

## 蒸黄精的不同炮制方法比较

刘玲<sup>1</sup>, 鲍家科<sup>2\*</sup>, 刘建军<sup>3</sup>, 敖娇<sup>3</sup>

(1. 贵阳医学院, 贵阳 550002; 2. 贵州省药品审评认证中心, 贵阳 550004;  
3. 贵阳中医学院, 贵阳 550001)

**[摘要]** 目的:优化2005年版《贵州省中药饮片炮制规范》中收录的蒸黄精炮制工艺,并与其他单蒸炮制法和多次蒸晒炮制法进行比较,为蒸黄精的质量控制提供工艺参数。方法:以水溶性浸出物、醇溶性浸出物、总多糖和总皂苷含量的综合评分为指标,通过析因试验优选2005年版《贵州省中药饮片炮制规范》中黄精的蒸制工艺参数,并与其他炮制方法进行对比研究。采用UV测定总多糖和总皂苷含量,检测波长分别为582,543 nm。结果:2005年版《贵州省中药饮片炮制规范》中蒸黄精的最佳炮制工艺为蒸制8 h,闷制12 h;按该工艺所制蒸黄精的综合评分高于单蒸6 h法和四蒸四制法,且具有极显著性意义;水溶性浸出物质量分数分别为70.21%,69.43%,74.42%,醇溶性浸出物70.09%,67.12%,73.37%,总多糖12.55%,11.37%,10.57%,总皂苷12.26%,9.73%,8.41%。结论:优选的2005年版《贵州省中药饮片炮制规范》中收录的蒸黄精炮制法优于单蒸6 h法和四蒸四制法。

**[关键词]** 蒸黄精;析因试验;炮制方法;总多糖;总皂苷

**[中图分类号]** R283.3;R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2014)24-0014-04

**[doi]** 10.13422/j.cnki.syfjx.2014240014

**[网络出版地址]** <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20141106.1406.008.html>

**[网络出版时间]** 2014-11-06 14:06

## Comparison of Different Processing Methods of Steamed Polygonati Rhizoma

LIU Ling<sup>1</sup>, BAO Jia-ke<sup>2\*</sup>, LIU Jian-jun<sup>3</sup>, AO Jiao<sup>3</sup>

(1. Guiyang Medical University, Guiyang 550002, China;

2. Guizhou Center for Drug Evaluation and Certification, Guiyang 550004, China;

3. Guiyang College of Traditional Chinese Medicine, Guiyang 550001, China)

**[Abstract]** **Objective:** To optimize processing technology of steamed Polygonati Rhizoma contained in 2005 edition of 'Guizhou Province Chinese Herbal Pieces Processing Specification', then to compare with single steaming processing method and multiple steam drying processing method. **Method:** Taking composite score of water-soluble extract, ethanol-soluble extract, total polysaccharides and total saponins as index, steaming process of Polygonati Rhizoma contained in 2005 edition of 'Guizhou Province Chinese Herbal Pieces Processing Specification' was optimized by factorial experiment, and compared with other processing methods. UV was adopted to determine contents of total polysaccharides and total saponins with detection wavelength of 582, 543 nm, respectively. **Result:** Optimum processing technology was as following: steamed 8 h, moistened 12 h; composite score of this optimized process was significant higher than single steaming 6 h method and four steaming four processing method. The mass fractions of water-soluble extract were 70.21%, 69.43% and 74.42%, ethanol-soluble extract were 70.09%, 67.12% and 73.37%, total polysaccharides were 12.55%, 11.37% and 10.57%, total saponins were 12.26%, 9.73% and 8.41%, respectively. **Conclusion:** This optimized process

**[收稿日期]** 20140728(021)

**[基金项目]** 贵阳市科技计划项目[筑科合同(2011204)25号]

**[第一作者]** 刘玲,在读硕士,从事药物分析研究,Tel:15085978203,E-mail:376076404@qq.com

**[通讯作者]** \*鲍家科,教授,主任药师,从事中药民族药质量标准研究,Tel:13985430537,E-mail:bjk2005@163.com

about 2005 edition of "Guizhou Province Chinese Herbal Pieces Processing Specification" is superior to the other two ways.

[ **Key words** ] steamed Polygonati Rhizoma; factorial experiment; processing method; total polysaccharides; total saponins

黄精按形状不同,习称大黄精、鸡头黄精、姜形黄精,春、秋二季采挖,除去须根,洗净,置沸水中略烫或蒸至透心,干燥<sup>[1]</sup>。黄精的炮制历史久远,自《千金翼方》至现代文献中均有关于黄精的炮制方法记载<sup>[2]</sup>,其中以“九蒸九晒”为代表的反复蒸晒是沿用已久的方法<sup>[3-4]</sup>,但该法存在工作效率低、成品外观性状不美观、成品合格率下降等问题。现代黄精炮制出现了各种减少黄精蒸晒次数的方法或者单蒸法<sup>[3]</sup>,方法报道虽多,但有关工艺评价的指标不尽相同,筛选的蒸制时间、闷润时间等工艺参数也各不相同,且未进行相互间的比较研究。本实验拟采用析因试验对《贵州省中药饮片炮制规范》2005年版<sup>[5]</sup>记载的黄精单蒸炮制法的工艺参数进行优化,通过以水溶性浸出物、醇溶性浸出物、总多糖、总皂苷含量等为综合评价指标,考察蒸制时间和闷润时间对蒸黄精质量的影响,并与其他单蒸法或“四蒸四制法”进行比较,为蒸黄精炮制工艺规范的制订提供参考。

## 1 材料

DK-98-11A型电热恒温水浴锅(天津市泰斯特仪器有限公司),XS205型电子分析天平(梅特勒-托利多仪器有限公司),GZX-GF101-MBS型电热恒温鼓风干燥箱(上海跃进医疗器械厂),YB-600A型中药材粉碎机(浙江温岭市林大机械有限公司),WD-9403C型紫外分析仪(北京市六一仪器厂)。

黄精购于贵州省济仁堂药业有限公司,经贵州省食品药品检验所李杨鉴定为百合科植物黄精 *Polygonatum sibiricum* 的干燥根茎;葡萄糖、人参皂苷 Rb<sub>1</sub> 对照品(贵州省食品药品检验所,批号分别为 20090110, 110704-201223),水为蒸馏水,其他试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 浸出物的测定**<sup>[1]</sup> 参照《中国药典》2010年版的附录XA项下热浸法测定水溶性浸出物和醇溶性浸出物。

### 2.2 总多糖的含量测定<sup>[1]</sup>

**2.2.1 对照品溶液的制备** 精密称取 105℃干燥至恒重的无水葡萄糖对照品 35.18 mg,置 100 mL 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

**2.2.2 标准曲线的制备** 精密量取对照品溶液 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6 mL, 分别置于 10 mL 具塞刻度试管中,各加水至 2 mL,摇匀,在冰水浴中缓缓滴加 0.2% 蒽酮-硫酸溶液至刻度,混匀,放冷后置水浴中保温 10 min,取出,立即置冰水浴中冷却 10 min,取出,以相应试剂为空白,照紫外-可见光光度法,在 582 nm 处测定吸光度(A),以 A 为纵坐标,质量浓度(C)为横坐标,得回归方程  $A = 0.014C + 0.003$  ( $r = 0.9994$ ),表明葡萄糖在 3.518 ~ 21.108 mg·L<sup>-1</sup> 与 A 呈良好线性关系。

**2.2.3 供试品溶液的制备** 精密称取 60℃干燥至恒重的黄精细粉约 0.25 g,置圆底烧瓶中,加 80% 乙醇 150 mL,置水浴中回流 1 h,趁热过滤,残渣用 80% 热乙醇洗涤 3 次,每次 10 mL,将残渣及滤纸置烧瓶中,加水 150 mL,置沸水浴中回流 1 h,趁热滤过,残渣及烧瓶用热水洗涤 4 次,每次 10 mL,合并滤液和洗液,放冷,转移至 25 mL 量瓶中,加水至刻度,摇匀,即得。

### 2.3 总皂苷的含量测定<sup>[6]</sup>

**2.3.1 对照品溶液的制备** 精密称取人参皂苷 Rb<sub>1</sub> 对照品 10 mg,置 10 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

**2.3.2 标准曲线的制备** 精密量取人参皂苷 Rb<sub>1</sub> 对照品溶液 0.06, 0.12, 0.18, 0.24, 0.30, 0.36, 0.42 mL, 分别置于具塞刻度试管中,挥尽溶液,加入 5% 香草醛-冰乙酸溶液(新鲜)0.2 mL,冰浴时加入高氯酸 0.8 mL,摇匀,60℃水浴加热 15 min,冰浴 2 min,加入冰乙酸 5 mL,摇匀,静置 5 min。以相应试剂为空白,照紫外-分光光度法,在 543 nm 处测定吸光度(A),以 A 为纵坐标,C 为横坐标,得回归方程  $A = 10.911C - 0.005$  ( $r = 0.9995$ ),线性范围 0.01 ~ 0.07 g·L<sup>-1</sup>。

**2.3.3 供试品溶液的制备** 称取干燥至恒重的黄精粉末 1.00 g,加入 80% 乙醇 15 mL,60℃超声提取 50 min,提取 2 次,过滤,合并滤液至 50 mL 量瓶中,加 80% 乙醇定容至刻度,即得。

**2.4 《贵州省中药饮片炮制规范》2005年版炮制工艺优选** 取原药材 500 g,除去杂质,洗净,大小分开,挑选大小均匀者,略泡,润透,置适宜容器内蒸制,停

火闷润一定时间,取出,切厚片,干燥。选择蒸制时间和闷润时间为考察因素,每个因素设定 3 个水平,以水溶性浸出物、醇溶性浸出物、总多糖及总皂苷含量的综合评分为指标,权重系数均为 0.25,通过析因试

验优选黄精的炮制工艺,试验安排及结果见表 1,方差分析见表 2。结果表明因素 A、B 均对蒸黄精炮制工艺具有显著影响,其中因素 B 的影响大于因素 A,得蒸黄精最佳工艺参数为蒸制 8 h,闷润 12 h。

表 1 蒸黄精炮制工艺析因试验安排及分析

No.	A 蒸制时间/h	B 闷润时间/h	水溶性浸出物/%	醇溶性浸出物/%	总多糖/%	总皂苷/%	综合评分
1	8	12	70.28	70.20	12.56	12.67	94.75
2	8	14	68.32	68.11	11.99	11.45	90.00
3	8	16	69.97	69.48	12.67	12.62	94.45
4	10	12	66.18	63.08	15.77	11.24	93.03
5	10	14	67.54	64.50	14.13	9.72	88.42
6	10	16	70.74	65.02	13.19	10.71	90.21
7	12	12	63.51	60.51	14.21	11.99	90.18
8	12	14	63.93	61.24	10.97	9.94	83.42
9	12	16	66.74	66.16	12.54	12.05	93.12

表 2 综合评分方差分析

方差来源	SS	f	MS	F	P
A	47.26	2	23.63	5.97	<0.1
B	64.55	2	32.27	8.15	<0.05
C(误差)	15.84	4	3.96		

注:  $F_{0.1}(2,4) = 4.32, F_{0.05}(2,4) = 6.94$ 。

## 2.5 炮制品的制备

**2.5.1 单蒸 6 h 法<sup>[7]</sup>** 取黄精 500 g,加水略泡后润 6 h,置于蒸笼中蒸 6 h,焖 6 h,晾至外干内润,切 3~5 mm 厚片,置于恒温烘干箱 70℃ 烘干,即得单蒸 6 h 法炮制品。

**2.5.2 四蒸四制法** 取黄精 500 g,加水略泡后润 4 h,置于蒸笼中蒸 1 h,焖 1 h,晾晒于室外到第 2 天,连续 4 d 重复蒸焖步骤,取出切 3~5 mm 厚片,置于恒温烘干箱 70℃ 烘干,即得四蒸四制炮制品。

**2.6 炮制方法比较** 分别按上述 3 种炮制工艺参数进行 5 组平行试验,测定水溶性浸出物、醇溶性浸出物、总多糖及总皂苷含量,结果见表 3。分别以一种炮制方法作为一组,对三组数据进行了单因素方差分析,以分析评价组间因素和组内因素的差异性,结果见表 4。

由表 3 可知,按 2005 年版《贵州省中药饮片炮制规范》制备的炮制品综合评分要高于另外 2 种方法。经单因素方差分析,结果发现不同炮制方法制备的炮制品相互间的检测值差异具有非常显著性意义,而以每种炮制方法制备的 5 批成品间的检测值

表 3 蒸黄精不同炮制品中指标成分含量的测定

方法	No.	水溶性	醇溶性	总多糖	总皂苷	综合
		浸出物	浸出物			
		/%	/%	/%	/%	评分
贵州炮制法	1	70.33	70.12	12.57	12.17	99.27
	2	70.14	70.06	12.64	12.28	99.54
	3	70.28	70.14	12.49	12.16	99.08
	4	70.24	70.01	12.51	12.46	99.66
	5	70.06	70.14	12.53	12.24	99.25
单蒸 6 h 法	6	68.63	67.21	11.11	9.56	89.51
	7	69.71	67.23	11.37	9.69	90.67
	8	69.98	66.88	11.40	9.90	91.12
	9	69.57	67.34	11.38	9.75	90.80
	10	69.26	66.95	11.57	9.77	90.97
四蒸四制法	11	75.24	73.21	10.47	8.43	90.46
	12	73.80	73.14	10.57	8.52	90.30
	13	74.88	74.07	10.69	8.38	90.98
	14	73.23	73.22	10.46	8.38	89.63
	15	74.97	73.21	10.68	8.35	90.62

差异则无显著性意义。为判定 3 种炮制方法制成品检测值相互间的具体差异,进一步对各组综合评分进行了两两比较分析,见表 5。结果表明《贵州省中药饮片炮制规范》炮制法与单蒸 6 h 法、四蒸四制法的综合评分具有极显著性差异,即《贵州省中药饮片炮制规范》2005 年版的蒸黄精炮制方法优于后两者;而单蒸 6 h 法与四蒸四制法则无显著性差异。

表4 单因素方差分析

方差来源	SS	f	MS	F	P
组间	261.428	2	130.714	549.218	<0.01
组内	2.852	12	0.238		
总和	264.279	14			

注:  $F_{0.01}(2,12) = 6.93$ 。

表5 蒸黄精不同炮制方法制成品的各均数两两比较

比较组	组间 均数差	间隔 组数	q	$q_{\text{临界值}}$		P
				P=0.05	P=0.01	
1与2	8.746	2	40.083	3.08	4.32	<0.01
1与3	8.962	3	41.072	3.77	5.04	<0.01
2与3	0.216	2	0.990	3.08	4.32	>0.05

注:1.《贵州省中药饮片炮制规范》炮制法,2.单蒸6h法,3.四蒸四制法,q.平均数差数。

### 3 讨论

2005年版《贵州省中药饮片炮制规范》记载的蒸黄精炮制方法为取原药材,除去杂质,洗净,大小分开,略泡,润透,置适宜容器内蒸8~12h,停火,置容器内闷润过夜,取出,切厚片,干燥。该方法对蒸制时间的规定过于宽泛,对闷润时间的规定又过于笼统。本文通过量化评价和析因试验对蒸制时间和闷润时间进行了优选,制订了更明确的工艺参数,可为黄精药材炮制的标准化生产提供参考。

黄精的炮制多选择蒸制法,但有关蒸、烘次数及时间的选择差异较大<sup>[3]</sup>,本文选择了单蒸6h法和四蒸四制法作为对比,具有一定的代表性。结果显示《贵州省中药饮片炮制规范》2005年版基础上优化的蒸黄精炮制方法优于单蒸6h法和四蒸四制

法。虽然黄精多次蒸制后可增加浸出物含量,但检出的总多糖及总皂苷含量下降;而单蒸6h的炮制品中总多糖及总皂苷含量较单蒸8h低的原因还有待深入研究证实。

本文采用综合评分法比较了不同炮制工艺对蒸黄精质量的影响,选择的评价指标是近年来黄精炮制品药理研究中较为肯定的疗效成分,通过以统一的评价指标比较不同炮制工艺,可客观反映不同炮制方法对蒸黄精品质的影响,研究结果可对黄精药材炮制生产过程控制和质量控制提供参考。但鉴于中药材化学成分和作用机制的复杂性,综和评分法对药材疗效的影响还有待确认。

### [参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 288, 附录 X A.
- [2] 郭泉, 庄建幸. 黄精炮制历史沿革[J]. 基层中药杂志, 1998, 12(4): 16.
- [3] 张洁, 杨云, 马百平. 中药黄精炮制的历史沿革及现代研究[J]. 河南中医学院学报, 2005, 20(3): 28.
- [4] 吕侠卿. 中药炮制大全[M]. 长沙: 湖南科学技术出版社, 1999: 256.
- [5] 贵州省食品药品监督管理局. 贵州省中药饮片炮制规范[S]. 贵阳: 贵州科技出版社, 2005: 12, 223.
- [6] 尤新军, 郭蕊, 王琳, 等. 总皂苷的超声提取工艺[J]. 西北林学院学报, 2010, 25(3): 163.
- [7] 张英, 田源红, 王建科, 等. 均匀设计优化清蒸黄精的炮制工艺[J]. 中华中医药杂志, 2011, 16(8): 862.

[责任编辑 刘德文]