

李振凯, 犹 卫, 王贺瑾, 等. 不同干燥方法对银柴胡浸出物及甾醇成分的影响[J]. 江苏农业学报, 2019, 35(4): 1006-1008.
doi: 10.3969/j.issn.1000-4440.2019.04.036

不同干燥方法对银柴胡浸出物及甾醇成分的影响

李振凯^{1,2}, 犹 卫^{3,4}, 王贺瑾¹, 王 红¹, 雷 燕¹, 梁旺利¹, 彭 励^{1,2,4}

(1. 宁夏大学生命科学学院, 宁夏 银川 750021; 2. 西部特色生物资源保护与开发利用教育部重点实验室, 宁夏 银川 750021;
3. 宁夏大学化学化工学院, 宁夏 银川 750021; 4. 宁夏天然药物工程技术中心, 宁夏 银川 750021)

关键词: 银柴胡; 干燥方法; 浸出物; 甾醇; β -谷甾醇; 总甾醇

中图分类号: R282.4 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-4440(2019)04-1006-03

Effects of different drying methods on extract and sterol composition of *Stellaria dichotoma* var. *lanceolata*

LI Zhen-kai^{1,2}, YOU Wei^{3,4}, WANG He-jin¹, WANG Hong¹, LEI Yan¹, LIANG Wang-li¹,
PENG Li^{1,2,4}

(1. School of Life Sciences, Ningxia University, Yinchuan 750021, China; 2. Key Lab of Ministry of Education for Protection and Utilization of Special Biological Resources in Western China, Yinchuan 750021, China; 3. Institute of Chemical Engineering, Ningxia University, Yinchuan 750021, China; 4. Ningxia Summer Pharmaceutical Engineering Technology Center, Yinchuan 750021, China)

Key words: *Stellaria dichotoma* var. *lanceolata*; drying method; extract; stigmasterol; beta-sitosterol; total sterol

在中药产业中,产地加工是保障药材质量的关键环节之一^[1]。干燥具有防止霉变、色变,便于运输和贮藏的作用,是绝大多数中药材产地加工的重要环节,同时也是影响中药材品质的重要因素^[2]。

中药银柴胡为石竹科繁缕属植物银柴胡(*Stellaria dichotoma* L. var. *lanceolata* Bge.)的干燥根,具有清虚热、除疳热的功效^[3-4],并且在现代医学研究中,其抗炎、抗过敏、抗氧化等药用作用不断被开发^[5-7]。据调研,银柴胡产地干燥方法多以自然干燥为主,但其种植规模不断扩大,秋季采收后干燥所需时间较长,易受降雨、霜冻等天气条件影响而引起发霉或冻后“爆皮”等质量问题。因此,热风干燥法逐渐应用于银柴胡的产地干燥,极大提高了银柴胡的干燥效率,但关于

其对银柴胡有效成分是否有影响的研究较少。

本研究拟选取宁夏同心县3至4年生银柴胡为试验材料,分别对晒干、阴干和热风烘干处理银柴胡样品的浸出物含量进行测定,利用UPLC-ELSD技术同时测定甾醇和 β -谷甾醇的含量,并结合总甾醇含量测定结果,比较3种产地干燥方法对银柴胡质量的影响,以期银柴胡产地干燥方法的选择提供依据。

1 材料与方法

1.1 仪器

本研究主要采用的仪器包括DGU-20A3R高效液相色谱仪(岛津公司产品)、蒸发光散射检测器(岛津公司产品)、Supelco C18色谱柱(250.0 mm×4.6 mm, 5.0 μ m)、紫外-可见分光光度计(普析通用仪器有限责任公司产品)、KQ5200DE型数控超声波清洗器(超声仪器有限公司产品)、CJH-3A多层并联穿流式中药材烘干机(银川诚净和机械设备有限公司产品)等。

1.2 材料

新鲜银柴胡(3至4年生)采自宁夏同心县预旺镇银柴胡种植基地,经彭励教授鉴定为石竹科繁缕属植物银柴胡。

收稿日期: 2019-05-27

基金项目: 宁夏科技厅重点研发计划项目(021604080038); 宁夏大学2019年研究生创新项目(GIP2019066)

作者简介: 李振凯(1994-),男,山东潍坊人,硕士研究生,主要从事药用植物资源开发与利用研究。(Tel) 18195138790; (E-mail) lzk0530@163.com

通讯作者: 彭 励, (Tel) 13709575740; (E-mail) pengli1124@nxu.edu.cn

豆甾醇、 β -谷甾醇和 α -菠甾醇对照品纯度为98%,甲醇为色谱纯,氯仿、冰醋酸、高氯酸等试剂均为分析纯。

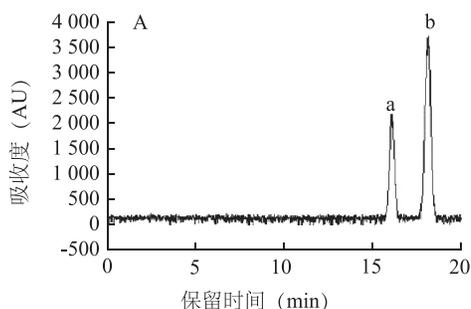
1.3 测定方法

1.3.1 样品处理 将采集的银柴胡鲜样洗净后分为自然干燥组和热风干燥组,前者进一步分为晒干组和阴干组,后者进行热风干燥,温度设定为60℃,每个处理设3个重复。晒干组和阴干组每隔1d测定样品质量,计算失水量,热风干燥组每隔2h测一次样品质量,计算失水量,待物料失水量恒定时停止干燥,记录干燥时间,计算折干率。样品置于自封袋中避光保存。

1.3.2 浸出物含量测定 参照文献[4]的冷浸法测定浸出物含量。

1.3.3 豆甾醇、 β -谷甾醇含量测定 对照品溶液的配制:称取4mg豆甾醇和10mg β -谷甾醇对照品,置于10ml容量瓶中,用甲醇溶解并定容,制成豆甾醇质量浓度为400mg/L, β -谷甾醇质量浓度为1000mg/L的对照品溶液,于低温避光处保存,备用。

供试品溶液的制备:称取10g银柴胡粉末,置于150ml



A: 豆甾醇、 β -谷甾醇对照品; B: 银柴胡样品; a: 豆甾醇; b: β -谷甾醇。

图1 豆甾醇、 β -谷甾醇的色谱图

Fig.1 Chromatography of stigmasterol and beta-sitosterol

2.1.2 线性关系 将对照品溶液稀释5倍制成母液,在母液基础上配置豆甾醇和 β -谷甾醇5个质量浓度梯度的混合标样,测定色谱峰面积。以溶液质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,得到豆甾醇和 β -谷甾醇的线性回归方程。结果表明,豆甾醇质量浓度为86~281mg/L, β -谷甾醇质量浓度为35~113mg/L时呈现良好的线性关系。

2.1.3 精密度 精密量取豆甾醇和 β -谷甾醇混合对照品溶液6份,各20 μ l,分别进样,测定峰面积,每份样品重复3次,测得豆甾醇和 β -谷甾醇的相对标准差(RSD)值分别为0.96%和0.94%。说明仪器的精密度良好。

2.1.4 重复性 精密称取银柴胡药材粉末10g,共5份,测定样品中豆甾醇和 β -谷甾醇的平均含量分别为0.10%和0.26%,RSD值分别为1.60%和1.40%,表明该方法的重复性较好。

2.1.5 稳定性 精密量取供试溶液,分别在0h、2h、4h、8

锥形瓶中,用50ml氯仿分别超声提取2次(100Hz,30℃),每次30min,合并提取液,抽滤,将滤液置于旋转蒸发器中低温蒸干,再溶解于20ml甲醇中,微孔滤膜过滤,即获得待测样品溶液。

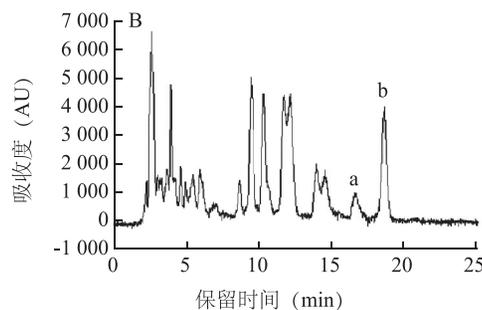
色谱条件:色谱柱为Supelco C18柱(250.0mm \times 4.6mm,5.0 μ m),流动相为甲醇:水(98:2,体积比),流速1ml/min,进样量20 μ l,柱温40℃,漂移管温度70℃,载气压力350kPa。

1.3.4 总甾醇含量测定 参照文献[8]的方法,以 α -菠甾醇为对照品,在546nm波长处测定样品吸光度值,计算不同干燥方法处理的银柴胡的总甾醇含量。

2 结果与分析

2.1 豆甾醇和 β -谷甾醇测定方法

2.1.1 系统适应性 图1显示,豆甾醇对照品峰的保留时间为16.212min(峰a),理论塔板数7300, β -谷甾醇对照品峰的保留时间为18.212min(峰b),理论塔板数9600,2种成分的色谱峰分离度均大于1.5,表明系统适应性良好。



h、12h、24h各进样20 μ l,测得豆甾醇和 β -谷甾醇含量的RSD值分别为2.1%和2.3%,表明供试溶液在24h内性质稳定。

2.1.6 加样回收率 精密称取已知含量的银柴胡粉末10g,共3份,计算豆甾醇和 β -谷甾醇的回收率分别为98.1%和99.0%,RSD值分别为2.1%和2.2%,表明回收率良好。

2.2 干燥时间、折干率和含水量

不同干燥方法所需干燥时间不同,晒干和阴干所需时间分别为12~18d和20~23d,热风干燥仅需要16~20h。3种干燥方法处理下银柴胡的折干率和含水量分别为29.828%~30.652%和4.642%~4.852%。

2.3 浸出物、豆甾醇、 β -谷甾醇以及总甾醇含量

晒干法、阴干法和热风干燥法处理下,银柴胡药材中浸出物含量分别为28.377%、28.437%和27.461%,各处理间的差异不显著。晒干处理下银柴胡豆甾醇、 β -谷甾醇和总甾

醇含量分别为 0.033%、0.021% 和 0.573%，阴干处理下银柴胡中豆甾醇、 β -谷甾醇和总甾醇含量分别为 0.030%、0.023% 和 0.601%，晒干和阴干处理间各成分差异不显著。热风干燥处理下银柴胡的豆甾醇含量为 0.044%， β -谷甾醇含量和总甾醇含量分别为 0.015% 和 0.483%，各成分均与晒干、阴干处理存在显著差异。

3 讨论

根据《中华人民共和国药典》(2015版)的质量要求,银柴胡浸出物含量不得少于 20%^[4]。对传统的自然干燥法和热风干燥法药材中的浸出物含量进行比较,结果表明 3 种方法处理下的浸出物含量均大于 20%,符合规定,且无显著差异。

银柴胡是中国传统的清虚热良药,而甾醇类成分被认为是银柴胡清虚热的主要成分^[9]。有学者指出豆甾醇、 β -谷甾醇、 α -波甾醇、豆甾-7-烯醇是银柴胡中主要的甾醇类物质^[10-12],其中豆甾醇、 β -谷甾醇已被证实具有明显的降胆固醇、消炎、退热等疗效^[13]。本研究结果表明,干燥方法对甾醇类的影响比较复杂,不同方法的使用不仅会引起总甾醇含量的变化,也引起了豆甾醇和 β -谷甾醇含量的变化。与自然干燥法相比,热风干燥法会使银柴胡的 β -谷甾醇含量和总甾醇含量降低,豆甾醇含量升高,说明当采用的干燥方法不同时,银柴胡中甾醇类成分的含量也不同,因此应该重视银柴胡药材干燥方法的选择。

参考文献:

[1] 杨俊杰,张振凌.中药材产地加工与道地药材相关性研究[J].

时珍国医国药,2006(5):676-677.

- [2] 饶伟文,周文杰.中药产地加工规范化研究进展[J].中国中医药信息杂志,2012,19(2):106-109.
- [3] 方文培,张泽荣.中国植物志:第26卷[M].北京:科学出版社,2004.
- [4] 国家药典委员会.中华人民共和国药典(2015版)[S].北京:中国医药科技出版社,2015.
- [5] 曹芳.银柴胡化学成分的研究[J].中药材,2017,40(10):2351-2353.
- [6] 熬亮,李静,刘宇宏.银柴胡化学成分及其抗炎活性[J].中成药,2018,40(5):1106-1109.
- [7] 于凯强,焦连魁,任树勇,等.中药银柴胡的研究进展[J].中国现代中药,2015,17(11):1223-1229.
- [8] 张学良,赵德华,张文懿,等.银柴胡中总甾醇含量测定的方法学研究[J].宁夏医学杂志,2012,34(2):126-127.
- [9] 周重楚,孙晓波,刘建勇,等. α -菠菜甾醇的抗炎作用[J].药学学报,1985,20(4):257-261.
- [10] 邢世瑞,王英华,段金殿,等.银柴胡栽培技术及质量研究[M].银川:宁夏人民出版社,1991:40-58.
- [11] 陈英杰,刘明生,王英华,等.银柴胡化学成分的研究[J].中国药物化学杂志,1990(1):73-74.
- [12] 刘明生,陈英杰,王英华,等.野生银柴胡甾醇类成分研究[J].沈阳药学院学报,1993(2):134-135.
- [13] 薛延团,张晓凤,张得钧.植物甾醇降血脂作用的研究进展[J].华西药学杂志,2019,34(1):92-97.

(责任编辑:王妮)