

维药刺山柑果实的炮制方法研究

仙园园¹, 郭小娜², 张 华¹, 吴增宝¹, 韩 博¹, 陈 文^{1*}

1. 石河子大学药学院, 新疆 石河子 832000

2. 石河子大学第一附属医院, 新疆 石河子 832000

摘要: **目的** 研究刺山柑果实炮制方法并对其工艺进行优化。**方法** 分别建立 UV 和 GC 测定刺山柑果实中有效部位(总酚酸和总硫苷)及刺激性成分量的方法, 并以其为指标筛选蒸、煮、烘及炒 4 种刺山柑果实的炮制方法, 通过单因素试验和正交试验, 选用渴求函数处理数据, 对该炮制工艺进行优化。**结果** 刺山柑果实的最优炮制方法为炒法, 最佳工艺为选用过 40~50 目筛的刺山柑果实粉末, 炒制过程中药材温度为 80 ℃, 炒制时间为 15 min。**结论** 炮制后的刺山柑果实能保证有效成分量的同时降低了其刺激性。

关键词: 刺山柑果实; 炮制方法; 工艺优化; 总酚酸; 总硫苷; 刺激性

中图分类号: R283.1 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2013)11-1420-06

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2013.11.012

Study on processing method for fruits of *Wei* Medicine *Capparis spinosa*

XIAN Yuan-yuan¹, GUO Xiao-na², ZHANG Hua¹, WU Zeng-bao¹, HAN Bo¹, CHEN Wen¹

1. College of Pharmacy, Shihezi University, Shihezi 832000, China

2. The First Affiliate Hospital, Shihezi University, Shihezi 832000, China

Abstract: **Objective** To optimize the processing method and technology for the fruits of *Capparis spinosa*. **Methods** The determination methods for the effective fractions (total phenolic acids and total glucosinolates) and the stimulating ingredients in the fruits of *C. spinosa* were established by UV and GC, respectively. Four processing methods (steaming, decocting, baking, and stir-frying) were optimized with the contents of effective fractions and the stimulating ingredients as indexes. The processing technology was optimized by the single factor and orthogonal design, and the data treated by the desirability functions. **Results** The best processing method for the fruits of *C. spinosa* was stir-frying, and the best processing technology was suggested as follows, stir-fried for 15 min at 80 ℃ with the drug powder of 40—50 meshes. **Conclusion** The processed fruits of *C. spinosa* could ensure the effective components and reduce their stimulation.

Key words: fruits of *Capparis spinosa*; processing method; technology optimization; total phenolic acids; total glucosinolates; stimulation

刺山柑 *Capparis spinosa* L. 属白花菜科山柑属, 又名老鼠瓜、野西瓜、槌果藤、瓜儿菜或抗旱草^[1], 《新疆药用植物志》有记载, 其叶、果、根均能入药, 主要用于祛风除湿、止痛消肿等^[2]。化学成分研究表明, 刺山柑果实中含有挥发油类、生物碱类、黄酮类及脂肪族类芥子油苷^[3-5]等成分, 其中硫苷类及酚酸类化合物具有抗风湿及抗炎镇痛作

用^[6-7]。但刺山柑果实在治疗风湿性关节的过程中, 会引起接触性皮炎等不良反应^[8-9], 前期研究发现引起毒性作用和强烈刺激性的成分为挥发油类。中药炮制可以达到提高药效、降低毒性的目的^[10]。因此, 本实验以有效部位总酚酸及总硫苷的量及刺激性成分异硫氰酸甲酯、异硫氰酸异丙酯和异硫氰酸异丁酯的量为评价指标, 首次对刺山柑果实的炮制方法

收稿日期: 2013-01-16

基金项目: 国家重大新药创制科技重大专项“基于新疆天然资源的创新药物孵化基地建设”(2011ZX09401-007); 国家科技支撑计划项目“新疆特色天然药物现代化开发关键技术研究”(2012BAI30B01)

作者简介: 仙园园(1987—), 女, 硕士研究生, 研究方向为药物制剂与新剂型研究。Tel: 15981702262 E-mail: 358981670@qq.com

*通信作者 陈 文, 男, 教授, 研究方向为药物制剂与新剂型研究。Tel: 13179930326 E-mail: chen-wen2000@126.com

网络出版时间: 2013-04-22 网络出版地址: <http://www.cnki.net/kcms/detail/12.1108.R.20130422.0922.009.html>

进行了筛选,并对炮制工艺进行了优化,为刺山柑果实的质量标准及应用提供依据。

1 仪器与材料

Agilent 6890 气相色谱仪(美国 Agilent 公司); Sartorius BP211D 十万分之一分析天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司); UV—2401 分光光度计(日本岛津公司); MA50/MA100 水分测定仪(德国赛多利斯公司); DHG—9240 电热恒温鼓风干燥箱(上海齐欣科学仪器有限公司); SG300C 食用搅拌机(南海钜华家用电器厂); 电子万用炉(北京市永光明医疗仪器厂); 速邦 SB—07A 多功能粉碎机(上海市浦恒信息科技有限公司); 恒温水浴锅(北京长安科学仪器厂); ZDHW 调温电热套(北京市永光明医疗仪器厂)。

刺山柑果购于乌鲁木齐,产地为阿克苏,经石河子大学成玉怀教授鉴定为白花菜科植物刺山柑 *Capparis spinosa* L. 的干燥果实。对照品黑芥子硫苷(质量分数>98%, Sigma 公司)、原儿茶酸(批号 110809-200604, 中国药品生物制品检定所); 内标异硫氰酸丁酯(批号 39127, 质量分数 99%) 和对照品异硫氰酸甲酯(批号 26633, 质量分数 98%) 均购于阿拉丁试剂公司,对照品异硫氰酸异丁酯(批号 20111203, 质量分数 97%) 和异硫氰酸异丙酯(批号 20111203, 质量分数 96%) 购于上海锐谷试剂公司; 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 总酚酸的测定^[11]

2.1.1 供试品溶液的制备 称取刺山柑果实粉末(过 60 目筛) 25.0 g, 加入 70%乙醇 200 mL 浸润, 80 °C 水浴回流提取 3 次, 每次 30 min。合并 3 次提取液, 滤过、浓缩至 100 mL, 精密移取药材提取液 2.0 mL 置 50 mL 量瓶中, 用蒸馏水稀释定容至刻度, 待用。

2.1.2 对照品溶液的制备及线性关系考察 精密称取原儿茶酸对照品适量, 75%乙醇定容, 得质量浓度为 21.4 $\mu\text{g/mL}$ 的原儿茶酸对照品溶液。分别移取 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL 对照品溶液于 25 mL 量瓶中, 加入无水乙醇 5 mL、0.3%十二烷基硫酸钠 2.0 mL 及 0.6%三氯化铁-0.9%铁氰化钾(10:9) 混合溶液 1 mL, 混匀, 避光放置 5 min, 0.1 mol/mL 盐酸稀释至刻度, 避光放置 20 min, 以显色剂为空白, 在 720 nm 波长下测定吸光度(A) 值。以 A 值为纵坐标(Y), 原儿茶酸质量浓度为横坐标(X)

进行线性回归, 得回归方程 $Y=0.3117X-0.012$, $r=0.9997$, 结果表明原儿茶酸在 0.428~2.140 $\mu\text{g/mL}$ 呈良好线性关系。

2.1.3 方法学考察 该条件下的精密度试验 RSD 为 0.19% ($n=5$); 加样回收率试验的平均回收率为 99.7%, RSD 为 0.51% ($n=9$); 供试品溶液在 30 min 内稳定, RSD 为 2.36% ($n=7$); 重复性试验的 RSD 为 2.16% ($n=9$)。

2.1.4 样品中总酚酸的测定 移取“2.1.1”项下供试品溶液 2 mL 置 25 mL 量瓶中, 加入 5 mL 无水乙醇、0.3%十二烷基硫酸钠 2.0 mL 及 0.6%三氯化铁-0.9%铁氰化钾(10:9) 混合溶液 1 mL, 混匀, 避光放置 5 min, 0.1 mol/mL 盐酸稀释至刻度, 避光放置 20 min, 以显色剂为空白, 在 720 nm 波长下测定 A 值, 代入回归方程计算总酚酸的量。

2.2 总硫苷的测定

2.2.1 供试品溶液的制备 参照“2.1.1”项方法操作。

2.2.2 对照品溶液的制备及线性关系考察 精密称取黑芥子硫苷对照品适量, 重蒸水定容, 得质量浓度为 0.274 mg/mL 的对照品溶液。分别移取 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL 置 10 mL 量瓶中, 加入分散剂 0.1% CMC-Na 4 mL 及显色剂 4 mmol/L 氯化钡 2 mL, 避光室温放置 1 h, 蒸馏水定容, 以显色剂为空白, 在 360 nm 波长下测定 A 值。以 A 值为纵坐标(Y), 黑芥子硫苷的质量浓度为横坐标(X) 进行线性回归, 得回归方程 $Y=14.90X-0.015$, $r=0.9999$, 结果表明黑芥子硫苷酸钾在 13.7~68.5 $\mu\text{g/mL}$ 呈良好线性关系。

2.2.3 方法学考察 该条件下精密度试验 RSD 为 0.24% ($n=5$); 加样回收率试验的平均回收率为 99.7%, RSD 为 0.27% ($n=9$); 供试品溶液在 30 min 内稳定, RSD 为 1.35% ($n=7$); 重复性试验的 RSD 为 1.90% ($n=6$)。

2.2.4 样品中总硫苷的测定 移取“2.1.1”项下供试品溶液 1 mL 置 10 mL 量瓶中, 加入分散剂 0.1% CMC-Na 4 mL 及显色剂 4 mmol/L 氯化钡 2 mL, 避光室温放置 1 h, 蒸馏水定容, 以显色剂为空白, 在 360 nm 波长下测定 A 值, 代入回归方程计算总硫苷的量。

2.3 刺激性成分异硫氰酸酯类物质的测定

2.3.1 供试品溶液的制备 称取刺山柑果实粉末(过 60 目筛) 50.0 g, 置 1 L 圆底烧瓶中, 按《中国药典》2010 年版一部附录 XD 挥发油测定项下甲法

操作提取挥发油,至无黄色油滴滴下。乙醚萃取馏出液后,用无水硫酸钠干燥并回收,得有特殊气味的淡黄色透明液体 0.17 mL (挥发油得率为 3.4 $\mu\text{L/g}$),待用。

2.3.2 GC 色谱条件 检测器为 FID; 进样口温度 300 $^{\circ}\text{C}$; 分流比 50:1; 色谱柱为 TM-FFAP; 体积流量 1.5 mL/min; 柱箱 40 $^{\circ}\text{C}$; 升温程序: 40 $^{\circ}\text{C}$ 保持 2 min, 以 1 $^{\circ}\text{C/min}$ 升温至 60 $^{\circ}\text{C}$ 保持 5 min, 以 3 $^{\circ}\text{C/min}$ 升温至 80 $^{\circ}\text{C}$ 保持 5 min, 再以 5 $^{\circ}\text{C/min}$ 升温至 110 $^{\circ}\text{C}$ 保持 2 min; 检测器温度 250 $^{\circ}\text{C}$; 进样量 5 μL 。

2.3.3 对照品溶液的制备及线性关系的考察 精密称取异硫氰酸甲酯、异硫氰酸异丁酯以及异硫氰酸异丙酯对照品适量,分别置 25 mL 量瓶中,用乙醚定容,得质量浓度分别为 100.0、10.0、10.1 mg/mL 的对照品储备液。精密移取异硫氰酸甲酯对照品储备液 0.05、0.1、0.2、0.4、0.8、1.6、3.2 mL, 异硫氰酸异丙酯对照品储备液 0.02、0.04、0.08、0.16、0.32、0.64、1.28 mL, 异硫氰酸异丁酯对照品储备液 0.05、0.1、0.2、0.4、0.8、1.6、3.2 mL, 分别置 10 mL 量瓶中,各精密加入质量浓度为 50.0 mg/mL 的异硫氰酸丁酯内标溶液 1 mL, 乙醚定容,进样 5 μL , 在以上色谱条件下测定,记录色谱图。分别以

对照品质量浓度为横坐标 (X), 对照品峰面积与内标峰面积比值为纵坐标 (Y) 进行线性回归,得回归方程: 异硫氰酸甲酯 $Y=0.1501X-0.0667$, $r=0.9999$; 异硫氰酸异丁酯 $Y=0.2502X-0.0033$, $r=0.9991$; 异硫氰酸异丙酯 $Y=0.1912X-0.0019$, $r=0.9992$; 结果表明异硫氰酸甲酯在 0.5~32.0 mg/mL, 异硫氰酸异丙酯在 0.02~1.28 mg/mL, 异硫氰酸异丁酯在 50.5~3232 $\mu\text{g/mL}$ 线性关系良好。

2.3.4 方法学考察 异硫氰酸甲酯、异硫氰酸异丁酯以及异硫氰酸异丙酯的精密度试验 RSD 分别为 2.72%、1.03%、1.75% ($n=6$); 加样回收率试验的平均回收率分别为 97.6%、96.7%、95.9%, RSD 分别为 2.41%、3.11%、2.34% ($n=6$); 供试品溶液在 24 h 内稳定, RSD 分别为 1.94%、1.23%、2.28% ($n=6$); 重复性试验的 RSD 分别为 2.1%、1.9%、1.8% ($n=6$)。

2.3.5 样品测定 移取“2.3.1”项下供试品溶液置 2 mL 量瓶中,加入异硫氰酸丁酯内标溶液 1 mL, 乙醚定容,参照“2.3.2”项下色谱条件,GC 测定,色谱图见图 1。

2.4 炮制方法的筛选

蒸制: 称取含水量约为 0.5% (即干燥) 的刺山柑果实 100.0 g 置于沸水蒸锅中, 蒸制 30 min, 在

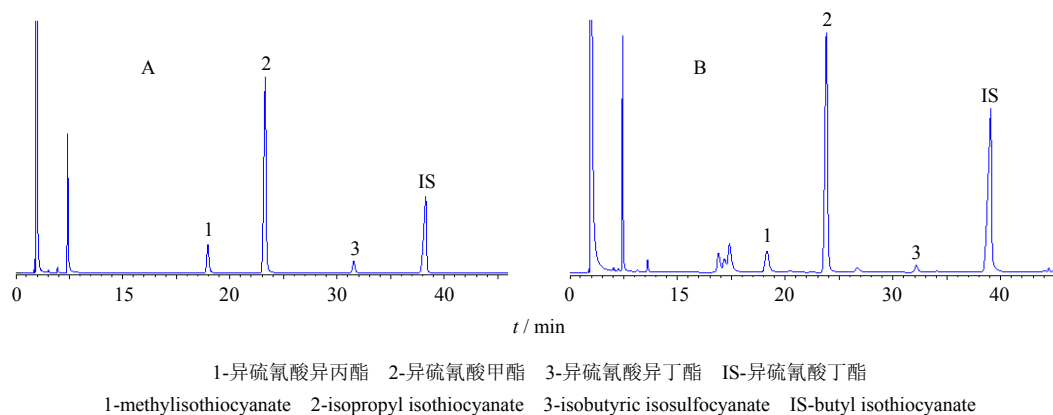


图1 混合对照品与内标混合物 (A) 及刺山柑果实中刺激性成分与内标混合物 (B) 的 GC 色谱图
Fig. 1 Gas chromatograms of mixed reference substances with IS (A) and stimulating ingredients in fruits of *C. spinosa* with IS (B)

30 $^{\circ}\text{C}$ 将其烘干至含水量低于 0.5%。

煮制: 称取干燥的刺山柑果实 100.0 g 置于 500 mL 沸水中, 煮 10 min, 在 30 $^{\circ}\text{C}$ 将其烘干至含水量低于 0.5%。

炒制: 称取干燥的刺山柑果实 100.0 g 置热锅内文火炒至有炒香味溢出, 约 20 min。

烘制: 称取干燥的刺山柑果实 100.0 g 置 70 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱内, 烘约 8 h。

参照“2.1、2.2、2.3”项下操作, 提取并测定指标成分总酚酸、总硫苷及刺激性成分异硫氰酸酯类的量, 筛选合适的刺山柑果实炮制方法。结果表明炒制较其他 3 种操作简便, 并且可以达

表1 不同炮制方法的考察结果 ($n=3$)Table 1 Investigation on different processing methods ($n=3$)

炮制方法	质量分数 / ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)		
	总酚酸	总硫苷	刺激性成分 ($\times 10^{-3}$)
生品	1.89 ± 0.06	29.12 ± 0.07	184.02 ± 4.97
蒸制	2.69 ± 0.08	19.91 ± 0.05	91.41 ± 2.47
煮制	2.05 ± 0.06	25.72 ± 0.06	90.82 ± 2.45
炒制	3.92 ± 0.12	29.92 ± 0.07	67.61 ± 1.83
烘制	1.07 ± 0.03	39.91 ± 0.09	171.01 ± 4.62

到降低刺山柑果实中刺激性成分量的目的。

2.5 炮制工艺的优化

2.5.1 药材状态的考察 称取 3 份刺山柑果实各 100 g, 选取其中 2 份分别进行粉碎 (过 60 目筛) 及切块, 将粉末、切块及完整的刺山柑果实分别炒至有炒香味溢出, 按照“2.1、2.2、2.3”项下方法测定指标成分总酚酸、总硫苷及刺激性成分异硫氰酸酯类的量, 结果见表 2。表明粉末状态的药材炒制后效果最好。

2.5.2 炒制温度的考察 称取 4 份刺山柑果实粉末各 100 g, 分别在药材温度为 40、70、100、120 °C 炒制 20 min, 按照“2.1、2.2、2.3”项下方法测定指标成分总酚酸、总硫苷及刺激性成分异硫氰酸酯类的量, 结果见表 3。可知, 在其他条件相同的情况下, 炒制时药材温度在 70~100 °C 合适。

表2 药材不同状态的炒制结果 ($n=3$)Table 2 Results of stir-frying process under different states of medicinal materials ($n=3$)

药材状态	质量分数 / ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)		
	总酚酸	总硫苷	刺激性成分 ($\times 10^{-3}$)
粉末	3.56 ± 0.11	31.21 ± 0.07	57.92 ± 1.56
切块	3.99 ± 0.12	29.62 ± 0.07	61.12 ± 1.65
完整果实	3.80 ± 0.12	28.01 ± 0.07	78.11 ± 2.11

表3 不同炒制温度的考察结果 ($n=3$)Table 3 Result of stir-frying process at different temperatures ($n=3$)

温度 / °C	质量分数 / ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)		
	总酚酸	总硫苷	刺激性成分 ($\times 10^{-3}$)
40	3.26 ± 0.10	28.62 ± 0.07	66.02 ± 1.78
70	3.69 ± 0.11	33.91 ± 0.08	56.13 ± 1.51
100	4.01 ± 0.12	35.53 ± 0.08	49.21 ± 1.32
120	2.99 ± 0.09	27.62 ± 0.07	37.52 ± 1.01

2.5.3 炒制时间的考察 称取 4 份刺山柑果实粉末各 100 g, 分别在药材温度达到较高温度 (70~100 °C) 炒制 5、15、25、35 min, 按照“2.1、2.2、2.3”项下方法测定指标成分总酚酸、总硫苷及刺激性成分异硫氰酸酯类的量, 结果见表 4。可知, 在其他条件一定时, 药材温度达到较高时炒制 25 min 后, 各成分的量基本不变。

表4 不同炒制时间的考察结果 ($n=3$)Table 4 Result of stir-frying process at different time ($n=3$)

时间 / min	质量分数 / ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)		
	总酚酸	总硫苷	刺激性成分 ($\times 10^{-3}$)
5	2.98 ± 0.10	28.61 ± 0.068	67.01 ± 1.81
15	3.25 ± 0.12	33.92 ± 0.081	61.00 ± 1.72
25	3.14 ± 0.10	35.52 ± 0.085	58.03 ± 1.52
35	3.38 ± 0.10	27.61 ± 0.066	59.01 ± 1.61

2.5.4 正交试验 在单因素试验的基础上, 以炒制时间 (A)、炒制温度 (B)、药材粉末颗粒大小 (C) 为考察因素, 以总酚酸、总硫苷、刺激性成分量的整体渴求函数 (overall desirability function, OD)^[12] 为指标, 对刺山柑果实的炒制工艺进行考察。试验设计及结果见表 5。方差分析见表 6。

$$\text{OD} = (d_1 d_2 \cdots d_k)^{1/k}$$

k 为指标数

采用 Hassan 方法进行数学转换求得渴求函数 (d) 值, 对于取值越大越好的响应 ($d_{\max}$) 和取值越小越好的响应 ($d_{\min}$), 分别按公式计算 [其中 $Y_{\max}$ 、 $Y_{\min}$ 分别是所测定值的最大值和最小值, r 为转化因素 (对于本实验, $r=1$), 用来调整渴求函数的形状]。

$$d_{\max} = [(Y_i - Y_{\min}) / (Y_{\max} - Y_{\min})]^r$$

$$d_{\min} = [(Y_i - Y_{\max}) / (Y_{\min} - Y_{\max})]^r$$

由极差可以看出, 3 个因素对 OD 值的影响大小依次为 $A > B > C$, 从均值数列可以得到刺山柑果实的最佳炒制工艺为 $A_2B_2C_3$, 即选用过 40~50 目筛的刺山柑果实粉末, 药材温度达到 80 °C 炒制 15 min。从方差分析表可知, 3 个因素中 A 因素 (炒制时间) 对 OD 值在 $P < 0.01$ 水平上具有显著性影响, B 因素 (炒制温度) 对 OD 值在 $P < 0.05$ 水平上有显著性影响, C 因素 (药材粉末颗粒大小) 对 OD 值则无明显影响。

2.5.5 最佳工艺验证试验 准确称取过 40~50 目筛的刺山柑果实粉末 100.0 g, 在药材温度为 80 °C

表5 $L_9(3^4)$ 正交试验设计与结果 ($n=3$)Table 5 Design and results of $L_9(3^4)$ orthogonal test ($n=3$)

试验号	A / min	B / °C	C / 目	D (误差)	质量分数 / ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)			<i>d</i>			OD 值
					总酚酸	总硫苷	刺激性成分	总酚酸	总硫苷	刺激性成分	
1	5 (1)	60 (1)	20~30 (1)	(1)	2.92	27.93	0.088	0	0.590 7	0.438 5	0
2	5 (1)	80 (2)	30~40 (2)	(2)	4.11	13.91	0.150	0.274 6	0	1.000 0	0
3	5 (1)	100 (3)	40~50 (3)	(3)	5.69	36.45	0.010	0.641 6	0.949 3	0	0
4	15 (2)	60 (1)	30~40 (2)	(3)	5.37	21.62	0.119	0.566 5	0.324 9	0.224 2	0.345 6
5	15 (2)	80 (2)	40~50 (3)	(1)	6.66	29.57	0.089	0.866 4	0.659 5	0.434 5	0.628 5
6	15 (2)	100 (3)	20~30 (1)	(2)	7.24	37.65	0.141	1.000 0	1.000 0	0.058 1	0.387 2
7	25 (3)	60 (1)	40~50 (3)	(2)	4.11	33.04	0.089	0.274 6	0.805 9	0.433 5	0.457 8
8	25 (3)	80 (2)	20~30 (1)	(3)	5.09	33.34	0.093	0.501 9	0.818 6	0.405 4	0.550 2
9	25 (3)	100 (3)	30~40 (2)	(1)	6.65	30.94	0.074	0.864 3	0.717 3	0.541 0	0.335 4
K_1	0.000	0.268	0.312	0.321							
K_2	0.454	0.393	0.227	0.282							
K_3	0.448	0.241	0.362	0.299							
<i>R</i>	0.454	0.152	0.135	0.039							

表6 方差分析

Table 6 Analysis of variance

方差来源	偏差平方和	自由度	<i>F</i> 值	显著性
A	0.406	2	203.000	$P<0.01$
B	0.039	2	19.500	$P<0.05$
C	0.028	2	14.000	
D (误差)	0.01	2		

$$F_{0.05}(2, 2)=19.00 \quad F_{0.01}(2, 2)=99.00$$

下炒制 15 min, 按照“2.1、2.2、2.3”项下方法测定指标成分总酚酸、总硫苷及刺激性成分异硫氰酸酯类的量, 结果见表 7。验证结果表明, 按照该工艺方法炒制的刺山柑果实, 总硫苷及总酚酸的量稳定并有效地降低了刺激性成分异硫氰酸酯类的量, 验证了正交试验结果的准确性及所选工艺参数的合理性。

3 讨论

3.1 指标成分的选择

Ageel 等^[13]研究发现刺山柑醇提物不但可以抑制角叉菜胶诱导的大鼠足跖肿胀, 而且具有解热镇

痛的作用。本课题组通过对该植物化学成分进行研究^[14], 并参考国内外相关文献报道^[6-7,15], 选择了总酚酸及总硫苷的量作为化学评价指标。在实验研究过程中发现, 药效学指标反映出化学指标的量与其抗炎镇痛作用效果成正比^[16]。而刺山柑果实外敷用于治疗风湿性关节炎等时, 会引起以接触性皮炎为主的临床不良反应。经过分析, 该刺激性是由具有强烈刺激性的辛辣味和特殊的香辛味^[17]的异硫氰酸酯类引起。因此, 为达到提高药效并降低刺激性的目的, 本实验同时选择异硫氰酸甲酯、异硫氰酸异丙酯及异硫氰酸异丁酯的量越小越好, 总酚酸及总硫苷的量越大越好为评价指标。

3.2 炮制方法的选择

中药通过炮制后, 可以降低毒性或副作用, 解决其疗效好但副作用大、临床应用不安全等问题。方法包括炒法、蒸法、煮法及炙法等。由于本实验选用刺山柑果实的醇提有效部位, 因此醋及酒炙方法在降低毒性的同时对有效成分也有一定影响。而刺山柑果实中含有苷类成分, 该类常选用炒、蒸、烘等方法破坏或抑制酶的活性, 以保证免受酶解, 保存药效^[18]。通过查阅相关文献^[19-20], 本实验选用操作简便的蒸法、煮法、炒法及烘法。

3.3 数据分析

正交试验部分由于选择较多指标进行评价, 为了使综合评价结果更准确、客观, 本实验选用渴求函数处理数据, 从而达到整体指标均衡的优化效果。

表7 验证试验结果 ($n=3$)Table 7 Results of verification ($n=3$)

批号	质量分数 / ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)		
	总酚酸	总硫苷	刺激性成分 ($\times 10^{-3}$)
111120	4.07±0.12	40.71±0.10	49.12±1.33
111121	3.68±0.11	36.11±0.09	57.32±1.55
111122	3.94±0.12	38.92±0.09	55.23±1.49

参考文献

- [1] 张立运, 海 鹰. 《新疆植被及其利用》专著中未曾记载的植物群落类型 I. 荒漠植物群落类型 [J]. 干旱区地理, 2002, 25(1): 84-89.
- [2] 罗 俊, 谢 阳. 维药刺山柑果治疗痛风风湿病 15 例 [J]. 中国民族医药杂志, 1999, 5(2): 3.
- [3] Özcan M, Äkgil A. Influence of species, harvest date and size on composition of capers (*Capparis spinosa* L.) flower buds [J]. *Nahrung*, 1998, 42(2): 102-105.
- [4] Afsharypuor S, Jeiran K, Jazy A A. First investigation of the flavour profiles of the leaf, ripe fruit and root of *Capparis spinosa* var. *mucronifolia* from Iran [J]. *Pharm Acta Helv*, 1998, 72(5): 307-309.
- [5] 李云秋, 冯育林, 杨世林, 等. 刺山柑化学成分的研究 [J]. 中草药, 2007, 38(4): 510-512.
- [6] 姜丽娟, 美丽万•阿不都热依木, 阿吉艾克拜尔•艾萨. 维药老鼠瓜中主要硫苷的提取及抗风湿作用 [J]. 中国医药导报, 2008, 5(6): 34-35.
- [7] al-Said M S, Abdelsattar E A, Khalifa S I, *et al.* Isolation and identification of an anti-inflammatory principle from *Capparis spinosa* [J]. *Pharmazie*, 1988, 43(9): 640-641.
- [8] 柴 荔, 赵巧荣, 葛 平. 野西瓜致接触性皮炎 2 例 [J]. 临床皮肤科杂志, 2002, 31(7): 437.
- [9] 单文俊, 丁玉庆, 谢举峰. 外用野西瓜致接触性皮炎 1 例 [J]. 实用医学杂志, 2005, 21(9): 982.
- [10] 崔九成, 范少敏. 炮制与药物的毒性 [J]. 陕西中医学院学报, 1999, 22(4): 37-39.
- [11] 张 华, 朱晓薇, 王新春, 等. 比色法测定刺山柑巴布剂总酚酸含量 [J]. 西北药学杂志, 2011, 26(2): 109-110.
- [12] 汪冬庚, 刘文英. Doehlert 设计矩阵及其在药学中的应用 [J]. 药学进展, 2005, 29(11): 497-502.
- [13] Ageel A M, Parmar N S, Nossaj S. Anti-inflammatory activity of some Saudi Arabian medicinal plants [J]. *Agents Actions*, 1986, 17(3/4): 383-384.
- [14] 张银铃, 陈 文, 彭雪芹, 等. 维药波里克果果实化学成分初步鉴定 [J]. 石河子大学学报: 自然科学版, 2007, 25(4): 481-483.
- [15] 敖明章, 高莹莹, 余龙江. 刺山柑化学成分及其药理活性研究进展 [J]. 中草药, 2007, 38(3): 463-467.
- [16] 张 华, 朱晓薇, 甘永祥, 等. 不同提取方法对槲果藤指标成分及主要药效的影响 [J]. 中成药, 2010, 32(2): 298-300.
- [17] 余晓琴, 张丽平. 山葵风味物质—异硫氰酸酯 [J]. 中国食品添加剂, 2007(5): 71-76.
- [18] 龚千峰. 中药炮制学 [M]. 北京: 中国中医药出版社, 2003.
- [19] 刘 强, 张 璐, 易延遼, 等. 炒制对白芥子挥发油成分的影响 [J]. 中成药, 2007, 29(10): 1473-1475.
- [20] 梁 燕, 赖庆水, 刘 强. 炒制对白芥子中芥子碱硫氰酸盐含量的影响 [J]. 南京医科大学学报, 2007, 27(10): 1579-1580.