

doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2020.21.003

4种炮制方法对陈皮中橙皮苷和芸香柚皮苷含量的影响*

丁琛¹, 郑艳萍², 陈丽^{1△}

(1. 江苏省中医院, 江苏 南京 210029; 2. 江苏弘典中药产业研究院, 江苏 南京 210042)

摘要:目的 考察4种炮制方法对陈皮中橙皮苷和芸香柚皮苷含量的影响。方法 采用高效液相色谱-二极管阵列检测法(HPLC-DAD)测定醋制、蜜制、麸炒、土炒炮制方法对陈皮中橙皮苷和芸香柚皮苷含量的影响。结果 麸炒陈皮中橙皮苷、芸香柚皮苷含量最高,分别为10.57%和2.42%。结论 不同炮制方法对陈皮中橙皮苷和芸香柚皮苷含量的影响显著,麸炒陈皮中橙皮苷和芸香柚皮苷含量最高。
关键词:陈皮;橙皮苷;芸香柚皮苷;炮制方法;含量;高效液相色谱-二极管阵列检测法

中图分类号:R932;R284.1;R286.0

文献标识码:A

文章编号:1006-4931(2020)21-0009-03

Effect of Four Processing Methods on the Contents of Hesperidin and Rutin in *Pericarpium Citri Reticulatae*

DING Chen¹, ZHENG Yanping², CHEN Li¹

(1. Jiangsu Provincial Hospital of Traditional Chinese Medicine, Nanjing, Jiangsu, China 210029; 2. Jiangsu Hongdian Research Institute of Traditional Chinese Medicine Industry, Nanjing, Jiangsu, China 210042)

Abstract: **Objective** To investigate the effect of four different processing methods on the contents of hesperidin and rutin in *Pericarpium Citri Reticulatae*. **Methods** High performance liquid chromatography-diode array detection(HPLC-DAD) was used to determine the effect of different processing methods(vinegar processing, honey processing, bran frying and soil frying) on the contents of hesperidin and rutin in *Pericarpium Citri Reticulatae*. **Results** The contents of hesperidin and rutin in bran-fried *Pericarpium Citri Reticulatae* were 10.57% and 2.42%, respectively, which were the highest. **Conclusion** Different processing methods have significant effect on the contents of hesperidin and rutin in *Pericarpium Citri Reticulatae*, and the contents of hesperidin and rutin in bran-fried *Pericarpium Citri Reticulatae* are the highest.

Key words: *Pericarpium Citri Reticulatae*; hesperidin; rutin; processing method; content; HPLC-DAD

陈皮为芸香科植物橘 *Citrus reticulata* Blanco 及其栽培变种的干燥成熟果皮,主产于我国福建、浙江、广东、广西、江西、湖南、贵州、云南、四川等地,临床使用量大,具有理气降逆、调中开胃、燥湿化痰功效^[1],用于脘腹胀满、食少吐泻、咳嗽痰多的治疗^[2]。现代药理学研究表明,陈皮具有增强消炎^[3]、提高抗氧化^[4]、调节心肌兴奋度和轻度收缩血管^[5-6]等作用。2015年版《中国药典(一部)》中陈皮的质量控制标准规定了橙皮苷的含量测定。二氢黄酮类是陈皮中所含黄酮主要类别之一,其中包括芸香柚皮苷、橙皮苷等。查阅文献^[7-8]发现,目前有关陈皮炮制研究较少,药典中也只收录了切制一法,而古书记载的陈皮炮制方法较多,包括切、醋、蜜、法、姜、盐、麸炒、土炒等^[9]。本研究选取了常用且较特殊的炮制方法(醋制、麸炒、蜜制、土炒)炮制而成的4种陈皮炮制品,考察其芸香柚皮苷及橙皮苷的含量变化。现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

IC-20AD型高效液相色谱仪(日本岛津公司,仪器编号为QC-04);FA1004N型电子分析天平(精度为十万分之一),BSA224S型天平(精度为万分之一),均购自Sedoris;KQ5200DE型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司,功率为200 W,频率为40 kHz);XL-10B型密封摇摆式粉碎机(广州市旭朗机械设备有限公司,容量为500 g);CKN7630J 30 CM型炒锅(浙江炊大王炊具有限公司);YE187AL1168351型移液器(大龙星创实验仪器<北京>有限公司)。

1.2 试剂

陈皮(南京海源中药饮片有限公司,批号为181006,产地浙江),经南京海源中药饮片有限公司丁菲执业药师鉴定为正品鉴定,按2015年版《中国药典(一部)》标准检验,结果符合规定;芸香柚皮苷对照品

*基金项目:国家中医药管理局公益性行业专项[201507002-2]。

第一作者:丁琛,女,大学本科,主管药师,主要从事静脉配置工作,(电子信箱)1383532041@qq.com。

△通信作者:陈丽,女,大学本科,主管药师,主要从事药房配方工作,(电子信箱)983532041@qq.com。

(纯度 $\geq 98\%$, 成都瑞芬思生物科技有限公司, 批号为180901); 橙皮苷对照品(纯度 $\geq 98\%$, 南京森贝伽生物科技有限公司, 批号为161231); 水为超纯水, 乙腈为色谱纯, 甲酸等试剂均为分析纯; 陈醋(每100 mL总酸 ≥ 4.00 g, 山西水塔醋业股份有限公司); 蜂蜜(山东省归农养蜂股份有限公司, 批号为GB 14963); 麦麸(产地浙江金华, 晨曦饲料二部); 灶心土(产地河北保定, 康德瑞琪旗舰店); 花雕酒(酒精体积分数 $\geq 12\%$, 浙江古越龙山绍兴股份有限公司)。

2 方法与结果

2.1 样品制备

醋制陈皮:称取陈皮药材100 g, 量取陈醋337.5 mL, 混匀, 焖润30 min, 放入炒锅, 文火(240 $^{\circ}$ C)炒制0.5 h, 取出, 摊放, 筛去碎屑。

麸炒陈皮:分别称取陈皮药材100 g、麦麸10 g, 将炒锅加热至70 $^{\circ}$ C左右, 放入麦麸, 至麦麸将要冒烟时, 立即把陈皮加进锅中, 中火(120~150 $^{\circ}$ C)快速拌炒均匀, 炒至陈皮表面呈棕黄色后立刻停止, 取出晾凉, 筛除麦麸及碎屑, 备用。

蜜制陈皮:称取生蜂蜜40 g、炼制蜂蜜20 g、绍兴花雕酒10 g、纯化水20 g, 将除炼制蜂蜜外所有辅料混匀, 备用。将上述混匀的辅料和100 g陈皮置焖润容器中, 拌匀, 浸润, 焖润至混合辅料全部被吸收; 将焖润好的陈皮放入炒锅中, 以文火炒至手按感觉硬度为宜, 约八分干时, 将炼制蜂蜜倒至陈皮上, 拌炒, 炒至陈皮表面呈蜜样光泽, 触之不粘手, 以握之成团、撒手即散为度, 取出, 摊放, 并筛去碎屑。

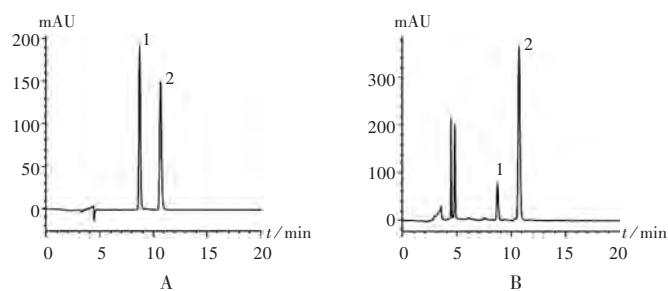
土炒陈皮:称取陈皮药材100 g、灶心土30 g, 在加热至100 $^{\circ}$ C左右的热锅中均匀撒入灶心土, 不断转动炒锅, 至其呈流化状态, 此时锅温220 $^{\circ}$ C, 将陈皮倒入炒锅内, 待陈皮表面被炒成焦黄色时, 取出药材, 放凉, 筛去灶心土。

2.2 色谱条件与系统适用性试验

色谱柱:YMC-Pack ODS-A柱(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m); **流动相:**乙腈-0.1%甲酸水溶液(25:75, V/V); **检测波长:**285 nm; **流速:**0.8 mL/min; **柱温:**30 $^{\circ}$ C; **进样量:**10 μ L。取混合对照品溶液和供试品溶液, 按拟订色谱条件分别进样10 μ L, 各成分色谱峰分离良好。色谱图见图1。

2.3 溶液制备

对照品溶液:取芸香柚皮苷对照品10.1802 mg, 橙皮苷对照品9.8512 mg, 精密称定, 分别置10 mL容量瓶中, 用甲醇



1. 芸香柚皮苷 2. 橙皮苷
A. 混合对照品溶液 B. 供试品溶液

图1 高效液相色谱图

定容, 混匀, 得质量浓度分别为1.0180 mg/mL和0.9851 mg/mL的芸香柚皮苷对照品溶液和橙皮苷对照品溶液。精密量取上述对照品溶液各400 μ L置1 mL容量瓶中, 混匀, 得质量浓度为0.4072 mg/mL的芸香柚皮苷和0.3940 mg/mL的橙皮苷混合对照品溶液, 备用。

供试品溶液:称取炮制后的陈皮药材100 g, 粉碎, 过3号筛(50目), 取2.0 g粉末, 精密称定, 置50 mL锥形瓶中, 加入甲醇30 mL, 室温下超声(功率为200 W, 频率为40 kHz)提取30 min, 过滤并用甲醇洗涤滤渣, 收集滤液, 置50 mL容量瓶中, 用甲醇定容, 精密移取1 mL续滤液, 置10 mL容量瓶中, 加甲醇定容, 摇匀, 0.45 μ m微孔滤膜滤过, 取续滤液, 即得。

2.4 方法学考察

线性关系考察:取混合对照品溶液50, 100, 200, 400, 800, 1000 μ L, 分别置1 mL容量瓶中, 加甲醇定容, 配制成不同质量浓度的混合对照品溶液。取上述不同质量浓度混合对照品溶液, 按拟订色谱条件进样测定, 以对照品质量浓度(X)为横坐标、峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归, 得芸香柚皮苷和橙皮苷的回归方程 $Y_{芸} = 8585.9X_{芸} + 88933$, $R^2 = 0.9995$ ($n=7$); $Y_{橙} = 9542.8X_{橙} + 37798$, $R^2 = 0.9992$ ($n=7$)。结果表明, 芸香柚皮苷和橙皮苷的质量浓度线性范围分别为20.36~407.2 μ g/mL和19.70~394.0 μ g/mL。

精密度试验:精密吸取同一供试品溶液, 按拟订色谱条件重复进样6次, 记录峰面积。结果芸香柚皮苷和橙皮苷峰面积的RSD分别为1.16%和0.61% ($n=6$), 表明仪器精密度良好。

稳定性试验:精密吸取同一供试品溶液, 按拟订色谱条件分别于0, 2, 4, 6, 8, 12, 24 h时进样1次, 测定峰面积。结果芸香柚皮苷和橙皮苷峰面积的RSD分别为1.31%和1.43% ($n=7$), 表明供试品溶液在24 h内稳定性较好。

重复性试验:取陈皮药材粉末(过3号筛)6份, 精密称定, 依法平行制备供试品溶液, 按拟订色谱条件进样测定。结果芸香柚皮苷和橙皮苷峰面积的RSD分别

本栏目由

国药控股云南有限公司

协办

为 0.85% 和 0.46% ($n=6$), 表明方法重复性良好。

加样回收试验: 取陈皮药材粉末(过 3 号筛)6 份, 每份 1.0 g, 精密称定, 分别置 50 mL 锥形瓶中, 精密加入质量浓度为 1.018 0 mg/mL 的芸香柚皮苷对照品溶液 150 μ L 和质量浓度为 0.985 1 mg/mL 的橙皮苷对照品溶液 700 μ L, 依法平行制备供试品溶液, 测定芸香柚皮苷和橙皮苷的峰面积, 并计算加样回收率。结果见表 1。

表 1 加样回收试验结果($n=6$)

成分	取样量(g)	样品含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	$\bar{X}$ (%)	RSD(%)
A	1.003 7	0.160 6	0.152 7	0.316 3	101.96	101.48	1.96
	0.984 3	0.157 5	0.152 7	0.315 7	103.60		
	1.035 8	0.165 7	0.152 7	0.317 3	99.28		
	1.031 6	0.165 1	0.152 7	0.316 8	99.35		
	0.982 0	0.157 1	0.152 7	0.315 6	103.80		
	1.010 3	0.161 6	0.152 7	0.315 7	100.92		
B	1.003 7	0.707 6	0.689 6	1.371 1	96.22	98.89	2.91
	0.984 3	0.693 9	0.689 6	1.395 4	101.73		
	1.035 8	0.730 2	0.689 6	1.392 5	96.04		
	1.031 6	0.727 3	0.689 6	1.398 2	97.29		
	0.982 0	0.692 3	0.689 6	1.401 2	102.80		
	1.010 3	0.712 3	0.689 6	1.396 8	99.26		

注: A 为芸香柚皮苷, B 为橙皮苷。

2.5 样品含量测定

取 4 种炮制方法炮制的陈皮样品适量, 依法制备供试品溶液, 以芸香柚皮苷和橙皮苷为对照, 于 285 nm 波长处测定吸光度, 以外标法计算芸香柚皮苷及橙皮苷的含量。结果见表 2。

表 2 4 种陈皮炮制品含量测定结果($n=3$)

成分		醋制	麸炒	蜜制	土炒
芸香柚皮苷	t_R (min)/RSD(%)	8.727/0.53	8.626/0.35	8.723/0.42	8.757/0.58
	平均值	605 641	1 138 237	749 213	1 004 272
	平均浓度(%)	1.20	2.42	1.62	0.68
	峰面积 SD	4 078.73	11 393.35	21 890.07	5 077.99
	峰面积 RSD(%)	0.67	1.00	2.92	0.51
橙皮苷	t_R (min)/RSD(%)	10.615/0.68	10.501/0.85	10.597/0.76	10.643/0.83
	平均值	2 207 016	5 133 824	3 435 966	4 614 086
	平均浓度(%)	4.51	10.57	7.05	9.58
	峰面积 SD	19 891.78	59 412.32	60 299.92	21 411.07
	峰面积 RSD(%)	0.90	1.16	1.75	0.46

3 讨论

陈皮有多种炮制方法, 如麸炒、蜜制、醋制、土炒等^[10]。现代研究表明, 不同提取部位^[3]、不同化学成分^[11]、不同产地^[12-13]、不同储存时间^[14]的陈皮药理作用有差异。本研究中通过对同一批次不同炮制方法制备的陈皮中芸香柚皮苷和陈皮苷 2 种成分进行分析, 探讨陈皮古代医

家炮制使用的机制, 为临床用药提供试验基础。

本研究结果表明, 4 种陈皮炮制品中芸香柚皮苷含量由高到低依次为麸炒陈皮、蜜制陈皮、醋制陈皮、土炒陈皮, 橙皮苷含量由高到低依次为麸炒陈皮、土炒陈皮、蜜制陈皮、醋制陈皮, 说明不同炮制方法对陈皮中芸香柚皮苷和陈皮苷的含量影响较大。4 种陈皮炮制品中, 芸香柚皮苷含量范围为 0.68% ~ 2.44%, 橙皮苷为 4.48% ~ 10.67%。其中, 麸炒陈皮的芸香柚皮苷含量最高, 麸炒陈皮和土炒陈皮的橙皮苷含量均较高, 与文献^[15]的研究结果一致。

综上所述, 不同炮制方法对陈皮的橙皮苷和芸香柚皮苷的含量影响显著, 麸炒陈皮的橙皮苷和芸香柚皮苷含量最高。

参考文献:

- [1] 张志海, 王彩云, 杨天鸣, 等. 陈皮的化学成分及药理作用研究进展[J]. 西北药学杂志, 2005, 20(1): 47-48.
- [2] 都盼盼, 白宗利, 乐智勇, 等. 陈皮药材和饮片黄酮类成分特征图谱研究[J]. 亚太传统医药, 2019, 15(2): 31-33.
- [3] 贺燕林, 杨中林. 陈皮不同提取物及橙皮苷部位的抗炎活性比较研究[J]. 亚太传统医药, 2014, 10(13): 23-25.
- [4] 崔佳韵, 梁建芬. 不同年份新会陈皮挥发油的抗氧化活性评价[J]. 食品科技, 2019, 44(1): 98-102.
- [5] 俞静静, 苏洁, 吕圭源. 陈皮抗心脑血管疾病相关药理研究进展[J]. 中草药, 2016, 47(17): 3127-3132.
- [6] 闫文莉. 陈皮中黄酮类有效成分的提取方法分析[J]. 河南医学研究, 2018, 27(12): 2188-2190.
- [7] 崔新群. 陈皮的炮制方法改进与临床疗效[J]. 中国药师, 2003, 6(5): 321-322.
- [8] 吴霞, 叶勇树, 王国才, 等. 广陈皮炮制工艺研究[J]. 内蒙古中医药, 2015, 34(1): 114-115.
- [9] 张欣欣, 谭玲龙, 于欢, 等. 陈皮的炮制研究进展[J]. 江西中医药, 2018, 49(7): 66-69.
- [10] 魏莹, 杨安全, 骆利平, 等. 陈皮本草考证[J]. 井冈山大学学报(自然科学版), 2013, 34(4): 74-77.
- [11] 张志海, 王彩云, 杨天鸣, 等. 陈皮的化学成分及药理作用研究进展[J]. 西北药学杂志, 2005, 20(1): 47-51.
- [12] 罗璇捷, 刘硕, 杨宜婷. 不同产地陈皮多甲氧基黄酮含量及祛痰、理气功效比较研究[J]. 湖北中医药大学学报, 2015, 17(5): 38-40.
- [13] 宋玉鹏, 陈海芳, 谭舒舒, 等. 不同陈皮来源药材中橙皮苷、川陈皮素、橘皮素和辛弗林的含量比较[J]. 时珍国医国药, 2017, 28(9): 2061-2064.
- [14] 魏莹, 李文东, 杨武亮. HPLC 法测定不同贮存年限广陈皮药材中主要活性成分的含量[J]. 中国药房, 2016, 27(15): 2131-2134.
- [15] 念其滨. 陈皮不同炮制品中黄酮类成分的变化[J]. 现代中西医结合杂志, 2009, 18(19): 2332-2333.

(收稿日期: 2020-03-18; 修回日期: 2020-06-09)