

## · 制剂 ·

## 烘干温度对元香止痛丸有效成分的影响

曾惠芳 席萍 刘中秋 周华(广州中医药大学 广州 510405)

**摘要** 制丸时采用 60、80℃烘干温度观察对元香止痛丸化学成分的影响。结果显示,烘温 80℃使延胡索乙素下降 13%,而 60℃烘干对延胡索乙素下降不明显,烘干温度愈高,丸的挥发油含量愈低。在制备过程中形成的高级脂肪酸乙酯类遇高温又部分分解而致含量下降。

**关键词** 元香止痛丸 烘干温度 GC/MS 挥发油 延胡索乙素

### Influence of Drying Temperature on the Effective Components of Yuanxiang Zhitong Pill

Zhen Huifang, Xi Ping, Liu Zhongqiu, Zhou Hua

(Guangzhou University of Traditional Chinese Medicine, Guangzhou, 510405)

**Abstract:** The influences of drying temperature 60℃ and 80℃ when in preparation of Yuanxiang Zhitong pill on its effective components were studied. The experimental results showed that the content of tetrahydropalmatine in the pill decreased by 13% when the drying temperature was 80℃, while its level had little decrement when the drying temperature was 60℃, and the higher drying temperature, the lower concentration of volatile oil in the pill.

**Key words:** Yuanxiang Zhitong pill, drying temperature, GC/MS, volatile oil, tetrahydropalmatine

元香止痛丸由元胡、小茴香、香附、川芎、蒿本、苍术、羌活等中药组成,按传统泛制工艺泛制成丸,经烘干制成成品。烘干温度的选择仅凭经验判断,温度对中药有效成分的影响,未见报道。本文采用 GC/MS 等现代分析技术,研究不同烘干温度对延胡索乙素、挥发油总量及其构成变化。结果报告如下。

#### 1 实验部分

**1.1 材料、仪器** 所用药材由广东省药材公司提供,我校药材质量标准研究室陈建南讲师鉴定,符合 1995 版《中国药典》一部规定。其中羌活为伞形科羌活 *Natopterygium incisum* Ting ex H. T. Chang 的干燥根茎及根,蒿本为伞形科蒿本 *Ligusticum sinense* Oliv. 的干燥根茎及根,苍术为菊科茅苍术 *Atractylodes lancea* (Thunb.) Dc. 的干燥根茎。延胡索乙素对照品由中国药品生物制品检定

所提供,所用试剂均为 AR 级。HP5972 型 GC/MS 分析仪,CS-920 型薄层扫描仪, Sartorius Bp110s 电子分析天平(精度 0.1mg),挥发油提取器(精度 0.1ml),薄层涂布器, XD-三效热风循环烘箱(广东省肇庆电热设备厂)。

**1.2 制备方法** 按处方称取药材,粉碎成细粉,过 100 目筛,混匀,备用。取药粉,在糖衣锅内喷 80% 酒精起模,泛大成型,成丸分别置 60、80℃烘箱中干燥 6h 和 4h,干燥失重率均为 32.9%,成品含水量分别为 3.0% 与 3.1%。

**1.3 延胡索乙素含量测定<sup>[1]</sup>** 结果见表 1。

表 1 烘干温度对延胡索乙素的影响( $n=3, \bar{x} \pm s$ )

样品	药粉	60℃丸	80℃丸
测定值(mg/100g)	3.46±0.09	3.42±0.06	3.02±0.05

烘干温度的升高,导致延胡索乙素含量下降13%。

**1.4 挥发油的 GC/MS 测定** 取本品细粉(过3号筛)30g,精密称定,置挥发油提取器中,加20倍量的水按药典挥发油测定方法提取2h,用乙醚10ml溶解挥发油,定量转移至10ml容量瓶中,溶解,定容。进行GC/MS分析<sup>[1]</sup>。结果见表2,图1、2。结果表明,烘丸温度对挥发油的组成影响较小,但构成比例及含油量发生较大变化。温度愈高,含油量下降

表2 烘温对挥发油组分构成的影响

保留时间 (min)	化学成分	全粉末 (%)	60℃丸 (%)	80℃丸 (%)
13.6	爱草脑	微量	微量	/
14.0	桂皮醛	微量	微量	/
14.5	茴香醚	30.454	12.41	6.215
18.2	香附子烯	0.890	0.534	0.335
19.4	γ-榄香烯	7.645	3.672	2.534
20.7	γ-芹子烯	3.791	1.121	0.415
21.1	β-芹子烯	9.271	5.022	3.550
21.4	α-芹子烯	1.337	1.224	0.449
22.3	β-倍半水芹烯	2.948	1.983	1.654
22.5		1.033	1.716	0.709
22.7	瓦伦烯	1.191	0.735	0.427
23.2	榄香醇	0.960	1.983	1.277
24.0	匙叶桉油醇	0.864	2.451	1.325
24.2	戊二烯	1.217	2.986	1.945
24.6	白莒烯	0.362	1.141	0.608
25.0		0.541	1.085	0.548
25.1		0.568	1.522	0.814
25.3		0.695	1.846	1.170
25.7	δ-芹子烯	1.220	3.509	2.393
25.9	α-榄香烯	0.946	3.018	2.316
26.4	β-桉油醇	11.117	13.737	15.777
26.7	愈创木醇	0.496	1.026	1.237
27.1	亚丁基苯酞	2.398	6.242	7.024
27.3	β-法呢烯	0.896	2.341	2.782
27.6		2.134	5.052	5.705
27.8		/	2.069	2.072
28.6		0.639	1.436	6.404
29.1	蒿本内酯	8.111	9.430	15.268
29.2	α-香附酮	1.429	3.627	3.619
29.8	香附醇	2.092	1.934	7.204
35.4	棕榈酸乙酯	0	1.391	0.461
39.4	亚油酸乙酯	0	1.747	1.313
39.5	油酸乙酯	0	0.867	0.629

挥发油总量(mg/g) 1.151±0.030 0.827±0.029 0.786±0.018

愈大,低沸点挥发油组分损失愈大,高沸点挥发油组分损失相对较小。在制备过程中形成的高级脂肪酸乙酯类遇高温又部分分解而致含量下降。

**2 小结与讨论**

**2.1 元香止痛丸**采用全粉末泛制成丸,制作工艺简单,仅需泛制和烘干工序。但化学成分由粉制成丸后,已发生较大的物

理化学变化。原存在于川芎、羌活、小茴香药材中的棕榈酸、亚油酸、油酸等,已与制丸辅料乙醇反应生成高级脂肪酸乙酯,挥发油的含量已下降,其构成亦发生了比例变化。延胡索乙素在60℃较稳定,但烘干温度升高至80℃时,导致其降解13%。

**2.2 60、80℃烘干的元香止痛丸**二者组成成分基本一致,但制丸时分子量较小(相对保留时间在22min之前)的低沸点挥发性成分由于受到烘干热的作用,温度愈高,挥发损失愈大,引致构成比例下降愈大。分子量较大(相对保留时间在23min之后)的高沸点挥发性成分,在高温干燥过程中损失较少,引致构成比例上升。实验发现,测定时采用2h提取,高沸点挥发性成分尚未提取完全。

**2.3 元香止痛丸**在烘丸时,肉桂所含主要成分桂皮醛,小茴香所含主要成分茴香醚,属于低沸点的挥发性成分,在80℃烘丸时,损失较多。结果提示,采用60℃烘干,有利于保持原有处方药材的有效成分。

参考文献

1 苏子仁,曾惠芳,刘中秋,等. 泛制法制备元香止痛丸对有效成分的影响. 中国中药杂志,1998, 23(1):24~26

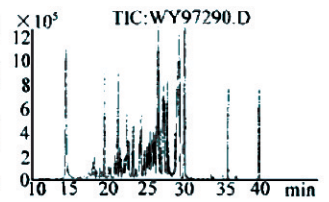


图1 60℃烘干丸的GC-MS总离子流色谱图

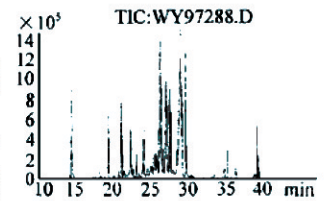


图2 80℃烘干丸的GC-MS总离子流色谱图