

h 3 种水解方式,结果除 2 mol/L 硫酸外,1 mol/L 硫酸及 6 mol/L 盐酸的酸水解产物均可检测到单糖的斑点,且表现斑点均一致。故从操作简易出发,本试验采用 6 mol/L 盐酸进行酸水解。

3.3 采用苯酚-硫酸比色法对该药材 12 个不同产地和 6 个(同一窝蚁巢)不同时间采集的多糖样品进行了含量测定。试验结果表明,13 个不同产地的多糖总含量在 14.34%~23.91%之间,其中广西靖西县的白蚁菌圃总多糖含量较高,为 23.91%,广西南宁市郊 1 的白蚁菌圃总多糖含量较低,为 14.34%,各产地样品多糖含量有一定差异;6 个不同时间采集样品的多糖总含量 19.01%~21.70%之间,含量差异不大。提示本品多糖含量随采集地不同而有差异,采集时间对其影响较小。

3.4 苯酚-硫酸比色法为测定多糖的经典方法之一,其显色的硫酸量、时间、温度、苯酚浓度等因素均对测定结果有较大影响^[12]。经对上述各因素正交试验考察,我们确定了最佳的显色条件为:1.0 mL 供试液中,加入 5% 苯酚试液 1.0 mL,浓硫酸 5.0 mL,室温下超声 15 min。溶液显色后 3 h 内稳定。

3.5 在含量测定中,我们还进行了最大吸收峰的考察:分别取多糖供试品溶液和葡萄糖对照品溶液,在 360~800 nm 范围内进行全波段扫描。2 种溶液的最大吸收峰均在(490±2) nm;故以 490 nm 为测定波长。

致谢:广西中医学院药学系药剂专业的实习生

冯晓燕,杨云鸿,覃晓三位同学参与了本试验研究工作。

参考文献:

- [1] 广西壮族自治区食品药品监督管理局. 广西壮族自治区壮药质量标准(第一卷) [M]. 南宁:广西科技出版社,2008:23-24.
- [2] 黄瑞松,孔桂毫,莫建光,等. 不同产地壮药土垠大白蚁菌圃指纹图谱的研究[J]. 中国中药杂志,2005,30(22):1738-1741.
- [3] 苏青,黄瑞松,杨东爱. 民族药土垠大白蚁巢理化鉴别[J]. 时珍国医国药,1999,10(6):442.
- [4] 李爱媛,黄瑞松,谢沛珊,等. 土垠大白蚁巢的药效研究[J]. 广西中医学院学报,1999,16(2):66.
- [5] 贝伟剑,陈勇,陈超树,等. 土垠大白蚁菌圃的药理作用[J]. 中国民族民间医药杂志,1994,11:20-21.
- [6] 陈力力,付光虹. 土垠大白蚁菌圃的抗炎镇痛作用[J]. 广西中医药,1997,20(5):48-49.
- [7] 黄瑞松,叶琦莉,陈超树,等. 壮药土垠大白蚁菌圃水提醇溶物对小鼠免疫功能的影响[J]. 中国中医药科技,2005,12(6):382-383.
- [8] 梁坚,杨玉英,黄超培,等. 土白蚁菌圃对果蝇寿命的影响[J]. 广西预防医学,1995,1(6):365.
- [9] 胡乔生,屈红恩. 白蚁菌圃有效药用成分的提取与应用研究[J]. 江西化工,2008,3:19-20.
- [10] 黄瑞松,陈燕君,苏青,等. 固本止咳膏质量标准的研究[J]. 中国实验方剂学,2003,9(3):1.
- [11] 韦桂宁,周军,苏青,等. 壮药土垠大白蚁菌圃多糖对小鼠免疫功能的影响[J]. 中成药,2010,32(10):1781-1783.
- [12] 罗毅,潘细贵,刘刚,等. 苯酚-硫酸法测定多糖含量显色方式的优选[J]. 中国中医药信息杂志,2005,12(1):45-46.

不同加工方法对延胡索质量的影响

张丽宏¹, 游修琪¹, 肖碧英¹, 顾雪竹¹, 肖若人², 毛淑杰¹, 李先端^{1*}

(1. 中国中医科学院 中药研究所, 北京 100700; 2. 温州市华宇中药饮片有限公司, 浙江 温州 325800)

关键词:延胡索; 产地加工; 延胡索乙素; 原阿片碱; 反相高效液相; 质量评价

摘要:目的:对产自浙江省的延胡索采取煮、蒸和微波等加工方法进行质量评价,确定最佳产地加工工艺。方法:采用 HPLC 法,测定延胡索乙素的含量,色谱柱为 BDS Hypersil C₁₈ (250 mm×4.6 mm 5 μm) 柱,流动相为甲醇-0.1% 磷酸(三乙胺调 pH 至 6.0) (65:35),流速 1.0 mL/min,检测波长 280 nm;测定原阿片碱的含量,流动相为乙腈-三乙胺醋酸溶液(每 1 000 mL 水中加入冰醋酸 30 mL,三乙胺 8 mL) (18:82),流速 1.0 mL/min,检测波长 289 nm,结合测定延胡索的外观性状、成品得率等评价其质量。结果:煮法、蒸法、微波法制备的延胡索药材外形、性状基本一致,但内在成分含量差别较大,含量高低依次为微波方法>蒸法>煮法。微波方法中延胡索乙素含量比煮法高 22%,原阿片碱含量比煮法高

收稿日期:2010-12-02

基金项目:国家重大科技专项经费资助(2009ZX09308-003)

作者简介:张丽宏(1986-),女,硕士生,从事中药炮制研究。Tel: 15501026205 E-mail: zhanglihong139@163.com

* 通讯作者:李先端,男,研究员,从事中药质量标准研究。Tel: (010) 84036552 E-mail: maoshujie@163.com

30%。浸出物也是微波法含量高于煮法 30% 以上, 收得率也高于煮法。结论:微波方法加工延胡索简单、稳定, 建议主要产地推广应用。

中图分类号:R283

文献标识码:A

文章编号:1001-1528(2011)03-0471-06

Influence of different processing methods on the quality of *Corydalis yanhusuo*

ZHANG Li-hong¹, YOU Xiu-qi¹, XIAO Bi-ying¹, GU Xue-zhu¹, XIAO Ruo-ren², MAO Shu-jie¹, LI Xian-duan^{1*}

(1. Institute of Chinese Medicines China Academy of Chinese Medical Science, Beijing 100700, China; 2. Huayu Chinese Herbal Medicines Co., Ltd. Wenzhou 325800, China)

KEY WORDS: *Corydalis yanhusuo*; process; tetrahydropalmatine; protopine; RP-HPLC; quality evaluation

ABSTRACT: **AIM:** To evaluate the influence of different processing methods on the quality of *Corydalis yanhusuo* collected from Zhejiang Province, and to determine the optimal processing. **METHODS:** HPLC was carried out for tetrahydropalmatine content using a BDS Hypersil C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) column and mobile phase of methanol-0.1% phosphate (65:35) at 280 nm wavelength. The flow rate was 1.0 mL/min. For protopine content, the mobile phase was methyl cyanides-acetic acid triethylamine (adding 30 mL acetic acid and 8 mL triethylamine into 1 000 mL water) (18:82) at 289 nm. The flow rate was 1.0 mL/min, as combined with the macroscopical identification of finished products to evaluate the quality of *Corydalis yanhusuo*. **RESULTS:** The macroscopical identification of *Corydalis* by boiling, steaming, microwave drying were basically the same, but the contents in turn were microwave drying > steaming > boiling, the tetrahydropalmatine content in microwave drying was 22% higher than that of boiling, protopine alkaloid content was 30% higher than that of boiling. The amount of extract in microwave drying was 30% higher than that of boiling, recovery rate was also higher than that of boiling. **CONCLUSION:** It is recommended that the microwave drying would be applied to processing *Corydalis yanhusuo* because the method is simple, stable.

延胡索为罂粟科植物延胡索 *Corydalis yanhusuo* W. T. Wang 的干燥块茎,具有活血、利气、止痛的功效,治疗胸肋、脘腹疼痛,经闭痛经,产后瘀阻,跌打肿痛等症^[1]。延胡索中含多种生物碱,其中以延胡索甲、乙、丙素(原阿片碱)等为其主要成分^[2-3]。药理实验证明有镇痛、催眠、降低冠脉阻力及增加血流量等^[4-6]。由于延胡索药材的性质,采挖后,存在整个药材几个月晒不干,如果趁鲜切片,片质松散、显粉性,容易破碎(俗称蟹黄),损耗大等问题。传统解决办法是采挖后,洗净,置沸水中煮至恰无白心时,取出,晒干。也有用水浸润至透心^[7-8]。2010 版药典也沿用此法,控制成品的标准是“煮至恰无白心”^[1],无具体时间限制,这显然会产生差异,使延胡索药材由于加工不同而质量参差不齐。另外有报道未煮的延胡索其总碱和乙素含量明显高于煮过的样品^[9],蒸法等新方法其主要成分特征峰面积明显高于煮过样品^[10]。我们在调研时也发现,产地药农用煮过延胡索的水治疗腰腿痛疗效还很好,说明水中有流失生物碱成分存在。又由于经煮制的药材使

含水量更大,药材晒干更慢,易发霉。经调研,这方面问题也是延胡索研究的薄弱环节,主产地希望研制更好的工艺。鉴此,必须从药材产地加工的源头开始,研究各个环节的关键技术,确定延胡索药材的采收期、改进产地加工、炮制等。我们得到科技部及企业资助,与地道产区一起开展研究。参考 2010 版药典,首先建立了 HPLC 测定延胡索乙素和原阿片碱的含量方法,比较了产地不同加工方法对这两种生物碱的含量的影响,并对其进行质量评价。为延胡索建立产地加工炮制一体化操作规范及质量控制标准奠定基础。

1 仪器与试剂

1.1 HP1100 高效液相色谱仪,HP1100 紫外-可见检测器。(G1311 四元泵、G1313 自动进样器、G1322 在线脱气机、G1316 柱温箱、G1315DAD 检测器、配备 hp 化学工作站)。延胡索乙素、原阿片碱对照品由中国药品生物制品检定所提供(批号分别为 110726-200409,110853-200402,供含量测定用)。甲醇、乙腈为色谱纯;水为高纯水;磷酸、冰醋酸、三

乙胺、氨水为分析纯。延胡索药材采挖自浙江磐安、东阳、缙云,经鉴定为罂粟科植物延胡索的新鲜块茎。

1.2 产地不同加工样品 煮法:① 上家村药农加工:将鲜延胡索分成大、中两份,待锅中水加热至沸腾,分别加入煮至无白心,(用牙签一扎即透,大约煮8~10 min)取出,晾晒至干。② 自煮(实验室):将锅中水加热至80℃时,加入鲜延胡索煮10 min,捞起,晾晒至干。

蒸法:③ (改进方法)选择合适的蒸锅,待锅中水沸腾时放入鲜延胡索,上汽后开始计时,蒸15 min,取出,晾晒至干。

微波法:④ 新工艺 I (已申请专利):鲜延胡索→洗净→去除杂质→微波法处理→干燥→(1 h)左右。

微波法:⑤ 新工艺 II (已申请专利):鲜延胡索→洗净→去除杂质→切片→微波法处理→干燥(1 h)左右。

⑥ 鲜品切片自然放置干燥。

⑦ 鲜品整个自然放置干燥。

2 方法与结果

2.1 不同加工方法延胡索性状和成品得率比较 结果见表1 2。

成品得率 = 加工干品重 / 生品重 × 100%

表1 不同加工方法延胡索外观性状比较

样 品	饮片性状		色泽
	外 部	断 面	
⑦ 鲜品整个自然放置干燥	3个月未干,用针刺仍能听到生品含水发脆的响声		
① 药农煮法(上家村)	表面黄褐色,有不规则网状皱纹,质硬而脆。	断面略显黄色,角质化强,有蜡样光泽 味苦。	
② 煮10 min	同上	断面略显黄色,角质化,有蜡样光泽 味苦。	
③ 蒸15 min	同上	断面显鲜黄色,角质化,有蜡样光泽 味苦。	
④ 新工艺 I	同上	同上	
⑤ 新工艺 II	同上	同上	
⑥ 切片后生晒	表面白色	断面白色,显粉性,易碎。	

煮、蒸、微波3种加工品从外观及性状比较看基本相似,符合传统要求。

从4个产地3个加工方法成品得率的平均值看,均高于煮法。新工艺 I 与蒸法相似高于煮法9%左右。

2.2 浸出物比较 按《中国药典》2010版一部附录XA中热浸法进行。取供试品粉碎,过二号筛,混

匀。精密称取约2~4 g,置100 mL锥形瓶中,精密加入蒸馏水50 mL,密塞,称定重量,静置1 h后,加热至沸腾,回流提取1 h,取下,放冷,再称定重量,用水补足减失的重量,摇匀,用干燥滤器滤过,精密量取续滤液25 mL,置已恒重的蒸发皿中,蒸干,再于105℃烘箱干燥3 h,移至干燥器中,冷却30 min,迅速精密称定重量,以干燥品计算供试品中水溶性浸出物的含量,结果见表3。

表2 鲜延胡索经不同加工后成品得率/%

加工方法	产地	1 批	2 批	3 批	4 批	平均值
煮法	磐安	38.34	34.29	32.89		
	东阳	38.12	37.60	42.78		
	缙云 1	36.17	38.18			37.43
	缙云 2	38.69	37.29			
蒸法	磐安	43.49	41.18	38.29	40.02	
	东阳	42.52	44.05	42.68	45.13	40.71
	缙云 1	37.01	38.05			
	缙云 2	38.63	37.43			
新工艺 I	磐安	39.78	38.45	37.98	41.19	
	东阳	43.67	42.68			40.14
	缙云 2	38.06	36.94			
新工艺 II	磐安	38.45				
	缙云 1	38.46				38.14
	缙云 2	38.31	37.32			

表3 不同加工方法延胡索样品浸出物含量
(产地 浙江磐安)

加工方法	浸出物含量/%	RSD/%	增加率/%
煮法(上家村药农)	20.26	4.65	0
煮法(自煮10 min)	34.95	1.19	72.5
新工艺 I (整个)	35.75	2.06	76.5
新工艺 II (切片)	45.53	3.79	124.7

实验表明煮法加工后延胡索中水溶性成分流失严重,含量高低为新方法 II (切片) > 新方法 I (整个) > 煮法(自煮) > 煮法(上家村药农煮),自煮含量也高于药农煮,可能由于药农煮没有时间限制,成分流失更多。

2.3 成分含量测定

2.3.1 色谱条件

2.3.1.1 延胡索乙素色谱条件 BDS Hypersil C₁₈ (250 mm × 4.6 mm 5 μm) 柱 柱温 30℃ 流动相为甲醇-0.1%磷酸(三乙胺调 pH 至 6.0) (65 : 35)^[11] 流速 1.0 mL/min,检测波长:280 nm,进样量:10 μL。此条件下延胡索乙素对照品和样品, HPLC 图谱见图1。

2.3.1.2 原阿片碱色谱条件 BDS Hypersil C₁₈ (250 mm × 4.6 mm 5 μm) 柱 柱温 30℃ 流动相为乙腈-三乙胺醋酸溶液(每1 000 mL水中加入冰醋

酸 30 mL, 三乙胺 8 mL) (18 : 82), 流速 1.0 mL/min, 检测波长 289 nm, 进样量 10 μ L。此条件下原阿片碱对照品和样品 HPLC 图谱见图 2。

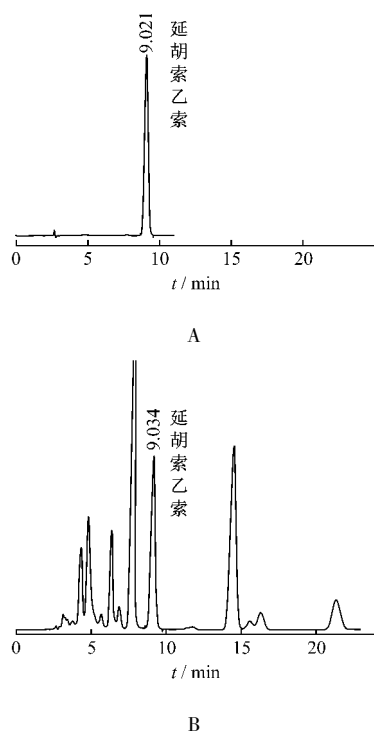


图1 延胡索 HPLC 图

A. 延胡索乙素对照品 B. 延胡索样品

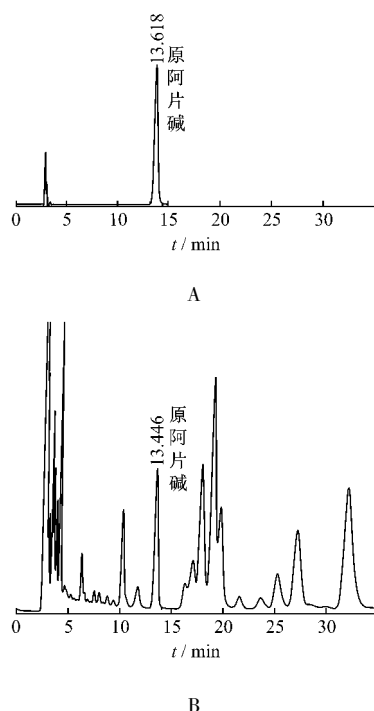


图2 延胡索 HPLC 图

A. 原阿片碱对照品 B. 延胡索样品

2.3.2 对照品溶液制备 精密称取延胡索乙素对照品 2.45 mg, 原阿片碱对照品 2.54 mg, 分别加甲

醇溶解定容于 25 mL 量瓶中, 摇匀, 制成浓度为 0.098 mg/mL 的延胡索乙素对照品溶液, 0.101 6 mg/mL 的原阿片碱对照品溶液, 于冰箱 4 $^{\circ}$ C 保存。

2.3.3 供试品溶液制备

2.3.3.1 提取溶剂的选择 采用乙醚^[12]、氯仿、浓氨-甲醇(1 : 20) 3 种溶剂提取同一批延胡索药材, 以延胡索乙素和原阿片碱含量为指标进行比较, 结果见表 4。

表4 不同提取溶剂的比较

提取溶剂	延胡索乙素含量/%	原阿片碱含量/%
乙醚	0.161 5	0.066 4
氯仿	0.064 1	0.051 0
浓氨-甲醇(1 : 20)	0.162 8	0.080 7

结果以浓氨-甲醇(1 : 20) 提取效率最高, 因此选择以浓氨-甲醇(1 : 20) 为提取溶剂。

2.3.3.2 供试品溶液制备 取延胡索粉末(过五号筛)约 0.25 g 精密称定, 置圆底烧瓶中, 精密加入浓氨试液-甲醇(1 : 20) 混合溶液 25 mL 称定重量, 冷浸 1 h 后加热回流 1 h, 放冷, 称定重量, 用浓氨试液-甲醇(1 : 20) 补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 精密吸取续滤液 20 mL, 蒸干, 残渣加甲醇溶解, 转移至 10 mL 量瓶中, 并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 微孔滤膜过滤。

2.3.4 线性范围考察 精密称取延胡索乙素对照品溶液 1.4、2.8、4.2、5.6、7 mL, 分别定容至 10 mL 量瓶中, 得系列标准溶液, 进样 10 μ L。以进样量为横坐标(X), 以峰面积为纵坐标(Y), 回归方程为 $Y = 890.073X - 3.6743$, $r = 0.9995$, 延胡索乙素在 0.144 5 ~ 0.722 4 μ g, 进样量与峰面积呈线性关系。精密称取原阿片碱对照品溶液 0.75、1.6、3.2、4.8、7 mL, 分别定容至 10 mL 量瓶中, 得系列标准溶液, 进样 10 μ L, 同法测定, 回归方程为 $Y = 1286.86X - 0.5489$, $r = 0.9999$, 原阿片碱在 0.075 9 ~ 0.708 4 μ g, 进样量与峰面积呈线性关系。

2.3.5 精密度试验 精密吸取供试品溶液 10 μ L, 连续进样 5 次, 测得延胡索乙素、原阿片碱峰面积值 RSD 分别为 0.72%、0.48%, 结果表明仪器精密度良好。

2.3.6 稳定性试验 精密吸取供试品溶液 10 μ L, 分别在 0、3、6、9、12、24 h 测定延胡索乙素、原阿片碱峰面积值, 相对标准偏差 RSD 分别为 1.2%、1.8%, 表明延胡索乙素、原阿片碱在 24 h 内基本稳定。

2.3.7 重复性试验 精密称取延胡索样品 6 份, 按

2.3 项下方法制备供试品溶液,进样 10 μ L,测得延胡索乙素含量分别为 0.183 1%、0.184 4%、0.177 5%、0.181 6%、0.170 2%、0.172 7%,平均含量为 0.178 25%,RSD 为 3.26%。测得原阿片碱含量分别为 0.183 1%、0.184 4%、0.177 5%、0.181 6%、0.170 2%、0.172 7%,平均含量为 0.080 6%,RSD 为 0.33%。

2.3.8 加样回收率试验 采用加样回收法,取已知含量的样品 6 份,精密称取各约 125 mg,加入延胡索乙素对照品溶液 2 mL(0.098 mg/mL)、原阿片碱对照品溶液 1 mL(0.101 6 mg/mL),按 2.3 项下方法制备供试品溶液,测得平均回收率分别为 97.5%、99.9%,RSD 分别为 2.6%、3.0%。

2.3.9 样品的测定结果 见表 5~9。

表 5 延胡索不同加工方法样品中有效成分含量
(产地 浙江磐安)

样品	加工方法	延胡索乙素/%	原阿片碱/%	总和/%
磐安	煮法	0.106 5	0.053 5	0.160 0
	蒸法	0.123 3	0.066 5	0.189 8
	新工艺 I	0.125 9	0.059 1	0.185 0
	新工艺 II	0.125 6	0.055 6	0.181 2
	煮法	0.077 2	0.033 7	0.110 9
	蒸法	0.102 7	0.047 2	0.149 9
	新工艺 I	0.117 4	0.069 0	0.186 4
	新工艺 II	0.126 8	0.081 3	0.208 1

表 6 延胡索不同加工方法样品中有效成分含量
(产地 浙江东阳)

样品	加工方法	延胡索乙素/%	原阿片碱/%	总和/%
东阳	煮法	0.119 3	0.040 8	0.160 1
	蒸法	0.122 5	0.061 4	0.183 9
	新工艺 I	0.158 1	0.067 8	0.225 9
	新工艺 II	0.159 6	0.061 5	0.221 1

表 7 延胡索不同加工方法样品中有效成分含量
(产地 浙江缙云 I)

样品	加工方法	延胡索乙素/%	原阿片碱/%	总和/%
缙云 I	煮法	0.080 8	0.034 1	0.114 9
	蒸法	0.080 8	0.035 7	0.116 5
	新工艺 I	0.084 8	0.028 7	0.109 5
	煮法	0.065 3	0.032 2	0.097 5
	蒸法	0.073 7	0.029 5	0.103 2
	新工艺 I	0.081 0	0.028 8	0.109 8

从三个不同产地延胡索的含量测定结果来看,不同加工方法样品中有效成分含量相差较大,与传统煮法比较,新方法中两个有效成分含量均高于现有煮法。含量高低为新工艺>蒸>煮,说明煮法成分有流失,新的加工方法是科学的。

表 8 延胡索不同加工方法样品中有效成分含量
(产地 浙江缙云 II)

样品	加工方法	延胡索乙素/%	RSD /%	原阿片碱/%	RSD /%	总和/%
缙云 II	煮法	0.079 4	0.7	0.032 1	0.2	0.111 5
	蒸法	0.085 1	1.7	0.036 6	2.1	0.121 7
	新工艺 I	0.086 2	1.8	0.039 1	3.1	0.125 3
	新工艺 II	0.095 4	1.0	0.036 0	3.1	0.131 4
	煮法	0.074 3	1.0	0.028 3	1.3	0.102 6
	蒸法	0.084 6	0.1	0.041 1	2.1	0.125 7
	新工艺 I	0.098 2	2.2	0.034 2	2.9	0.132 4
	新工艺 II	0.092 7	0.5	0.042 7	1.0	0.135 4

表 9 延胡索不同加工方法样品中有效成分含量
(三个产地)

加工方法	产地	1 批/%	2 批/%	平均值/%
煮法	磐安	0.160 0	0.110 9	0.122 5
	东阳	0.160 1		
	缙云 I	0.114 9	0.097 5	
	缙云 II	0.111 5	0.102 6	
蒸法	磐安	0.189 8	0.149 9	0.141 5
	东阳	0.183 9		
	缙云 I	0.116 5	0.103 2	
	缙云 II	0.121 7	0.125 7	
新工艺 I	磐安	0.185 0	0.186 4	0.153 5
	东阳	0.225 9		
	缙云 I	0.109 5	0.109 8	
	缙云 II	0.125 3	0.132 4	
新工艺 II	磐安	0.181 2	0.208 1	0.175 4
	东阳	0.221 1		
	缙云 II	0.131 4	0.135 4	

3 讨论

3.1 鉴于延胡索药材本身性质,药农为使药材尽快晒干,避免腐烂,产地趁鲜加工采用煮法。实际达到目的是将植物细胞破坏,淀粉角质化,使其中水分尽快出来。本研究改进的新方法,即可达到此目的,又避免成分流失。从 4 个产地趁鲜不同加工方法制备的延胡索药材质量比较看,煮法、蒸法、微波法外形、性状基本一致,符合传统要求。但内在成分含量差别较大,含量高低为新工艺>蒸法>煮法。新工艺中延胡索乙素含量比煮法高 22%,原阿片碱含量比煮法高 30%。浸出物也是微波法含量高于煮法 30%以上,收得率也高于煮法。说明煮法成分有流失,新的加工方法是可行的、科学的。

3.2 流动相的选择 考察了乙腈-0.6%冰醋酸水溶液(含 0.06%三乙胺)、甲醇-0.1%磷酸水溶液(PH 为 6)、甲醇-磷酸缓冲盐溶液(pH 为 7.68)、甲醇-0.1%三乙胺溶液、乙腈-三乙胺醋酸溶液。结果表明,在甲醇-0.1%磷酸水溶液条件下,延胡索乙素能得到很好的分离;而对于原阿片碱,乙腈-

三乙胺醋酸溶液分离效果最佳且峰形良好。

3.3 流动相的比例的选择 结合延胡索乙素的化学性质,为了寻找更好的分离效果,选择甲醇与0.1%磷酸水溶液的比例为55:45 60:40 62:38,65:35进行实验。结果证明甲醇-0.1%磷酸水溶液(65:35)分离效果最佳且峰型良好。

3.4 提取方法的选择 比较了超声提取和加热回流提取方法,结果超声提取效率偏低,因此选择加热回流提取。延胡索生物碱属于异喹啉衍生物,适宜在碱性条件下提取,所以回流时温度不宜过高,最好控制在70~80℃,防止氨的挥发。

3.5 本实验采用高效液相色谱法对不同产地、不同加工的延胡索中延胡索乙素及原阿片碱含量进行了比较。经方法学考察,本方法简单、准确、稳定、重现性好。可为延胡索质量控制提供方法,测定的结果可作为延胡索产地加工工艺优选的科学依据。

参考文献:

- [1] 中国药典[S].一部.2010:130.
[2] 王文蜀,肖巍,喻蓉等.中药延胡索化学成分研究[J].

中央民族大学学报:自然科学版,2007,16(1):80.

- [3] 黄康泰.常用中药成分与药理手册[M].北京:中国医药科技出版社,1994:874.
[4] 贺凯,高健丽,赵光树.延胡索化学成分、药理作用及质量控制研究进展[J].中草药,2007,38(12):1909.
[5] 李荣,吴伟,吴辉等.延胡索碱预处理对缺血再灌注心肌细胞膜L型Ca²⁺通道动力学的影响[J].广州中医药大学学报,2010,27(4):354.
[6] 黄锦煜,方敏,李娜婧等.延胡索在三叉神经痛大鼠模型中的镇痛作用研究[J].南方医科大学学报,2010,30(9):2161.
[7] 蔡银燕,王维.药用植物延胡索的药理、栽培、炮制研究概述[J].海峡药学,2007,19(3):66.
[8] 梁晓华,徐成东,张志星.延胡索2种炮制品煎液中的生物碱含量测定[J].安徽农业科学,2009,37(15):6984.
[9] 冯卫生,冀春茹,禹志领等.河南邓县引种元胡与浙江元胡成分比较[J].中药通报,1987,12(5):39.
[10] 游修琪,顾雪竹,毛淑杰等.延胡索产地不同加工品HPLC指纹图谱研究[J].中成药,2009,31(10):1481.
[11] 马志静,李先端,顾雪竹等.不同品种醋对延胡索内在成分的影响[J].中国中药杂志,2006,31(6):466.
[12] 黄璐琦,王永炎.中药材质量标准研究[M].北京:人民卫生出版社,2006:194.

气质联用法分析麸炒对枳实生、鲜品挥发油成分的影响

林桂梅¹, 马良煜², 尹丽波¹, 贾天柱^{1*}

(1. 辽宁中医药大学药学院 辽宁省中药炮制工程技术研究中心 辽宁 大连 116600; 2. 中国人民解放军沈阳军区总医院 辽宁 沈阳 110840)

关键词:枳实;麸炒;挥发油;气质联用法

摘要:目的:比较研究枳实生、鲜品及其麸炒品挥发油化学成分及含量的变化。方法:采用GC-MS联用技术分析样品的挥发油化学成分,归一法分析挥发油各成分的相对含量。结果:枳实生、鲜品经麸炒后,挥发油含量及主要组分含量均有一定变化,其中柠檬烯的含量较生品增加了10.4%。共鉴定出26个化合物,各样品主要成分均为柠檬烯、β-芳樟醇、β-蒎烯、1R-α-蒎烯、左旋-β-蒎烯。结论:枳实生、鲜品麸炒前后挥发油化学成分大部分相似,由于加热及辅料影响,挥发油部分组分消失。

中图分类号:R283

文献标识码:A

文章编号:1001-4528(2011)03-0476-04

Determination of the volatile oil from processed stir-frying *Fructus Aurantii Immaturus* with bran by GC-MS

LIN Gui-mei¹, MA Liang-yu², YIN Li-bo¹, JIA Tian-zhu^{1*}

收稿日期:2010-12-06

基金项目:国家发改委行业专项“中药麸制及有毒中药炮制技术与原理研究”(200807039)

作者简介:林桂梅(1982-),女,博士生,从事中药炮制研究。Tel: (0411)87586117 E-mail:linguimei1982@163.com

* 通讯作者:贾天柱,男,教授,研究方向:中药炮制。