	0.34	2.97

2.4.3 浸泡温度对橙皮苷转移率的影响 取陈皮大块药材 100 g, 60% 乙醇为溶媒, 分别在室温浸泡 24 h; 50, 60 °C 水浴中浸泡 4 h, 取出置室温条件下继续浸泡直至 24 h; 收集浸泡液, 定容至 1 000 mL, 测定橙皮苷含量依次为 0.33, 0.33, 0.45 g·L⁻¹, 转移率分别为 2.82%, 2.86%, 3.87%。橙皮苷的转移率随温度的升高而提高, 60 °C 浸泡橙皮苷的转移率最高, 更高的温度浸泡, 是否提高转移率还有待于进一步考察。

2.4.4 浓缩温度对橙皮苷转移率的影响 从原工艺试验结果得知, 初滤液中橙皮苷的平均含量占总渗滤液中橙皮苷含量的 30%, 续滤液中平均含量占 70%。因此续滤液中橙皮苷的含量对整个成品的含量起绝对的作用。在对续滤液浸膏的浓缩过程中发现, 浓缩温度在 65 °C 以上, 橙皮苷含量下降明显, 温度在 65 °C 以下浓缩, 含量微有变化, 但不明显, 产生

下降的原因未作深入研究, 因此应尽量减少陈皮浸膏的受热时间并控制浓缩温度。

2.4.5 验证试验 控制陈皮粒径在粗粉的状态下, 用 70% 乙醇浸泡和渗滤, 浸泡温度 60 °C, 浓缩温度控制在 65 °C 以下, 橙皮苷的转移率与原工艺相比有显著的提高。按照优选的条件, 分别取药材粗粉 500 g, 60 °C 浸泡 4 h 后室温浸泡至 24 h, 渗滤, 取渗滤液, 按含量测定方法检测, 结果橙皮苷含量分别为 0.38, 0.37, 0.38 g·L⁻¹, 橙皮苷转移率依次为 6.62%, 6.46%, 6.58%。

3 讨论

从试验结果来看, 粒径越小, 提取的含量就越高, 文献[2]报道, 药材粒径 40 目与 10 目提取的含量没有显著差异, 而与 2 ~ 4 mm 粒径有显著的差异, 与试验结果相吻合。

文赤夫等^[3] 试验研究指出, 橙皮苷水相 90 °C 下 0 ~ 30 min 稳定, 35 °C 橙皮苷的含量明显下降; 35 min 内 75 °C 下, 橙皮苷水相稳定, 没有变化, 考虑大生产在浓缩的过程中时间较长, 过高的温度对橙皮苷有影响, 确定陈皮渗滤液在浓缩的过程中温度控制在 65 °C 以下。

橙皮苷是一种非平面型二氢黄酮配糖体^[4-5], 在水中的溶解度极低, 且其水溶性会随水温的升高而增大, 在生产中渗滤后的浸膏一般在冷库内存放, 温度较低, 配剂时取出, 容器的底部存有大量的沉淀物析出, 放置室温后会全部溶解, 因此配剂前提高渗滤液的温度有利于提高橙皮苷的含量。

[参考文献]

- [1] 中国药典. 一部[S]. 2010:1233.
- [2] 徐黎. 柑橘皮中橙皮苷的提取与纯化[D]. 杭州: 浙江大学, 2006.
- [3] 文赤夫, 李国章, 董爱文, 等. 橙皮苷的提取及其稳定性分析[J]. 生物质化学工程, 2005, 40(3): 37.
- [4] 王宁芳. 橙皮苷的提取工艺研究[J]. 安徽农业科学, 2009, 37(8): 3759.
- [5] 左锦静, 陈复生, 姚永志. 陈皮中黄酮类化合物的最佳提取工艺[J]. 食品研究与开发, 2005, 26(3): 61.

[责任编辑 仝燕]