

# 栀子果实干燥工艺优选研究

黄锐<sup>1</sup>, 唐灿<sup>1\*</sup>, 姚健<sup>2</sup>, 陈红<sup>1</sup>

(1. 泸州医学院药学院, 四川 泸州 646000; 2. 泸州市人民医院, 四川 泸州 646000)

**[摘要]** 目的:通过对栀子果实干燥工艺的优选研究,探索栀子果实干燥的最佳温度和最佳干燥时间,从而控制栀子的质量。方法:考察干燥温度和干燥时间对栀子果实中栀子苷含量的影响,采用高效液相色谱法,以栀子苷质量分数为指标,考虑干燥温度和干燥时间,采用单因素法优选栀子果实干燥工艺。结果:50 ℃干燥栀子,栀子果实中栀子苷含量较高且稳定;65 ℃以上干燥栀子,栀子果实中栀子苷含量呈下降趋势。结论:栀子果实的干燥工艺是:50 ℃干燥 36 h,既快又保证质量。

**[关键词]** 干燥工艺;栀子;单因素设计试验

**[中图分类号]** R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)07-0037-03

## Optimization of Gardeniae Fructus Drying Technology

HUANG Rui<sup>1</sup>, TANG Can<sup>1\*</sup>, YAO Jian<sup>2</sup>, CHEN Hong<sup>1</sup>

(1. The Pharmacology School of Luzhou Medical College, Luzhou 646000, China;  
2. People' Hospital of Luzhou 646000, China)

**[Abstract]** **Objective:** explore the best drying temperature and drying time of Gardeniae Fructus through the study of its drying process optimization, so as to control the quality of Gardenia. **Method:** To study the drying temperature and drying time on the Gardeniae Fructus geniposide content using high performance liquid chromatography with mass fraction of geniposide index, considering the drying temperature and drying time, and the single factor for optimization of Gardeniae Fructus drying process. **Result:** Gardeniae Fructus geniposide content is high and stable at 50 ℃; gardenia fruit geniposide showed a marked downward trend above 65 ℃. **Conclusion:** The drying process Gardeniae Fructus is fast and quality assurance for 36 hours at 50 ℃.

**[Key words]** drying process; Gardeniae Fructus; single factor design experiment

栀子为茜草科植物栀子 *G. jasminoides* Ellis 的干燥成熟果实。主产于湖北、四川、重庆、江西、浙江等省。栀子具有泻火除烦、清热、凉血解毒之功效,用于热病心烦、黄疸尿赤、血淋涩痛、血热吐衄、目赤肿痛、火毒疮痈等证<sup>[1]</sup>。根据现代药理研究证实<sup>[2]</sup>,栀子苷为栀子的主要有效成分之一,具有显著降低

谷丙转氨酶,消退黄疸,增进食欲和恢复肝功能的作用。

目前药农在采收地对栀子果实的干燥方法一种是晒干或阴干。这种方法对栀子的干燥速度慢,容易发霉变质,影响品质。另外 1 种方法是直接把栀子放在烘箱里面,干燥温度在 80 ℃左右,由于栀子苷受热后分解破坏,含量降低,干燥后的栀子的药效降低。基于上述 2 种干燥方法,笔者通过对栀子在不同温度下不同时间进行干燥研究,测定栀子苷含量变化情况,筛选最佳干燥温度和干燥时间,从而避免了有效成分栀子苷损失,为建立栀子的干燥工艺提供一种切实可行的方法。

### 1 仪器与材料

SSI 高效液相色谱仪,ShLOA 型水份快速测定

**[收稿日期]** 20100605(001)

**[基金项目]** 四川省科技支撑计划项目(2010SZ0049);四川省教育厅重点科研项目(2005A071)

**[第一作者]** 黄锐, 硕士研究生, Tel: 15108194554, E-mail: huangrui6136@126.com

**[通讯作者]** \*唐灿, 教授、硕士生导师,从事中药制备工艺与质量标准研究, Tel: 0830-3397225, E-mail: Tang9670625@163.com

仪, 梔子苷对照品(中国药品生物制品检定所, 110742-200516), 梔子采自四川省巴中市巴州区平梁乡四川省梔子产业科技示范园, 经课题组鉴定为茜草科植物梔子 *G. jasminoides* 的干燥成熟果实。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** Ultimate™ C<sub>18</sub> 键合硅胶柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相乙腈-水(10:90), 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 柱温 25 °C, 波长 238 nm。

**2.2 梔子苷标准曲线** 精密称取梔子苷化学对照品 3.2 mg, 用无水甲醇定容于 5 mL 量瓶中, 即得 0.64 g·L<sup>-1</sup> 的梔子苷对照品溶液。梔子苷在 3.2 ~ 11.2 μg 与峰面积呈现良好的线性关系, 其回归方程为:  $Y = 1\ 012\ 294.70X - 439\ 843.76 (r = 0.999\ 2)$ 。

**2.3 供试品溶液的制备**<sup>[4]</sup> 梔子粉末中加入 8 倍量 80% 甲醇, 浸泡 0.5 h, 超声提取 2 h, 定量滤纸过滤后得到梔子苷提取液。准确吸取 5 mL 梔子苷提取

液, 用 80% 甲醇定容至 25 mL, 即得供试品溶液。

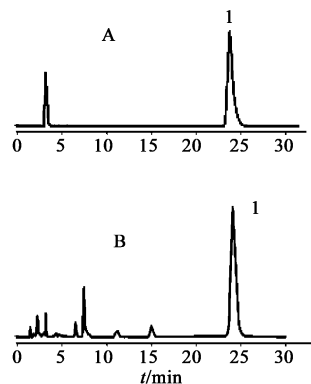


图 1 梔子样品中梔子苷 HPLC

A. 对照品; B. 梔子样品; 1. 梔子苷

**2.4 梔子果实干燥工艺优选** 梔子果实剪破, 35 °C 连续 72 h 烘干, 粉碎为 20 目粉末、混匀。精确称取梔子粉末 2.5 g, 按表 1 所示的参数进行干燥。

表 1 梔子果实干燥工艺条件及结果

No.	质量 /g	干燥温度 /°C	干燥时间 /h	梔子苷 /mg·g <sup>-1</sup>	No.	质量 /g	干燥温度 /°C	干燥时间 /h	梔子苷 /mg·g <sup>-1</sup>
1	2.5008	35	2	45.92	20	2.5006	80	4	56.08
2	2.5002	35	24	46.19	21	2.5009	80	8	62.91
3	2.5008	35	36	45.62	22	2.5005	80	16	47.6
4	2.5002	50	1	46.93	23	2.5002	80	24	58.45
5	2.5002	50	2	45.18	24	2.5000	80	36	56.98
6	2.5009	50	4	47.31	25	2.5009	100	1	63.58
7	2.5004	50	8	62.48	26	2.5005	100	2	56.13
8	2.5004	50	16	56.35	27	2.5003	100	4	58.21
9	2.5007	50	24	59.72	28	2.5006	100	8	48.21
10	2.5005	50	36	57.47	29	2.5002	100	16	49.07
11	2.5006	65	1	51.82	30	2.5006	100	24	53.59
12	2.5000	65	2	60.7	31	2.5008	100	36	42.07
13	2.5009	65	4	54.77	Yz1	2.5006	50	1	59.63
14	2.5005	65	8	60.38	Yz2	2.5004	50	2	68.85
15	2.5003	65	16	62.46	Yz3	2.5001	50	4	62.72
16	2.5005	65	24	60.32	Yz4	2.5002	50	8	58.83
17	2.5007	65	36	51.68	Yz5	2.5001	50	16	63.8
18	2.5000	80	1	57.37	Yz6	2.5009	50	24	63.36
19	2.5001	80	2	62.26	Yz7	2.5004	50	36	61.61

注: Yz 代表验证性试验中样本

表 1 结果表明 35 °C 干燥 2 ~ 36 h, 有效成分梔子苷含量变化很小(经检测水分 < 5%), 对梔子果实中的梔子苷无破坏作用。50 °C 干燥 8 h, 会脱去

一部分自由水, 梔子苷含量变化不大, 65 ~ 80 °C 梔子苷含量受到一定影响。100 °C 随着干燥时间的增加, 梔子苷含量呈递减的趋势。

**2.5 栀子果实干燥最佳工艺的验证性试验** 通过对栀子在 50℃ 下干燥,照前面的方法对栀子果实中栀子苷重新进行了含量测定,质量分数线能重合,说明该试验重现性高(表 1)。

### 3 讨论

关于栀子中栀子苷含量测定的相关文章已有报道<sup>[6]</sup>,但关于栀子果实的干燥工艺研究未见报道,根据本课题组研究结果,干燥温度和干燥时间对栀子中主要有效成分栀子苷的含量产生了较大的影响。因此研究栀子干燥工艺对巴中栀子质量控制具有重要的指导意义。

目前药农在采收地对栀子果实的干燥方法一般有 2 种方法。一种是晒干或阴干。栀子果实于 9~11 月采收,此时太阳光强度弱,干燥速度慢,容易发霉变质,栀子药材品质下降。另一种是直接把栀子放在烘箱里面,温度 80℃ 以上,这样干燥后的栀子的药效降低。基于这种情况下,本研究寻求栀子果实干燥的最佳温度段和最佳干燥时间,以保证尽量节约干燥时间,同时又不破坏成分。笔者对此进行了单因素筛选,包括对干燥时间和干燥温度,实验结果表明在 65℃ 以上干燥栀子果实,其有效成分会随着干燥时间的增加而呈下降趋势,而在 50℃ 干燥栀子果实,有效成分栀子苷质量分数较高且稳定,相对于 35℃,干燥时间更短,效率更高。

课题组对 35,50,65,80,100℃ 对栀子果实进行了不同干燥时间的试验,结果表明 35℃ 和 50℃ 栀子果实中的栀子苷含量稳定,可以进行干燥加工。考虑到干燥时间,50℃ 更利于对栀子果实进行干

燥。65,80,100℃ 对栀子果实进行干燥,随着干燥时间的增加,有效成分栀子苷会被破坏,其含量呈现下降趋势。因此 50℃ 干燥栀子果实,对栀子果实中栀子苷含量几乎不影响,65℃ 以上栀子果实中栀子苷会被破坏,降低栀子品质。干燥栀子果实的最佳工艺为 50℃ 干燥 36 h。

栀子果实在加工过程中应该剪破,以利于干燥;如不剪破,不易干燥,甚至会发霉变质,影响品质。

本研究主要依据栀子中最主要的有效成分栀子苷收率进行干燥工艺评价,但是为了充分发挥中药多成分性、多靶向性及多效应性的特色和优势,还应对其他主要有效成分熊果酸、西红花苷的收率进行考察,综合评价栀子果实的干燥工艺,目前课题组正在做此项研究。

### [参考文献]

- [1] 赵剑,唐灿,张彦燕,等. HPLC 法测定江西红栀子中栀子苷含量[J]. 四川中医,2009,27(4):52.
- [2] 王谦,唐灿,姚健,等. 各栀子主产区栀子苷含量的比较研究[J]. 泸州医学院学报,2009,32(2):133.
- [3] 中国药典. 一部[S]. 2005:173.
- [4] 胡震一,杨广德,罗国安,等. 栀子中栀子苷提取工艺及 HPLC 分析[J]. 中成药,2006,28(3):336.
- [5] 付小梅,吕武清,褚小兰,等. 栀子类药材及其不同发育期果实中栀子苷的含量分析[J]. 中药材,2000,23(12):754.
- [6] 刘瑛,张浩. 栀子药材中栀子苷的含量测定[J]. 华西药学杂志,2003,18(5):374.

[责任编辑 全燕]