

## 岭南特色炮制对薏苡仁质量影响的研究

**【摘要】**目的：探究岭南特色炮制对薏苡仁质量的影响。方法：参照《中国药典》2020年版(一部)要求对薏苡仁生品、普通炒制品、先蒸后炒品（岭南特色炮制品）的性状特征、水分、浸出物等指标进行分析，并做薄层色谱定性鉴别，采用 HPLC 法测定薏苡仁中甘油三油酸酯的含量。结果：三种样品的薄层鉴别色谱中与对照品相对应的位置都显出一致的斑点，表明三者都具有薏苡仁的定性鉴别特征。三种样品的水分检查均符合药典标准，其中先蒸后炒品水分含量最低。浸出物检查符合药典规定的标准，炮制后浸出物含量均有所提高。甘油三油酸酯含量测定上，普通炒制品与先蒸后炒品较生品均略有升高。结论：薏苡仁经岭南特色炮制法制备后，在潮湿环境中更易储存，且有效成分含量增加。

**【关键词】** 薏苡仁；甘油三油酸酯；高效液相色谱法

# Study on the Effect of Lingnan Characteristic Processing on the Quality of Coix Seed

**[Abstract]** **Objective** : To explore the effect of Lingnan characteristic processing on the quality of coix seed. **Methods** : According to the requirements of ' Chinese Pharmacopoeia ' 2020 edition ( part I ), the characteristics, water content and extract of crude coix seed, ordinary stir-fried products and stir-fried products after steaming ( Lingnan characteristic processed products ) were analyzed, and thin layer chromatography was used for qualitative identification. The content of glycerol trioleate in coix seed was determined by HPLC. **Results** : The positions corresponding to the reference substances in the TLC of the three samples showed consistent spots, indicating that the three had the qualitative identification characteristics of coix seed. The moisture inspection of the three samples all met the pharmacopoeia standards, and the moisture content of the first steamed and then fried product was the lowest. The extract examination met the standards specified in the pharmacopoeia, and the extract content was increased after processing. In the determination of glycerol trioleate content, the ordinary fried products and the fried products after steaming were slightly higher than the raw products. **Conclusion** : After the preparation of coix seed by Lingnan characteristic processing method, it is easier to store in a humid environment and the content of active ingredients increases.

**[Keywords]** jobstears seed triolein High Performance Liquid Chromatography

# 目 录

1 前言 .....	1
2 材料与仪器 .....	3
2.1 实验溶剂及样品 .....	3
2.2 实验仪器 .....	3
3 实验方法 .....	5
3.1 薏苡仁样品的制备 .....	5
3.2 薏苡仁样品的性状鉴别比较 .....	5
3.3 薏苡仁样品鉴别（薄层色谱法） .....	5
3.4 检查 .....	6
3.4.1 水分检查 .....	6
3.4.2 浸出物检查 .....	6
3.5 HPLC 法测定薏苡仁的含量 .....	7
3.5.1 有效成分的提取（供试品溶液的制备） .....	7
3.5.2 对照品溶液的制备 .....	7
3.5.3 色谱条件 .....	7
3.5.4 方法学考察 .....	7
4 实验结果 .....	8
4.1 性状鉴别 .....	8
4.2 薄层鉴别 .....	8
4.3 检查 .....	10
4.3.1 水分检查 .....	10
4.3.2 浸出物检查 .....	11
4.4 含量测定 .....	12
4.4.1 甘油三油酸酯的测定 .....	12
4.4.2 方法学考察 .....	13
5 讨论 .....	15

5.1 性状鉴别 .....	15
5.2 薄层鉴别 .....	15
5.3 水分检查 .....	15
5.4 浸出物与有效成分含量测定 .....	16
5.4 结论 .....	18
参考文献 .....	19
致谢 .....	21
附录 .....	22

# 1 前言

薏苡仁是禾本科植物薏米 *Coix lacryma-jobi* L.var.*mayuen*(Roman.) Stapf 的干燥成熟种仁 Error! Reference source not found.。薏苡仁含有的薏苡仁多糖和薏苡仁油等成分可增强机体免疫力，有利于提高患者在治疗过程中的抵抗能力 Error! Reference source not found.。作为利水渗湿药，薏苡仁在新冠肺炎的早期轻症治疗中属于高频次应用中药之一。作为药食两用品种，薏苡仁既有广泛的药理作用，也有很高的营养价值。国内外的研究较多地集中在对其药理作用的研究上，如薏苡仁的主要成分制成的康莱特注射液，临床研究表明其联合化疗能够稳定患者的病情，缓解患者的病痛 Error! Reference source not found.。从薏苡仁能促进病毒性皮肤感染的自发消退的角度出发，研究薏苡仁对人体免疫功能的作用 Error! Reference source not found.。重视薏苡仁的应用，有利于人体的健康发展。

药物的炮制是根据辨证论治的需要出现的，薏苡仁的炮制以炒法居多，包括清炒，各种辅料炒如盐炒，土炒，麸炒，姜汁炒等，还有蒸后干燥炒法。关于薏苡仁蒸制的这一炮制方法的历史记载，根据查阅资料分为两个方面，一方面，蒸制是古代薏苡仁得到种仁的方式之一，学者经过考证认为现代先蒸后炒的薏苡仁可能是延续了古代的炮制方法，即古代的薏苡仁炒制前可能经过蒸制处理 Error! Reference source not found.。

另一方面，岭南中医根据当地人的体质创新出许多中药的炮制方法并流传了下来，广泛应用于民间。蒸制是岭南特色炮制方法，查阅文献发现，从品种上数目上看，2020 版《中国药典》记载的蒸制品种数目为 25 种，南方省市的炮制规范如广东，广西收载的品种较多，分别为 43 种和 48 种，为收载蒸制品较多的省份。从地理位置及当地人的身体状况等因素分析，岭南以广东地区为主体，年平均相对湿度在 75%以上，温度又较高，环境影响人的身体素质，岭南人体质湿热偏盛，临床用药为了避免祛湿伤阴，常将药物蒸制后入药。故蒸制是岭南地区最具特色，应用最广泛的一种炮制方法 Error! Reference source not found.。由此衍生出许多独具特色的中药饮片，如蒸陈皮，发酵蒸制枳实，四制艾叶，熟党参等。在其他地区直接使用生品的品种，在岭南地区也可以将其蒸制后入药使用，如白术，五味子，黄精，巴戟天，肉苁蓉，杜仲等。肉苁蓉蒸制后入药可缓和药性，研究认为肉苁

蓉蒸制后可使成分含量发生改变，其主要成分中的松果菊苷，毛蕊花糖苷等含有的酯键断裂后含量降低；肉苁蓉苷 A 含量升高，可能是在环境影响下有其他成分转化而来 Error! Reference source not found.

。崔晓雯等通过实验对党参和熟党参的 HPLC 指纹图谱，结果显示两种样品的图谱中峰的形状相似，党参的组分没有发生明显变化，比较两者的主要成分含量，发现党参熟品的成分含量呈下降趋势 Error! Reference source not found.。

其中薏苡仁经过蒸制后炒制，称为炒薏苡仁，为了更好地区分实验中的炮制品种，本实验将其命名为先蒸后炒品，从而与普通炒制品区分。薏苡仁先蒸后炒品是《广东省中药炮制规范》1984 年版收录的炮制品种。它经过蒸制后再用中火进行炒制，目前对其研究较少，对其炮制前后甘油三油酸酯的含量对比研究也较少，本研究将通过实验对比薏苡仁生品，普通炒制品及先蒸后炒品的区别，探究岭南特色炮制对薏苡仁质量的影响，有利于岭南炮制文化的传承发展，期望推动薏苡仁特色饮片的发展，扩大薏苡仁的应用，为临床用药提供实验依据。

## 2 材料与仪器

### 2.1 实验溶剂及样品

表 1 实验用溶剂及样品信息

名称	批号	生产商	级别
乙腈	20230102001	赛孚瑞化工邯郸有限公司	色谱纯
二氯甲烷	2022122801	天津市科密欧化学试剂有限公司	色谱纯
丙酮	B2301291	西陇科学股份有限公司	分析纯
冰醋酸	2022090101	天津市北联精细化学品开发有限公司	分析纯
环己烷	2017082501	广东光华科技股份有限公司	分析纯
石油醚（60~90）	2022112401	天津市百世化工有限公司	分析纯
乙酸乙酯	2023022701	天津市科密欧化学试剂有限公司	分析纯
乙醚	2302017	西陇科学股份有限公司	分析纯
薏苡仁对照药材	121254-202105	中国食品药品检定研究院	-
薏苡仁油对照提取物	111750-202104	中国食品药品检定研究院	-
甘油三油酸酯对照品	111692-202208	中国食品药品检定研究院	-

薏苡仁（五个批次，分别是 202303075，202303076，202303077，202303078，及 202303079），均由具备饮片生产资格的单位国药集团冯了性（佛山）药材饮片有限公司提供。

### 2.2 实验仪器

表 2 实验仪器信息

名称	仪器编号	生产商
高效液相色谱仪	RIGOL L-3000	-
超声波清洗器	8.9.2.048	昆山市超声仪器有限公司

续表 2.1 实验仪器信息

名称	仪器编号	生产商
电热鼓风干燥箱	8.9.2.074	天津市泰斯特仪器有限公司
电热恒温水浴锅	8.9.2.039	天津市泰斯特仪器有限公司
电子天平	8.9.2.090	梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司
多功能粉碎机	8.9.2.126	天津市泰斯特仪器有限公司
数控薄层色谱加热器	8.9.2.116	上海科哲生化科技有限公司
超纯水系统	8.9.2.049	广州东锐科技有限公司
暗箱式紫外投射仪	8.9.2.029	上海宝山顾村电光仪器厂
硅胶 G 薄层板	20220907	青岛海洋化工有限公司

## 3 实验方法

### 3.1 薏苡仁样品的制备

薏苡仁普通炒制品的制备步骤：将薏苡仁大小分档，挑出碎壳或杂质，弃去表面有虫蛀的颗粒，得到净薏苡仁。将炒制容器提前用中火预热，将掌心置锅面上方约 10cm 处，感觉掌心热感强烈时，将经过挑选洗净后的薏苡仁约 200g 倒入，不断用铲子翻炒，炒至表面呈微黄色，略有焦斑和突起，即可关火取出，晾凉。

薏苡仁先蒸后炒制品的制备步骤：参照《广东省中药炮制规范》1984 年版，具体参数参考学者对本炮制工艺的优化实验 Error! Reference source not found.。取净薏苡仁约 200g，提前用清水浸泡约 3 个小时，隔水蒸，水烧开后开始计时，蒸至熟透，取出，置 60 度烘箱中干燥，即为蒸薏苡仁。取蒸薏苡仁约 200g，同上述操作，炒至表面黄色，略有焦斑和突起，略有膨胀，有焦香气，取出，晾凉。

### 3.2 薏苡仁样品的性状鉴别比较

根据炮制结果比较分析三种薏苡仁样品即生品，普通炒制品，先蒸后炒品的区别，包括形状，表面，质地，气味，大小等因素。

### 3.3 薏苡仁样品鉴别（薄层色谱法）

为了丰富实验内容，利用不同极性的展开剂对薏苡仁进行鉴别，寻求操作简便，重复性好，能够得到清晰的图谱的最佳方法，因此，本实验采用三种方法对薏苡仁进行薄层定性鉴别。

方法一：

供试品溶液的制备：精密称取样品粉末 1g，加入石油醚（60~90℃）30ml，超声处理 30 分钟，滤过即得。

对照品溶液的制备：精密称取薏苡仁油对照提取物 0.02g，精密加入石油醚（60~90℃）溶液 10ml，制成浓度为 2mg/ml 的对照品溶液，即得。

点样与展开: 用毛细管吸取溶液后按顺序均匀点在同一硅胶 G 薄层板上, 提前按比例配制好展开剂: 石油醚 (60~90℃)-乙醚-冰醋酸 (83:17:1), 将点好样的薄层板与展开剂放入层析缸中预饱和后展开并晾干, 均匀喷洒 5%香草醛硫酸溶液, 在 105℃加热至斑点显色清晰。

方法二:

供试品溶液的制备: 使用方法一中制备的供试品溶液。

对照品溶液的制备: 由薏苡仁对照药材加入石油醚 (60~90℃) 超声处理制得, 步骤同供试品溶液的制备。

点样与展开: 步骤同方法一, 使用不同的展开剂: 环己烷-丙酮-冰醋酸 (10:3:0.1); 使用不同的显色剂: 磷钼酸试液。

方法三:

供试品溶液的制备: 步骤同方法一, 但将得到的滤液浓缩蒸干, 使用时加入石油醚 (60~90℃) 溶解即得。

对照品溶液的制备: 步骤同方法二, 但将得到的滤液浓缩蒸干, 使用时加入石油醚 (60~90℃) 溶解即得。

点样与展开: 步骤同方法一, 使用不同的展开剂: 石油醚 (60~90℃)-乙酸乙酯-冰醋酸 (10:3:0.1), 无需喷洒显色剂, 晾干后置紫外灯 (365nm) 下检视。

## 3.4 检查

### 3.4.1 水分检查

按照《中国药典》2020 年版通则水分检查法中的第二法即烘干法进行检测。将精密称量好的样品粉末放置在称量瓶中后, 105 度烘箱中干燥 6 个小时后冷却称重。比较各样品的水分变化, 分析炮制对薏苡仁水分的影响。

### 3.4.2 浸出物检查

按照《中国药典》2020 年版通则水溶性浸出物测定法中的热浸法检测。将精密称定的样品粉末加热回流提取后蒸干, 再在 105 度烘箱中干燥 3 个小时后冷却称重。浸出物检查也是评价薏苡仁质量优劣的一种方式。

## 3.5 HPLC 法测定薏苡仁的含量

### 3.5.1 有效成分的提取（供试品溶液的制备）

超声提取法：精密称定过三号筛的样品粉末 0.6g 后，精密加入提前配制好的流动相乙腈-二氯甲烷（65:35）50ml，超声处理 30min，利用 0.45um 微孔滤膜滤过后装入液相瓶，等待进样检测。

### 3.5.2 对照品溶液的制备

精密称取甘油三油酸酯对照品，精密加入提前配制好的流动相溶液。最终得到浓度为 0.14mg/ml 的对照品溶液。

### 3.5.3 色谱条件

表 3 实验使用的色谱条件具体参数

条件	具体参数
色谱柱	Supperfex JX-C18 (250*4.5mm.5um)
流动相	乙腈-二氯甲烷 (65:35)
流速	流速 1ml/min
检测器	蒸发光散射检测器
检测器参数	漂移管温度为 70 度，氮气流速为 1.5L/min
柱温	30 度
进样量	5ul, 10ul

### 3.5.4 方法学考察

精密度试验 将甘油三油酸酯对照品连续进样六次，对比各共有峰保留时间，测定峰面积，计算 RSD 值。

线性试验：使用甘油三油酸酯对照品，进样五次，体积分别为 5,10,15,20,25ul，得出峰面积结果，利用峰面积及进样量的对数值绘制曲线。

加样回收率试验 精密称取已知含量的薏苡仁样品 6 份，每份约 0.3g，分别精密加入对照品溶液适量，制备 6 份供试品溶液，分别进样，测定甘油三油酸酯

的含量，计算回收率。

## 4 实验结果

### 4.1 性状鉴别

炮制后得到三种性状的薏苡仁，分别是生品，普通炒制品和先蒸后炒品，具体性状对比（见图1，表4）：



图1 薏苡仁生品、普通炒制品、先蒸后炒品

表4 三种样品的性状对比结果

项目	生品	普通炒制品	先蒸后炒品
形状	宽卵形或长椭圆形	宽卵形或长椭圆形	宽卵形或长椭圆形
表面	表面乳白色，光滑，一端钝圆，另端较宽而微凹，有1淡棕色点状种脐；背面圆凸，腹面有1条较宽而深的纵沟	表面微黄色，表面有有疣点状突起	表面焦黄色，部分表面有膨胀鼓起，形似爆米花，未膨胀鼓起的表面有点状突起
质地	质坚实	质坚实	质脆
大小	长4~8mm，宽3~6mm	与生品一般大小	较生品略有膨胀
气味	气微	有焦香气	有焦香气
粉末	淡类白色	黄白色	浅黄色

### 4.2 薄层鉴别

方法一：

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。

如要下载或阅读全文，请访问：

<https://d.book118.com/606052214242010112>