

枳壳中柚皮苷提取工艺的研究

滕建业¹, 孟宪生^{1*}, 韩凌², 潘英², 包永睿¹, 郭小瑞¹

(1. 辽宁中医药大学药学院, 辽宁 大连 116600; 2. 辽宁本溪三药有限公司, 辽宁 本溪 117004)

[摘要] 目的: 研究枳壳中柚皮苷的提取工艺。方法: 采用高效液相色谱法测定柚皮苷的含量, 以柚皮苷含量为评价指标, 以正交实验设计优选最佳提取工艺。结果: 枳壳中柚皮苷的最佳提取条件为: 用 10 倍量的 90% 乙醇提取 3 次, 每次 1 h。结论: 该方法简单, 数据可靠, 可作为枳壳中柚皮苷提取的最佳工艺。

[关键词] 枳壳; 提取; 柚皮苷

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2011)03-0034-02

Study on Extraction of Naringin from Citrus Aurantium

TENG Jian-ye¹, MENG Xian-sheng^{1*}, HAN Ling², PAN Ying², BAO Yong-rui¹, GUO Xiao-rui¹

(1. College of Pharmacy, Liaoning University of Traditional Chinese Medicine, Dalian 116600, China;

2. Liaoning Benxi Third Pharmaceuticals Company Limited, Benxi 117004, China)

[Abstract] Objective: To optimize the extraction technology of naringin from *Citrus aurantium*. **Method:** The content of *C. aurantium* was determined by HPLC. The extraction technology was optimized by orthogonal experiment with the extraction rate and the extract of naringin as evaluation index. **Result:** The optimum extraction technology was determined as follows: 10 times amount of 90% ethanol was used as solvent, the extraction time was 1 hour and the extraction was conducted for 3 times. **Conclusion:** The extraction technology was simple and reliable. It can be used as the optimal extraction of naringin from *C. aurantium*.

[Key words] *Citrus aurantium*; extract; naringin

枳壳为芸香科植物酸橙 *Citrus aurantium* L. 及其栽培变种的干燥未成熟果实, 7 月果皮尚绿时采收, 自中部横切为两半, 晒干或低温干燥。性微寒, 味苦、辛、酸。入肺、脾、大肠经。功能理气宽中, 行滞消胀。主治胸肋气滞、胀满疼痛、食积不化、痰饮内停、胃下垂等。其主要成分有生物碱、黄酮苷、挥发油等。据资料显示, 枳壳中的黄酮类成分对胃肠运动具有促进作用^[6], 故对枳壳黄酮的柚皮苷进行提取工艺的考察。

1 材料

1.1 药物 枳壳购于辽宁药业有限公司, 经辽宁中医药大学药教研室翟延军教授鉴定为正品。

1.2 仪器与试剂 日本岛津 6A 高效液相色谱仪; 色谱柱: Diamonsil C₁₈ (4.6 mm × 150 mm, 5 μm); 色谱甲醇(科密欧); 水(三级水); 95% 分析乙醇(科密欧); 色谱冰醋酸(科密欧); 柚皮苷对照品购于中国药品生物制品检定所(供含量测定用, 批号 0722 - 200108)。

2 方法与结果

2.1 枳壳中柚皮苷测定方法

2.1.1 色谱条件 色谱柱 Diamonsil C₁₈ (4.6 mm × 150 mm, 5 μm); 流动相为甲醇-水-冰乙酸 (26 70 4); 检测波长 283 nm; 流速 1.0 mL·min⁻¹; 柱温 25 。理论塔板数按柚皮苷峰计算, 应不得低于 2 000。

2.1.2 对照品制备 精密称定柚皮苷对照品 3.28

[收稿日期] 20100915(004)

[基金项目] “十一五”重大新药创制(2010ZX0901-304-201)

[第一作者] 滕建业, 在读研究生, 研究方向为生药学, E-mail: goodbeydean@163.com

[通讯作者] * 孟宪生, 博士, 副教授, 研究方向为中药组分配伍、代谢组学及药品质量分析, Tel: 0411-87406496, E-mail: mxsvw@126.com

mg,置于10 mL量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。即得 $0.328\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的对照品溶液。

2.1.3 供试品制备 取药材粉末约10 g,按2.2方法提取,冷却后抽滤。滤液回收溶剂至一半体积。并转移至250 mL量瓶中,并用30%乙醇稀释至刻度,摇匀。再从中移取0.5 mL置于100 mL,并用30%乙醇稀释至刻度,摇匀,超声,静置。移取上述样品液1 mL。蒸干,用甲醇稀释至10 mL,备用。

2.1.4 标准曲线绘制 精密吸取 $0.328\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的柚皮苷对照品溶液1.0,3.0,6.0,12.0,15.0,20.0 μL ,注入液相色谱仪,以样品进样量为横坐标,峰面积A为纵坐标,绘制标准曲线,计算回归方程 $Y=34278.46X+957004.5$, $r=0.9996$ 。结果表明柚皮苷的进样量在 $0.328\sim 6.56\text{ }\mu\text{g}$ 有良好的线性关系。

2.2 正交试验 根据预试验,在相同条件下,水提和醇提比较,决定选用乙醇提取,并确定以提取时间、提取次数、醇体积分数为考察因素,每个因素分为3个水平,以柚皮苷的提取含量为考察指标,按正交实验 $L_9(3^4)$ 设计因素水平,见表1,试验安排及结果见表2,方差分析见表3。

表1 乙醇提取正交试验因素水平

水平	A提取时间/h	B提取次数/次	C体积分数/%
1	1	1	50
2	1.5	2	70
3	2	3	90

表2 乙醇提取正交试验设计及结果

水平	A	B	C	D(空白)	柚皮苷含量/%
1	1	1	1	1	5.79
2	1	2	2	2	6.74
3	1	3	3	3	7.87
4	2	1	2	3	6.23
5	2	2	3	1	7.67
6	2	3	1	2	7.37
7	3	1	3	2	6.19
8	3	2	1	3	5.88
9	3	3	2	1	7.13
直	K_1	6.80	6.07	6.35	6.86
观	K_2	7.09	6.76	6.70	6.77
分	K_3	6.40	7.46	7.24	6.66
析	R	0.69	1.39	0.90	0.20

表3 方差分析结果

方差来源	SS	f	MS	F	P
A	0.720	2	0.36	11.613	
B	2.884	2	1.442	45.516	<0.05
C	1.224	2	0.612	20.303	<0.05
D(空白)	0.06	2	0.03		

注: $F_{0.05}(2,2)=19$ 。

2.2.1 溶剂量考察 根据正交试验结果确定的提取工艺方法,对提取溶剂的用量进行单因素考察。考察了6,8,10,12倍量提取溶剂,结果柚皮苷的质量分数分别为6.72%,7.35%,7.87%,7.91%。

2.2.2 结果 综合评价提取条件对柚皮苷含量的影响,以提取次数影响最大,其次是醇体积分数,提取时间无明显差别。对出膏率的影响,以提取次数影响最大,提取时间与醇体积分数无显著差异,根据溶剂量的考察,显示10倍量与12倍量结果相差不大,考虑工业生产,故选用的最佳提取工艺为 $A_1B_3C_3$ 。即用10倍量的90%乙醇提取3次,每次1 h。

3 讨论

预实验中,在其他提取条件相同的情况下,对枳壳中黄酮的提取分别使用了水提和醇提,后采用高效液相色谱法测定提取的柚皮苷含量,结果显示,采用乙醇提取柚皮苷的含量远大于采用水提取柚皮苷的含量,故采用乙醇提取。

按《中国药典》2010年版一部枳壳项下测定方法测定,枳壳中所含柚皮苷质量分数为8.03%。以90%乙醇为提取液,每次提取1 h,经过3次提取后,质量分数为7.87%。柚皮苷转移率达98.0%,3次基本提取完全,所以枳壳中提取柚皮苷的最佳工艺为90%乙醇提取3次,每次1 h。

药理研究表明,枳壳中的黄酮类成分柚皮苷具有抑制胃肠道平滑肌作用,近年黄酮的研究成为了关注的焦点,促进了黄酮研究的进展,本实验为枳壳中黄酮的研究奠定了基础,为未来的研究提供了理论依据。

[参考文献]

- [1] 中国药典.一部[S].2010:229.
- [2] 吴万征.不同产地枳壳中柚皮苷与微量元素的含量测定[J].中药材,2003,26(5):332.
- [3] 江波,石典花,袁振海,等.HPLC测定枳壳饮片中柚皮苷的含量[J].中国现代中药,2007,3(9):12.
- [4] 胡钢银,史馨霞,吴光翠.渗漉法提取枳壳的工艺研究[J].时珍国医国药,2007,18:647.
- [5] 付小梅,吴志瑰,褚小兰,等.枳壳中黄酮类成分的研究[J].中药材,2006,29(11):1187.
- [6] 蒋以号,王晶,曹曼曼,等.中药枳壳研究概况[J].中国医药导刊,2008,10(8):1238.

[责任编辑 仝燕]