

· 实验研究 ·

doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2019.11.007

不同加工方法对女贞子中特女贞苷含量的影响

刘喜玲,赵淑敏,刘红莉,曹望第

(陕西省商洛市药品检验所,陕西 商洛 726000)

摘要:目的 建立女贞子的最佳加工方法。方法 采用烘干、晒干、阴干、蒸干、烫干等不同加工方法处理女贞子,采用高效液相色谱法测定女贞子中特女贞苷的含量。结果 不同加工方法对女贞子中特女贞苷含量有显著影响,烫干法较直接干燥和蒸干法处理得到的特女贞苷的含量高,因而宜采用烫干法进行产地加工;随着烫的时间的延长,烫5 min和烫10 min后女贞子中特女贞苷的含量差异不大。结论 宜采用烫5 min后干燥的方法对女贞子进行产地加工。

关键词:女贞子;药材加工;特女贞苷;含量测定

中图分类号:R932;R286.0

文献标识码:A

文章编号:1006-4931(2019)11-0023-03

Effect of Different Processing Methods on the Content of Specnuezhenide in *Ligustrum Lucidum*

LIU Xiling, ZHAO Shumin, LIU Hongli, CAO Wangdi

(Shangluo Institute for Drug Control, Shangluo, Shaanxi, China 726000)

Abstract: Objective To establish the best processing method for *Ligustrum lucidum*. Methods *Ligustrum lucidum* was treated by different drying and processing methods, such as drying, sun-drying, shade-drying, steam-drying and hot-drying. The content of specnuezhenide in *Ligustrum lucidum* was determined by HPLC method. Results Different processing methods had significant effects on the content of specnuezhenide in *Ligustrum lucidum*. The content of specnuezhenide obtained by hot-drying method was higher than that obtained by direct drying and steam-drying method, so it was suitable to use hot-drying method to process *Ligustrum lucidum*. With the extension of hot-drying, there was no significant difference in the content of specnuezhenide between hot-drying for 5 min and hot-drying for 10 min. Conclusion It is advisable to use the hot-drying method for 5 min for processing *Ligustrum lucidum* in the producing area.

Key words: *Ligustrum lucidum*; processing of medicinal materials; specnuezhenide; content determination

第一作者:刘喜玲,女,硕士研究生,主管药师,研究方向为药品检验和标准提升,(电话)0914-2396710(电子信箱)309760606@qq.com。

91.6%, RSD 为 0.45%, 与预测 Y 值得偏差分别为 0.11%, -0.11%, -0.76%, 结果表明基于响应曲面法所得优化条件准确、可靠。

表8 包含工艺验证试验数据及结果

序号	β -环糊精(g)	加油速率(mL/min)	包含时间(h)	包含率(%)	得率(%)	Y(%)
1	100	40	3	92	93	92.4
2	100	40	3	91	94	92.2
3	100	40	3	90	94	91.6

3 讨论

通过正交试验,对连参通淋片中的挥发油提取工艺进行了优化。挥发油的提取方法主要有水蒸气蒸馏法、溶剂提取法、吸收法、压榨法和超临界萃取法等,其中超临界萃取法能提取得到较多的挥发油,但本研究中考察时只针对水蒸气蒸馏法做了研究,后续可考察不同的提取方法,比较挥发油的收率、质量及提取成本,考察更适合工业化生产的提取方法。本研究中通过前期预试验考察了胶体磨法和饱和水溶液法,最终选择饱和水溶液法进行连参通淋片中挥发油的包合。对挥发油的包合方法还有很多,如超声法、搅拌法等,后续可开展相关的包合方式考察。本次试验中未对包合物进行成分检测确认,后续工作将持续开展挥发油成分的保留研究。

参考文献:

[1] 方学智,姚小华,王开良,等. 不同制油方法对油茶籽油品质

的影响[J]. 中国油脂,2009,34(1):23-25.

[2] 耿晶娟,舒奕,陶莎,等. 不同方法提取火麻籽油的品质分析[J]. 中国油脂,2015,40(5):46-48.

[3] 张玲,付佳,高军刚,等. 香樟籽油的超声波辅助提取工艺研究[J]. 安徽农业科学,2010,38(1):352-353.

[4] 周晶,李玲,王冰,等. 葛根复方挥发油和水溶性成分提取工艺的优化[J]. 中成药,2017,39(3):517-522.

[5] 赵津,周泽中,闫路娜. 基于正交试验设计对柚皮果胶提取工艺的优化[J]. 河北工业科技,2013,30(5):338-341.

[6] 郭志军,胡凯莉,秦建芳. 乳香挥发油的超临界 CO₂ 萃取工艺研究[J]. 上海中医药杂志,2011,45(3):75-77.

[7] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京:中国医药科技出版社,2015:1610-1612.

[8] 侯家玉. 中药药理学[M]. 北京:中国中医药出版社,2002:57-58.

[9] 卢鹏伟,牛艳阳,李更生. 制乳香、制没药挥发油 β -环糊精包合工艺的研究[J]. 河南大学学报(医学版),2008,27(2):34-38.

[10] 罗国平,张存芳,郭慧辉,等. 砂仁油的提取及其包埋技术研究[J]. 现代中药研究与实践,2016,30(5):39-42.

[11] 陈龙,吴凤智,周鸿翔,等. 响应面法优化 β -环糊精包埋核桃油工艺研究[J]. 食品科技,2014,39(7):172-175.

[12] 屈云萍,杨宝翠,蔡向杰,等. 星点设计-效应面法优化 JLY 片的制剂工艺[J]. 食品工业,2016,37(11):79-82.

[13] 吴伟,崔光华. 星点设计-效应面优化法及其在药学中的应用[J]. 国外医学:药学分册,2000,27(5):292-298.

(收稿日期:2018-09-13)

女贞子为木犀科植物女贞 *Ligustrum lucidum* Ait. 的干燥成熟果实,具有滋补肝肾、明目乌发之功效,用于治疗肝肾阴虚、眩晕耳鸣、腰膝酸软、须发早白、目暗不明、内热消渴、骨蒸潮热^[1]。早期发现的主要活性成分为以脂溶性的齐墩果酸、熊果酸等为代表的五环三萜类化合物^[2-3]。近年来,陆续分离得到了水溶性的红景天苷和裂环环烯醚萜苷类化合物,包括女贞酸、女贞苷、新女贞苷、特女贞苷和女贞苦苷等,具有较强的生理活性。对于女贞子的质量分析,早期以测定齐墩果酸和熊果酸的含量为主,近年来对红景天苷和裂环环烯醚萜苷类化合物进行了定量分析^[4-5]。特女贞苷可抗炎抗菌,降血糖,调血脂,抗衰老,对高糖刺激的肾小球系膜细胞凋亡具有保护作用^[6]。以往在中药材的生产和产地加工过程中,往往只注重中药材的产量、效益和药材的外形质量,而对药材有效成分的积累动态和药材的内在品质重视不够^[7-9]。本研究中采用高效液相色谱法测定女贞子的特征性成分特女贞苷的含量^[10-15],建立最佳加工方法。现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

LC-20A 型高效液相色谱仪(日本岛津公司);FA1104 型电子天平(上海精密科学仪器有限公司);FW-200D 型高速万能粉碎机(天津鑫博得仪器有限公司);加热回流装置(实验室自行组装);1HP-10-H 型试验用超纯水机(重庆力德高端水处理设备研发有限公司)。

1.2 试剂

特女贞苷对照品(中国食品药品检定研究院,供含量测定用,含量为 96.4%,批号为 111926-201203);甲醇(色谱纯,Sigma-Aldrich 公司,批号为 34851-4L);乙醇(分析纯,500 mL,天津市天力化学试剂有限公司);水为自制纯化水;试验所用女贞子药材于 2016 年冬采集于商洛市商州区,经陕西省商洛市药品检验所曹望第主任药师鉴定为木犀科植物 *Ligustrum lucidum* Ait.。

2 方法与结果

2.1 样品加工方法

将成熟的女贞子除去枝叶,混匀,即得样品。

烘干法:将采摘的女贞子在 105℃ 下直接烘干;阴干法:将采摘的女贞子在室温下放置 2 个月左右自然阴干;晒干法:将采摘的女贞子在室外阳光下晾晒 15 d 左右;蒸后晒干法:将采摘的女贞子蒸不同时间后,经过晒干处理;烫后晒干法:用沸水将采摘的女贞子烫不同时间后,经过晒干处理。

取不同加工方法处理好的样品,经超微粉碎(过 3 号筛),制成 9 种样品,粉末 2 g,精密称定,按 2015 年

版《中国药典(四部)》通则 0832 第二法水分测定法(烘干法)测定水分。详见表 1。

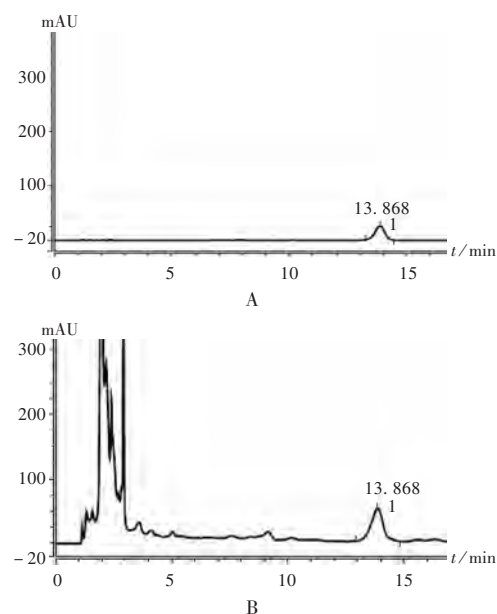
表 1 女贞子不同加工法加工的试验样品的水分含量($n=2$)

序号	加工方法	水分含量(%)	序号	加工方法	水分含量(%)
1	烘干	5.53	6	蒸 20 min 晒干	7.52
2	阴干	7.61	7	烫 2 min 晒干	6.79
3	晒干	6.23	8	烫 5 min 晒干	6.41
4	蒸 5 min 晒干	7.21	9	烫 10 min 晒干	7.80
5	蒸 10 min 晒干	7.34			

2.2 特女贞苷含量测定

2.2.1 色谱条件与系统适用性试验^[11]

色谱柱:Kromasil C₁₈ 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm);检测波长:224 nm;流动相:甲醇-水(40:60, V:V);流速:1.0 mL/min;柱温:35℃。理论板数按特女贞苷峰计应不低于 4 000,在此色谱条件下,特女贞苷与其他组分峰均达到基线分离。详见图 1。



1. 特女贞苷

A. 对照品溶液 B. 供试品溶液

图 1 高效液相色谱图

2.2.2 溶液制备

对照品溶液:取特女贞苷对照品 8.5 mg,精密称定,置 50 mL 容量瓶中,加入甲醇溶解,并制成每 1 mL 含 0.17 mg 的溶液,即得。

供试品溶液:取 2.1 项下不同加工方法处理好的样品 0.5 g 粉碎(过 3 号筛),精密称定,置具塞锥形瓶中精密加入稀乙醇 50 mL,称定质量,加热回流 1 h,放冷,再称定质量,用稀乙醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.2.3 方法学考察

线性关系考察:精密量取特女贞苷对照品溶液,分别

取 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0, 20.0 μL , 以进样量(X)为横坐标、峰面积(Y)为纵坐标绘制标准曲线, 得回归方程 $Y = 808.74X - 31.272$, $r = 0.999\ 8$ ($n = 8$)。结果表明, 特女贞苷进样量在 0.085 ~ 3.400 μg 范围内与峰面积线性关系良好。

精密度试验: 精密量取特女贞苷对照品溶液 10 μL , 按拟订色谱条件重复进样 6 次, 测定峰面积。结果的 RSD 为 0.32% ($n = 6$), 表明仪器精密度良好。

稳定性试验: 取同一供试品溶液, 按拟订色谱条件分别于 0, 2, 4, 8, 12 h 时测定。结果的 RSD 为 1.31% ($n = 6$), 表明供试品溶液在 12 h 内稳定性良好。

重复性试验: 取同一处理方法的样品 6 份, 按 2.3.2 项下方法制备供试品溶液, 进样 10 μL 测定。结果的 RSD 为 0.75% ($n = 6$), 表明方法重复性良好。

加样回收试验: 精密称定已知含量的样品 6 份(质量浓度为 85.28 $\mu\text{g}/\text{mL}$), 各 0.25 g, 精密量取质量浓度为 0.85 g/L 的特女贞苷对照品溶液 5 mL, 分别加入上述 6 份样品中, 按拟订色谱条件进样 10 μL , 测定含量, 以干燥品计算回收率。结果见表 2。

表 2 特女贞苷加样回收试验结果 ($n = 6$)

取样量 (g)	样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	$\bar{X}$ (%)	RSD (%)
0.250 4	4.266 8	4.25	8.514 7	99.95	99.90	0.11
0.249 5	4.251 5	4.25	8.502 4	100.02		
0.249 2	4.246 4	4.25	8.485 6	99.75		
0.249 9	4.258 3	4.25	8.497 9	99.76		
0.250 1	4.261 7	4.25	8.510 3	99.97		
0.249 1	4.244 7	4.25	8.492 1	99.94		

2.2.4 样品含量测定

按 2.1 项下样品处理方法, 处理 9 种不同样品后, 按 2.3.2 项下方法制备供试品溶液, 按拟订色谱条件分别进样 2 次, 每次 10 μL , 测定峰面积, 按照干燥品计算含量。结果加工方法 1~9 的特女贞苷含量分别为 0.90%, 1.23%, 0.94%, 1.51%, 1.77%, 1.59%, 1.65%, 1.84%, 1.85%。

3 讨论

本研究为探究性试验, 通过考察不同的加工方法对女贞子中特女贞苷含量的影响, 对 2015 年版《中国药典(一部)》中规定的女贞子加工方法(稍蒸或置沸水中略烫后干燥, 或直接干燥)进行比较, 结果表明, 不同加工方法对女贞子中特女贞苷含量有显著影响。

比较不同加工方法对女贞子中特女贞苷含量的测定结果, 特女贞苷的含量依次为烫后干燥法 > 蒸后干燥法 > 阴干法 > 晒干法 > 烘干法; 蒸 10 min 比蒸 5 min 和

蒸 20 min 后干燥的女贞子中特女贞苷含量高; 置沸水中烫 5 min 和烫 10 min 比烫 2 min 后干燥的女贞子中特女贞苷含量高, 随着烫的时间的延长, 烫 5 min 和烫 10 min 处理后, 女贞子中特女贞苷的含量增长不大, 因而宜采用烫后干燥的方法进行产地加工。因此, 最佳产地加工方法是将女贞子置沸水中烫 5 min 后晒干处理。

特女贞苷是女贞子中的专属成分, 其药理活性明确, 可作为女贞子药材质量检验的指标性成分。本研究中建立的女贞子的不同加工处理方法对女贞子中特女贞苷的含量提高起到了很好的指导意义, 对于女贞子药材的质量提升具有一定参考价值。

参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京: 中国医药科技出版, 2015: 45-46.
- [2] 赵生俊, 张红, 夏昌隆. 女贞子中齐墩果酸提取工艺的研究[J]. 新疆中药, 2006, 24(2): 42-43.
- [3] 燕霞, 何颂华, 谢培德. HPLC-CAD 法测定女贞子中齐墩果酸和熊果酸的含量[J]. 中国民族民间医药, 2017, 26(10): 12-14.
- [4] 王丹, 石力夫, 胡晋红. 从女贞子中提取红景天苷的工艺研究[J]. 中成药, 2006, 28(5): 750-751.
- [5] 任爽, 李铮, 王京辉, 等. 中药女贞子饮片中 8 个成分的含量比较研究[J]. 药物分析杂志, 2015, 35(8): 1393-1402.
- [6] 张安娜, 李澎, 洪晓华, 等. 特女贞苷对高糖刺激的肾小球系膜细胞凋亡的保护作用[J]. 中国实验方剂学杂志, 2015, 21(8): 116-119.
- [7] 江立虹. 女贞子开发研究现状及前景[J]. 江西林业科技, 2004(4): 46-47.
- [8] 王金梅, 姚辰, 李昌勤, 等. 中药女贞子的质量稳定性研究[J]. 中国药理学杂志, 2017, 52(1): 31-35.
- [9] 张学兰, 侯杰, 李慧芬, 等. 炮制对女贞子中特女贞苷含量的影响[J]. 中药材, 2009, 25(3): 498-500.
- [10] 戚志华, 王四旺, 王剑波. 高效液相色谱法测定陕西境内不同产地、不同生长期女贞子中 2 组分的含量[J]. 中国药房, 2007, 18(6): 455-456.
- [11] 封丽彬. HPLC 测定生新发胶囊中特女贞苷的含量[J]. 中国中医药信息杂志, 2013, 20(12): 54-55.
- [12] 杨丽萍, 陈继舜, 李志浩. HPLC 法测定女贞二至膏中特女贞苷的含量[J]. 儿科药理学杂志, 2012, 18(7): 40-45.
- [13] 张艳, 陈健, 陈海华. 正交试验法优选女贞子中特女贞苷的提取工艺[J]. 中国兽药杂志, 2012, 36(10): 33-35.
- [14] 郭娜, 马芳, 范斌, 等. 超高效液相色谱法测定女贞子不同炮制品中女贞苷含量[J]. 中国中医基础医学杂志, 2010, 16(12): 1171-1172.
- [15] 黄雯, 苏子仁, 毕文川, 等. HPLC 法测定女贞子药材中女贞苷的含量[J]. 药物分析杂志, 2009, 29(5): 824-826.

(收稿日期: 2018-11-22)