

不同产地枳壳中柚皮苷和新橙皮苷的测定

郭增喜¹, 李文庭¹, 李兆奎²

1. 浙江省食品药品检验所, 浙江 杭州 310004

2. 台州市食品药品检验所, 浙江 台州 318000

摘要: 目的 测定不同产地枳壳中柚皮苷和新橙皮苷的量, 研究不同产地枳壳的质量差异。方法 采用高效液相色谱法测定, 色谱条件为 Kromasil C₁₈ 色谱柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-水 (20:80) (用磷酸调节 pH 值为 3); 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 30 ℃; 检测波长 283 nm。结果 朱栾枳壳未检出柚皮苷和新橙皮苷成分; 江枳壳、川枳壳、湘枳壳和常山胡柚均检出柚皮苷和新橙皮苷成分; 陕西枳壳未检出新橙皮苷。江枳壳含 7.5% 柚皮苷、5.6% 新橙皮苷, 量均为最高。结论 朱栾枳壳与其他产地枳壳的成分有差异, 不含有《中国药典》2010 年版规定的柚皮苷和新橙皮苷成分。

关键词: 枳壳; 朱栾枳壳; 柚皮苷; 新橙皮苷; HPLC

中图分类号: R286.022 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2012)07-1347-02

Determination of naringin and neohesperidin in *Aurantii Fructus* from different habitats

GUO Zeng-xi¹, LI Wen-ting¹, LI Zhao-kui²

1. Zhejiang Institute for Food and Drug Control, Hangzhou 310004, China

2. Taizhou Institute for Food and Drug Control, Taizhou 318000, China

Key words: *Aurantii Fructus*; *Citrus aurantium* L. var. *decumana* Bonar. (Zhuluan); naringin; neohesperidin; HPLC

枳壳来源于芸香科植物酸橙 *Citrus aurantium* L. 及其栽培变种的干燥未成熟果实, 是一种常用中药^[1-3]。栽培变种包括黄皮酸橙 *C. aurantium* L. CV. Huangpi-Suanchen、代代花 *C. aurantium* L. var. *amara* Engl.、朱栾 *C. aurantium* L. var. *decumana* Bonar. 及塘橙 *C. aurantium* L. CV. Tangcheng。枳壳主产于江西、四川和湖南, 分别称为江枳壳、川枳壳和湘枳壳, 为枳壳的主流品种。浙江是传统的枳壳产地之一, 有金华产的代代花枳壳和温州产的朱栾枳壳。本实验收集 6 个不同产地的枳壳样品, 参照《中国药典》2010 年版方法, 测定不同产地的枳壳中柚皮苷和新橙皮苷的量, 为枳壳的质量控制提供依据。

1 材料

Agilent 1100 系列高效液相色谱仪 (G1322A 脱气机、G1313A 自动进样仪、G1316A 柱温箱、G1314B 紫外检测器) 和 Agilent Chemstation 工作站; Mettler AE240 型电子天平。

柚皮苷 (批号 0722-200108)、新橙皮苷 (批号 111857-201001) 对照品由中国药品生物制品检定所

提供。乙腈为色谱纯, 水为重蒸水, 甲醇、磷酸为分析纯。枳壳 *Aurantii Fructus* 样品由郭增喜副主任中药师鉴定, 见表 1。

2 方法与结果

2.1 色谱条件^[1]

Kromasil C₁₈ 色谱柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-水 (20:80) (用磷酸调节 pH 值为 3); 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 30 ℃; 检测波长 283 nm。色谱图见图 1。

表 1 样品信息

Table 1 Information of *Aurantii Fructus*

编号	样 品	拉丁名	产 地	收集时间
1	朱栾枳壳	<i>Citrus aurantium</i> var. <i>decumana</i>	浙江省洞头县	2011-08
2	江枳壳	<i>C. aurantium</i>	江西	2011-01
3	川枳壳	<i>C. aurantium</i>	四川	2011-01
4	湘枳壳	<i>C. aurantium</i>	湖南	2011-01
5	常山胡柚	<i>C. changshan-huyou</i>	浙江衢州	2011-01
6	陕西枳壳	<i>C. wilsonii</i>	陕西	2011-01

收稿日期: 2012-03-21

作者简介: 郭增喜, 副主任中药师, 从事中药材真伪鉴定及质量检验研究。Tel: (0571)864594258 E-mail: guozengxi@163.com

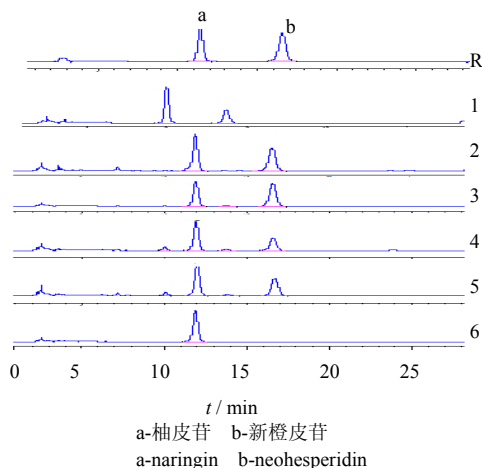


图1 混合对照品(R)和不同产地枳壳样品(1~6)的HPLC图
Fig. 1 HPLC chromatograms of mixed reference substances (R) and other *Aurantii Fructus* (1-6) from different habitats

2.2 对照品溶液的制备

分别精密称取柚皮苷和新橙皮苷对照品适量,加甲醇制成含柚皮苷 80.32 $\mu\text{g/mL}$ 和新橙皮苷 86.04 $\mu\text{g/mL}$ 的混合对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备

精密称取各样品粗粉约 0.2 g,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 50 mL,称定质量,加热回流 1.5 h,放冷,用甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过。精密量取续滤液 10 mL,置 25 mL 量瓶,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

2.4 线性关系考察

精密吸取混合对照品溶液 0.5、1、3、5、10、15 μL 注入液相色谱仪,色谱峰峰面积为纵坐标(Y),进样量为横坐标(X)绘制标准曲线,柚皮苷与新橙皮苷线性回归方程分别为:柚皮苷 $Y=1.481\ 4\ X-1.663\ 7$ ($r=0.999\ 9$),新橙皮苷 $Y=1.541\ X+25.472$ ($r=0.999\ 8$),结果表明柚皮苷进样量在 40.16~1204.8 ng,新橙皮苷在 43.02~1 290.6 ng 与峰面积呈良好线性关系。

2.5 精密度试验

精密吸取混合对照品溶液 10 μL ,按“2.1”项下色谱条件连续进样 6 次,测定其柚皮苷和新橙皮苷峰面积的 RSD 分别为 0.28%和 0.45%。

2.6 稳定性试验

取川枳壳供试品溶液按“2.1”项下色谱条件分别在 0、2、4、8、12、18、24 h 进样,测定柚皮苷和新橙皮苷峰面积,峰面积 RSD 分别为 0.45%和 1.06%。

2.7 重复性试验

精密称取川枳壳样品 6 份,依“2.3”项下方法

分别制备供试品溶液,测得柚皮苷和新橙皮苷成分的质量分数的 RSD 分别为 0.58%和 0.68%。

2.8 加样回收率试验

精密称取已测定的川枳壳样品 0.1g,共 6 份,分别加入含柚皮苷 0.201 mg/mL、新橙皮苷 0.196 mg/mL 对照品溶液 25 mL,再加入甲醇 25 mL。按“2.3”项下方法制备供试品溶液,依法测定柚皮苷和新橙皮苷峰面积,并计算回收率,柚皮苷和新橙皮苷的回收率分别为 99.83%和 99.92%,RSD 分别为 1.61%和 1.00%。

2.9 样品测定

分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μL ,注入液相色谱仪,样品测定结果见表 2。

表2 不同产地枳壳中柚皮苷和新橙皮苷的量

Table 2 Determination of naringin and neohesperidin in *Aurantii Fructus* from different habitats

样品	柚皮苷 / %	新橙皮苷 / %
1	—	—
2	7.5	5.6
3	4.9	4.8
4	4.3	2.2
5	2.6	1.5
6	5.2	—

“—”-未检出

“—”-undetected

上述样品中,朱枳壳未检出柚皮苷和新橙皮苷成分;江枳壳、川枳壳和湘枳壳均检出《中国药典》2010 版规定的柚皮苷和新橙皮苷成分;陕西枳壳未检出新橙皮苷;常山胡柚也能检出柚皮苷和新橙皮苷成分。朱枳壳与其他来源枳壳成分有差异。

3 讨论

中药材所含成分受到品种、产地、采收时间和加工方法等的影响,在多来源的药材中品种的变化直接影响成分的不同;根据本实验结果,江枳壳含柚皮苷 7.5%,新陈皮苷 5.6%,量均为最高。朱枳壳中未能检出规定的柚皮苷成分。这说明在枳壳等药材的检验中,必须做好品种鉴定,保证来源符合规定。执行标准时应该注意指标成分的检验,只有来源和指标成分均符合检测规定才是合格药材。

参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2010.
- [2] 董 玄,高文远,李凤阁,等. RP-HPLC 法测定枳壳药材中柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷 [J]. 中草药, 2009, 40(增刊): 283-284.
- [3] 中国药品生物制品检定所. 现代实用本草 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 2001.