

不同炮制去心法对巴戟天耐斯糖含量的影响

陈 娥¹,周 灿^{1*},廖 莎²,石金敏¹

(1.湖北医药学院附属人民医院药学部,湖北 十堰 442000;2.湖北医药学院附属太和医院,湖北 十堰 442000)

[摘要] 目的 比较不同炮制去心法对巴戟天耐斯糖含量的影响。方法 采用 HPLC-ELSD 法,色谱柱为 Welch AQ-C₁₈ (250 mm×4.6 mm,5 μm);流动相为甲醇-水(3:97);柱温为 25 ℃;流速为 0.8 mL/min;进样量为 10 μL;漂移管温度为 40 ℃;低温雾化。结果 采用不同炮制去心法处理后,巴戟天中耐斯糖的含量高低为:润法>煮法>清蒸法>盐蒸法>泡后蒸法>泡法。结论 采用润法去心,巴戟天中耐斯糖损失最少。

[关键词] 巴戟天;炮制;耐斯糖;高效液相色谱-蒸发光散射检测器法

[中图分类号]R283.3 **[文献标识码]**B **[文章编号]**doi:10.3969/j.issn.1674-070X.2016.04.008

Influence of Different Methods for Removing Woody Core on Nystose Content in *Morinda officinalis*

CHEN E¹, ZHOU Can^{1*}, LIAO Sha², SHI Jinmin¹

(1.Department of Pharmacy, Renmin Hospital Affiliated to Hubei University of Medicine, Shiyan, Hubei 442000, China;

2.Taihe Hospital Affiliated to Hubei University of Medicine, Shiyan, Hubei 442000, China)

[Abstract] **Objective** To compare the influence of different methods for removing woody core on nystose content in *Morinda officinalis*. **Methods** The HPLC-ELSD detection was used with the chromatographic column Welch AQ-C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm), the mobile phase was methanol-water (3:97), the column temperature was at 25 ℃, the flow rate was 0.8 mL/min, the injection volume was 10 μL, and the drift tube temperature was at 40 ℃ with low temperature atomization. **Results** The level of the nystose content in *Morinda officinalis* with different process was: moistening method>cooking method>steaming method>steaming method with salt>steaming method after soaking>soaking method. **Conclusion** The nystose content in *Morinda officinalis* is the least loss when use the moistening method to removing woody core.

[Keywords] Radix *Morindae officinalis*; processing; nystose; HPLC-ELSD

巴戟天为茜草科巴戟属植物巴戟天 *Morinda officinalis* How.的干燥根^[1],与砂仁、益智、槟榔合称为“四大南药”。巴戟天所含糖类化合物包括单糖、寡糖和多糖,其中耐斯糖即为寡糖的一种^[2]。药理实验证明,耐斯糖具有抗抑郁作用^[3]。目前可将巴戟天的炮制去心方法总结为以下 6 种:润法、煮法、泡后蒸法、泡法、清蒸法和盐蒸法。本实验以巴戟天中抗抑郁成分耐斯糖的含量为考察指标,探讨各炮制去心方法对耐斯糖含量的影响,现报道如下。

1 仪器与试剂

Agilent 1200 高效液相色谱仪 (G1311A 四元泵;G1329A 自动进样器;G1316A 柱温箱);SEDERE SEDEX85 ELSD 检测器;CP2104 奥豪斯电子分析天平(奥豪斯仪器(上海)有限公司);FZ-102 型微型植物粉碎机(天津市泰斯特仪器有限公司)。耐斯糖对照品(南通飞宇生物科技有限公司,质量分数 98%,批号:FY20220603);水为纯化水,甲醇为色谱

[收稿日期]2015-09-06

[基金项目]十堰市科学技术研究与开发项目计划(十科发[2013]20号)。

[作者简介]陈 娥,女,主管药师,主要从事中药饮片质量控制研究。

[通讯作者]*周 灿,男,药师,E-mail:327412800@qq.com。

纯;巴戟天(购于湖北蕪州中药材市场,经湖北医药学院药用植物学教研室主任陈吉言教授鉴定为茜草科植物巴戟天 *Morinda officinalis* How.的干燥根。

2 方法与结果^[4]

2.1 样品的制备

取原药材约 100 g,除去杂质,洗净,照表 1 中所示方法分别进行处理后,趁热抽去木心,切段,置烘箱内 80 ℃干燥 2 h,备用。

表 1 巴戟天样品炮制去心方法

去心方法	操作方法
清蒸法	置蒸器内蒸润
润法	润透
泡后蒸法	浸泡至 3~4 成透,置蒸器内蒸透
泡法	用热水泡透
盐蒸法	用盐水拌匀,闷润,待盐水被吸尽后,置蒸器内蒸软(每 100 kg 巴戟天,用食盐 2 kg,加水 10 kg 溶解)
煮法	加入甘草汁拌匀,置煮制容器内,用文火煮透至汁尽(每 100 kg 巴戟天,用甘草 6 kg,煎汤约 50 kg)

2.2 色谱条件

色谱柱为 Welch AQ-C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相为甲醇-水(3:97);柱温为 25 ℃;流速为 0.8 mL/min;进样量为 10 μL;漂移管温度为 40 ℃;低温雾化。在此条件下测定耐斯糖对照品及巴戟天原药材提取物的色谱图。见图 1。

2.3 溶液的制备

2.3.1 供试品溶液的制备 取“2.1”项下各样品(粉碎过三号筛)0.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入流动相 50 mL,称定质量,沸水浴中加热 30 min,放冷,再称定质量,用流动相补足减失的质量,摇匀,放置,取上清液滤过,取续滤液,即得。

2.3.2 对照品溶液的制备 取耐斯糖对照品适量,精密称定,置 25 mL 容量瓶中,加流动相使溶解,配置成浓度为 0.214 8 mg/mL 的溶液,备用。

2.4 线性关系考察

分别精密吸取“2.3.2”项下对照品溶液 10、30 μL,照“2.2”项下条件进样,测定色谱峰面积。采用外标两点法,以耐斯糖对照品进样量的自然对数值(X)为横坐标,峰面积的自然对数值(Y)为纵坐标进行线性回归,得回归方程为

$$Y=1.372\ 3X+2.885\ 1(r=1)$$

结果显示,耐斯糖进样量在 2.148 μg~

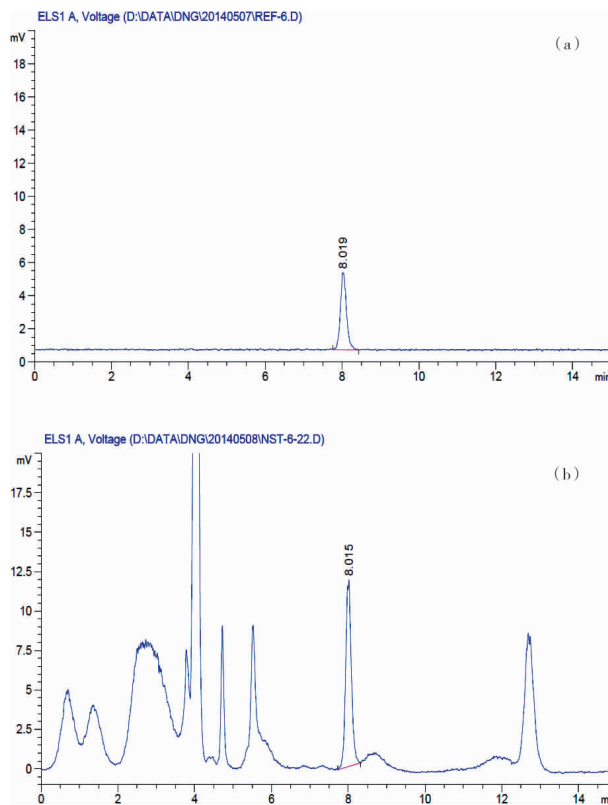


图 1 耐斯糖对照品(a)与巴戟天原药材提取物(b)色谱图

6.444 μg 范围内线性关系良好。

2.5 方法学考察

2.5.1 精密度试验 精密吸取“2.3.2”项下对照品溶液 10 μL,照“2.2”项下色谱条件连续测定峰面积 5 次,结果显示峰面积 RSD 为 1.0%($n=5$),表明精密度良好。

2.5.2 重复性试验 取润法样品粉末(过三号筛)5 份,各约 0.5 g,精密称定,照“2.1”项下方法处理,按“2.2”项下色谱条件测定峰面积。结果显示峰面积 RSD 为 0.9%($n=5$),表明重复性良好。

2.5.3 稳定性试验 精密吸取同一样品溶液(润法),室温放置,分别于 0、5、10、15、20、25 h 照“2.2”项下色谱条件测定峰面积。结果显示峰面积 RSD 为 1.5%($n=5$),表明稳定性良好。

2.5.4 加样回收率试验 取同一批已知含量的样品粉末(润法;过三号筛)5 份各约 0.1 g,精密称定,分别精密加入等量的耐斯糖对照品,按“2.3.1”项下方法处理,照“2.2”项下色谱条件测定峰面积,计算回收率。结果显示平均回收率为 100.02%,RSD=0.5%。见表 2。

2.6 样品含量测定

分别取“2.1”项下样品(粉碎过三号筛)0.5 g,各

表2 加样回收率实验结果

(n=5)

编号	取样量(g)	样品中耐斯糖量(mg)	加入耐斯糖量(mg)	测得耐斯糖量(mg)	回收率(%)	$\bar{x} \pm s$ (%)	RSD(%)
1	0.1001	4.353	4.350	8.707	100.1		
2	0.1002	4.358	4.351	8.713	100.1		
3	0.1000	4.349	4.353	8.737	100.8	100.02	0.5
4	0.1004	4.366	4.356	8.705	99.6		
5	0.1003	4.362	4.355	8.695	99.5		

3份,精密称定,照“2.3.1”项下方法制备样品溶液,按“2.2”项下色谱条件测定峰面积。计算,结果见表3。

表3 样品中耐斯糖含量测定结果 ($\bar{x} \pm s, n=3$)

炮制去心方法	样品含量(%)	RSD(%)
煮法	4.788±0.051	1.1
润法	5.292±0.053	1.0
泡后蒸法	4.164±0.038	0.9
泡法	3.164±0.018	0.6
清蒸法	4.374±0.017	0.4
盐蒸法	4.282±0.055	1.3

3 讨论

3.1 各炮制品中耐斯糖含量比较

根据文献记载^[5],巴戟天木心与根皮比较,化学成分存在较大差异,且木心比重约占巴戟天药材的20%~30%,因此有必要对巴戟天进行去心炮制。研究表明^[6-8],炮制去心方法不同,巴戟天中有效成分含量也不同。本试验结果显示,采用不同炮制去心法处理后,巴戟天中耐斯糖的含量高低为:润法>煮法>清蒸法>盐蒸法>泡后蒸法>泡法。可见,以耐斯糖含量为考察指标,润法去心可减少其在炮制过程中的损失。

3.2 炮制机制探讨

耐斯糖是巴戟天寡糖的组成成分之一,性状为白色结晶,易溶于水,微溶于乙醇。因此,水处理过程对巴戟天耐斯糖的溶出影响较大,炮制去心时应“少泡多润”。本试验所涉及的六种炮制去心方法中,泡后蒸法与泡法是将药材直接浸泡于水中且与水接触时间长,炮制过程中已有耐斯糖溶出并流失,因此结果偏小;清蒸法和盐蒸法可使巴戟天糖类成分溶

出增加,而煮法对糖类成分的溶出基本不影响^[7],试验结果中煮法耐斯糖含量偏高可能是由于甘草的加入使得其与巴戟天中的其他糖类成分发生复杂反应形成了新的耐斯糖,清蒸法和盐蒸法耐斯糖含量偏低可能是因为高温蒸汽的作用使得耐斯糖分解而相对减少;润法是水处理时间最长的炮制去心方法,在水处理过程中,随着药材对水分的不断吸收,耐斯糖即开始溶解并未流失,可认为提取时耐斯糖是扩散至提取溶剂中,另一方面,润法可使细胞结构疏松,加速了耐斯糖的溶出,因此其耐斯糖含量损失最少。

3.3 色谱条件的确定

本试验采用甲醇:水(3:97)为流动相和提取溶剂,不仅保证了色谱峰与其相邻峰良好的分离度,也保证了耐斯糖的有效提取。

参考文献:

- [1] 国家药典委员会.中华人民共和国药典(一部)2015年版[S].北京:中国医药科技出版社,2015:81.
- [2] 赵 诣,郭素华.巴戟天化学成分研究概况[J].海峡药学,2007,19(2):59-60.
- [3] 崔承彬,杨 明,姚志伟,等.中药巴戟天中抗抑郁活性成分的研究[J].中国中药杂志,1995,20(1):36-39.
- [4] 周 灿,熊 辉,廖 莎,等.基于耐斯糖含量优选制巴戟天炮制工艺[J].中国药师,2015,18(3):371-373.
- [5] 李 赛.巴戟天根皮与木心化学成分的比较[J].中药通报,1988,13(2):17-19.
- [6] 周 灿,许 李,杨梓懿,等.不同炮制去心法对巴戟天多糖含量的影响[J].湖南中医药大学学报,2011,31(1):49-51.
- [7] 刘艳红,周 灿,廖 莎,等.不同炮制去心法对巴戟天水晶兰苷含量的影响[J].中国药师,2014,17(11):1 840-1 842.
- [8] 陈地灵,帅 欧,林 励,等.炮制方法对巴戟天糖类成分影响的研究[J].中国药房,2012,23(3):217-220.

(本文编辑 苏 维)