

• 炮制 •

辅料麦麸炮制对枳壳成分的影响

顾雪竹, 毛淑杰, 程立平, 游修琪, 李先端*
(中国中医科学院中药研究所, 北京 100700)

[摘要] 目的: 比较不同产地的麦麸对枳壳炮制后有效成分的影响。方法: 测定麸炒前后柚皮苷含量和挥发油含量变化。结果: 以不同产地麦麸制备的麸炒枳壳中柚皮苷含量无显著性差异, 挥发油整体下降 12% 左右。结论: 以不同产地麦麸为辅料按药典方法制备麸炒枳壳质量无显著差异。

[关键词] 麦麸; 枳壳; 柚皮苷; 挥发油

[中图分类号] R283.2 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2008)10-0026-02

枳壳是芸香科植物酸橙(*Citrus aurantium* L.)及其栽培变种的干燥未成熟果实。在临床上应用广泛。生品枳壳中含有大量挥发油, 刺激肠胃。经麸炒后, 枳壳的峻燥之性得到缓解, 降低了肠胃刺激, 是麸炒后成分变化的典型药材。选择枳壳作为研究对象, 比较不同产地不同质量麦麸对枳壳中有效成分的影响, 为炮制辅料的质量标准评价提供参考。

1 仪器、药品和试剂

1.1 枳壳生品 湖南产枳壳。

1.2 麦麸样品 收集不同产地 10 个麦麸样品, 其中浙江杭州、四川威远、江苏无锡、上海虹桥、上海养和堂、上海徐汇及徐汇蜜炙 7 个为各地中药饮片厂使用的麦麸, 内蒙古、北京及山东 3 个样品从当地农贸市场购得。

1.3 麸炒枳壳 按照药典方法^[1], 将枳壳生片称重, 在底锅温度加热达 180 °C 左右时, 将麦麸投入锅内炒制冒烟后, 投药(药: 麦麸= 100: 10)炒 6 min 左右, 出锅, 阴凉处晾晒, 放通风处阴干。

1.4 仪器和药品 Waters2487 型高效液相色谱仪, 600 型检测器, Waters 软件管理工作站。柚皮苷对照品由中国药品生物制品检定所提供(批号: 722-8803); 液相所用甲醇为色谱醇, 水为重蒸高纯水, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Kromasil C₁₈(4.6 mm × 250 mm, 5 μm, 北京分析仪器厂填充); 流动相为甲醇-水-冰醋酸(32: 61: 3); 检测波长 283 nm; 流速为 1.0 mL·min⁻¹; 柱温 35 °C; 理论塔板数按柚皮苷峰计算应不低于 3000。此条件下柚皮苷、枳壳生品、麸炒枳壳色谱图见图 1。

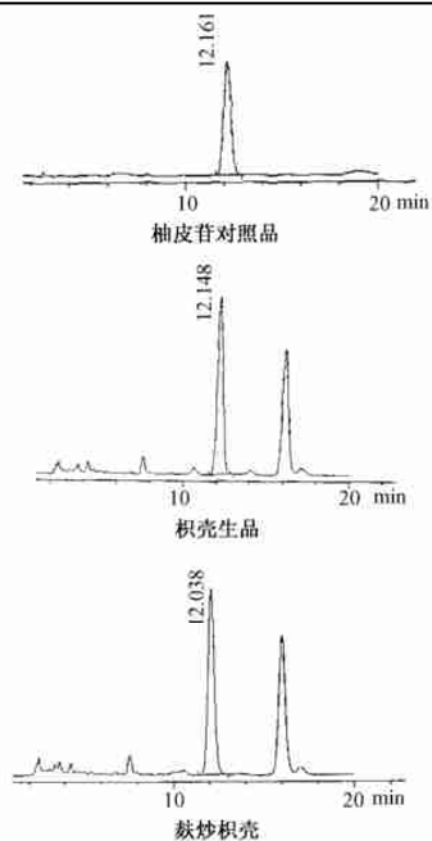


图 1 枳壳 HPLC 图

2.2 对照品溶液的制备 精密称取柚皮苷对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 含 0.1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。

[收稿日期] 2007-12-28

[基金项目] 科技部社会工艺研究专项(2005DIBIZ169)

[通讯作者] * 李先端, Tel: (010) 84036552; E-mail: maoshujie@163.com

2.3 供试品溶液的制备 称取枳壳粉末(过 60 目) 40 mg, 精密称定, 置 50 mL 锥形瓶中, 准确加入 50% 甲醇 25 mL, 超声处理 20 min, 放冷, 滤过; 取续滤液 3.5 mL 至 10 mL 量瓶中, 50% 甲醇定容, 微孔滤膜 (0.45 μm) 过滤, 备用。

2.4 线性关系考察 精密吸取柚皮苷对照品甲醇溶液(0.091 2 mg·mL⁻¹) 2, 4, 6, 8, 10, 12 μL, 注入液相色谱仪, 测定峰面积, 以柚皮苷进样量(μg) 为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 其回归方程为 $Y = 172.80X - 33.95$, $r = 0.9995$ 。结果表明, 柚皮苷在(0.18~ 1.09 μg) 范围内有良好的线性关系。

2.5 精密度实验 精密吸取供试品溶液, 重复进样 5 次, 测得柚皮苷峰面积 RSD 为 1.19%。

2.6 稳定性实验 精密称取供试品, 按 2.3 项下操作, 分别于制备后 0, 3, 9, 12, 24 h 测定柚皮苷含量, 结果表明, 柚皮苷在 24 h 内基本稳定。

2.7 重复性实验 称取同一批供试品 5 份, 精密称定, 按 2.3 项下操作, 测定, 结果柚皮苷平均含量为 5.00%, RSD 为 2.2%。

2.8 回收率实验 采用加样回收法, 精密称取已知含量的供试品 5 份, 分别精密加入柚皮苷对照品 50% 甲醇溶液(0.513 mg·mL⁻¹) 2 mL, 按 2.3 项下操作, 测定, 计算回收率, 结果见表 1。

表 1 柚皮苷回收率测定结果

样品称 样量(mg)	样品中 含量(mg)	加入 量(mg)	测出 总量(mg)	回收率 (%)	平均回 收率(%)	RSD (%)
20.96	1.0459	1.0260	2.0711	99.92		
20.98	1.0470	1.0260	2.0561	98.35		
20.36	1.0160	1.0260	2.0375	99.56	98.81	1.15
20.63	1.0294	1.0260	2.0468	99.16		
20.38	1.0170	1.0260	2.0129	97.07		

2.9 不同产地麸炒枳壳中柚皮苷含量的测定 按照 2.3 项下供试品制备方法操作, 测定自制 10 批麸炒枳壳中柚皮苷的含量, 结果见表 2。

2.10 不同产地麸炒枳壳中挥发油含量的测定 按药典法^[1]称定麸炒枳壳 100 g, 置圆底烧瓶中, 加水 1 000 mL, 浸泡 1 h, 电热套提取 6 h, 得挥发油。结果见表 2。

3 讨论

比较纯甲醇、50% 甲醇和乙醇 3 种不同的溶媒

表 2 不同产地麸炒枳壳中柚皮苷及挥发油含量(%)

样品	来源	柚皮苷含量(%)	挥发油含量(%)
生品	湖南	6.64	0.66
麸炒枳壳	浙江杭州中药饮片厂	6.79	—
	四川威远百盛制药有限公司	6.28	0.59
	江苏无锡山禾饮片厂	7.58	—
	上海虹桥饮片厂	6.88	0.50
	上海养和堂药厂	6.43	—
	上海徐汇中药饮片厂	6.50	—
	内蒙古农贸市场	7.07	0.40
	北京通州面粉厂	7.07	0.70
蜜炙麦麸	山东枣庄农贸市场	6.50	—
	上海徐汇中药饮片厂	6.25	0.69
炮制品平均含量		6.74	0.58

对柚皮苷的提取率, 得到 50% 甲醇提取率最高, 因此选择 50% 甲醇作为枳壳中柚皮苷的最佳提取溶媒。

收集不同产地麦麸, 按照药典方法自制了麸炒枳壳样品, 通过测定样品中柚皮苷及挥发油的含量比较不同产地麦麸对枳壳中有效成分的影响。麸炒后枳壳中柚皮苷平均含量较生品稍有提高, 各样品间含量差异不大。

麸炒枳壳中挥发油含量较生品中含量有所降低, 下降了 12% 左右, 这也符合麸炒中药的炮制原理, 麦麸吸收了部分挥发油成分, 可以缓解药性, 降低了对胃肠的刺激。但枳壳中挥发油含量的变化与麦麸本身的颗粒大小、颜色、产地、外观性状等指标是否也有直接联系尚未确定。不同地区收集的麦麸对麸炒枳壳的影响区别不明显, 这可能与本身小麦的产地有关系, 全国小麦的主要产区集中在河南、山东、安徽、江苏几省, 其他各地虽有种植但都是少量, 不具有代表性。在全国其他各地非小麦产区的麦麸产品也多来自这几大产区, 收集地虽然明确但产地多不能明确, 也增大了对不同产地麦麸进行比较的难度。

[参考文献]

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2005: 171.