

酒黄精的不同炮制方法比较

刘玲¹, 鲍家科^{2*}, 刘建军³, 敖娇³

(1. 贵阳医学院, 贵阳 550004; 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》中酒黄精的炮制方法,并与其他炮制法进行比较。方法:以色泽评分、水溶性浸出物、醇溶性浸出物、总多糖和总皂苷含量为综合评价指标,通过正交试验考察闷润时间、蒸制次数和时间对 2005 年版《贵州省中药饮片炮制规范》中酒黄精炮制工艺的影响,并与文献报道的其他 4 种炮制方法进行对比。结果:最佳炮制工艺为蒸制 3 h,闷制 3 h,反复 4 次。该工艺炮制酒黄精的综合评分在 5 种方法中列第 2,不同炮制方法制成品相互间的检测值差异具有极显著性意义。结论:优选的酒黄精炮制方法是较好的方法之一,不同炮制方法可导致酒黄精化学成分的比例差异和溶出量变化。

[关键词] 酒黄精; 浸出物; 炮制方法; 总多糖; 总皂苷

[中图分类号] R283.3;R943.1;R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2015)10-0026-04

[doi] 10.13422/j.cnki.syfx.2015100026

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20150401.0919.004.html>

[网络出版时间] 2015-04-01 9:19

Comparison of Different Processing Methods for Polygonati Rhizoma with Wine LIU Ling¹, BAO Jia-ke^{2*}, LIU Jian-jun³, AO Jiao³ (1. Guiyang Medical University, Guiyang 550004, 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 method of Polygonati Rhizoma with wine which recorded in the 2005 edition of *Guizhou Province Processing Specification of Chinese Herbal Pieces*, and compare with others. **Method:** Taking composite score of color score, water-soluble extract, ethanol-soluble extract, contents of total polysaccharides and total saponins as index, orthogonal test was adopted to optimize processing method of Polygonati Rhizoma with wine which recorded in the 2005 edition of *Guizhou Province Processing Specification of Chinese Herbal Pieces*, and compared with other processing methods. **Result:** The best processing method was steaming 3 h, moistening 3 h, repeated 4 times. This method ranked second in these five methods. Detection values of processing products among these five methods were very significant. **Conclusion:** This optimized method is one of the best. Different processing methods can lead to change of chemical composition and their dissolution.

[Key words] Polygonati Rhizoma; extract; processing method; total polysaccharides; total saponins

黄精按形状不同可分为大黄精、鸡头黄精、姜形黄精等^[1]。生黄精均不能直接用于临床,须炮制为制黄精或酒黄精,一方面可降低其毒性,减轻刺激性;另一方面还可提高黄精的临床疗效,增强其补脾润肺的作用^[2]。关于酒黄精的炮制方法众

多,将生药材直接加黄酒进行蒸制,亦有先将生药材蒸制后再加入黄酒蒸制的,但蒸制次数和时间各不相同^[3-6]。本实验拟采用正交试验优选 2005 年版《贵州省中药饮片炮制规范》^[7]中黄精酒制法(简称为贵州炮制法)的工艺参数,并与其他炮制

[收稿日期] 20140902(016)

[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化研究,Tel:13985430357,E-mail:bjk2005@163.com

方法进行比较,为酒黄精的质量控制提供参考。

1 材料

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(购自贵州省济仁堂药业有限公司,经贵州省食品药品检验所主管药师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 Rb₁ 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,试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 浸出物的测定^[1] 参照 2010 年版《中国药典》一部的附录 X A 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^[1]

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取于 105 °C 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 $A = 0.014C + 0.0031$ ($r = 0.9994$),线性范围 3.518 ~ 21.108 mg·L⁻¹。

2.2.3 供试品溶液的制备 精密称取 60 °C 干燥至

恒重的黄精细粉约 0.25 g,置圆底烧瓶中,加入 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,即得。

2.3 总皂苷的含量测定^[8]

2.3.1 对照品溶液的制备 精密称取人参皂苷 Rb₁ 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,冰浴加入高氯酸 0.8 mL,摇匀,60 °C 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,于 543 nm 处测定 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⁻¹。

2.3.3 供试品溶液的制备 精密称取干燥至恒重的黄精粉末 1.0 g,加入 80% 乙醇 15 mL,60 °C 超声提取 2 次,每次 50 min,合并滤液至 50 mL 量瓶中,加 80% 乙醇定容至刻度,即得。

2.4 贵州炮制法工艺参数优化 称取生黄精 1.80 kg,均分成 9 份,每份 200 g,选择闷润时间、蒸制次数和时间为考察因素,每个因素设 3 个水平。按照表 1 的设计对黄精进行炮制后,以色泽评分、水溶性浸出物、醇溶性浸出物、总多糖和总皂苷质量分数的综合评分为指标,权重系数均为 0.2。试验安排及结果见表 1,方差分析见表 2。

表 1 酒黄精炮制工艺正交试验分析

Table 1 Orthogonal test analysis of processing technology of Polygonati Rhizoma

| No. | A 蒸制数 /次 | B 蒸制时间 /h | C 闷润时间 /h | D(空白) | 色泽评分 | 水溶性 浸出物/% | 醇溶性 浸出物/% | 总多糖 /% | 总皂苷 /% | 综合评分 /分 |
|-----|-------------|--------------|--------------|-------|------|--------------|--------------|-----------|-----------|------------|
| 1 | 3 | 1 | 1 | 1 | 4 | 67.93 | 66.11 | 9.40 | 8.87 | 81.43 |
| 2 | 4 | 1 | 2 | 2 | 4 | 67.83 | 65.57 | 10.86 | 8.96 | 83.33 |
| 3 | 5 | 1 | 3 | 3 | 4 | 67.04 | 64.12 | 13.46 | 10.89 | 89.65 |
| 4 | 3 | 2 | 2 | 3 | 5 | 71.30 | 65.21 | 11.19 | 9.16 | 88.95 |
| 5 | 4 | 2 | 3 | 1 | 5 | 72.24 | 67.31 | 12.99 | 10.37 | 94.37 |
| 6 | 5 | 2 | 1 | 2 | 5 | 64.80 | 64.35 | 15.31 | 8.53 | 91.19 |
| 7 | 3 | 3 | 3 | 2 | 4 | 74.55 | 70.94 | 12.83 | 7.17 | 85.93 |
| 8 | 4 | 3 | 1 | 3 | 4 | 61.90 | 60.31 | 11.25 | 8.37 | 79.68 |
| 9 | 5 | 3 | 2 | 1 | 4 | 72.18 | 69.72 | 10.11 | 9.67 | 85.99 |

表 2 综合评分方差分析

Table 2 Variance analysis of composite score

| 变异来源 | SS | MS | F | P |
|-------|--------|-------|-------|-------|
| A | 104.22 | 52.11 | 49.75 | <0.05 |
| B | 22.32 | 11.16 | 10.66 | >0.05 |
| C | 53.70 | 26.85 | 25.63 | <0.05 |
| D(误差) | 2.09 | 1.05 | | |

注: $F_{0.05}(2,2) = 19$ 。

由直观分析可知,各因素影响酒黄精炮制工艺的排序为 $A > C > B$ 。方差分析表明因素 A, C 具有显著性影响,因素 B 则无显著性差异,确定最佳炮制工艺为 $A_2B_3C_3$,即蒸制 3 h,闷制 3 h,反复 4 次。按优选的炮制工艺参数制备 3 份酒黄精样品,每批 100 g,结果见表 3,说明优选的炮制工艺稳定可行。

表 3 酒黄精炮制工艺验证试验

Table 3 Verification test of processing technology of Polygonati Rhizoma

| No. | 水溶性 浸出物/% | 醇溶性 浸出物/% | 总多糖 /% | 总皂苷 /% | 综合评分 /分 |
|-----|--------------|--------------|-----------|-----------|------------|
| 1 | 74.30 | 71.22 | 14.97 | 10.01 | 99.33 |
| 2 | 73.52 | 71.48 | 14.67 | 9.93 | 98.64 |
| 3 | 74.00 | 70.07 | 14.80 | 9.88 | 98.44 |

注:色泽评分均为 5 分。

2.5 酒黄精炮制方法比较

2.5.1 方法 2^[3] 取鲜黄精清蒸 1 h,干燥,加入 20% 黄酒直至吸进,置于蒸锅中炖制 25 h,于 70 °C 干燥 5 h,切厚片,干燥。

2.5.2 方法 3^[4] 取黄精 500 g,润 4 h 后置于密闭炖药罐中,加入黄酒 100 g,摇匀,武火 2 h 后文火 2 h,停火,焖 4 h,取出,切片,50 °C 干燥。

2.5.3 方法 4^[5] 取生黄精 200 g,加 20% 黄酒焖润,于 101 °C 蒸 1 h,焖 1 h,反复 4 次,取出,切厚片,干燥。

2.5.4 方法 5^[6] 取生黄精 25 kg,加 20% 黄酒润 18 h,蒸 8 h,焖 8 h,取出,切厚片,干燥。

2.5.5 成品检测值差异的单因素方差分析 按以上 5 种炮制工艺各做 5 组平行试验,成品的各指标见表 4。分别以 1 种炮制方法为 1 组,5 组数据进行单因素方差分析,以分析评价组间因素和组内因素的差异性,结果见表 5。结果发现 5 种炮制方法制成品中不同定量指标各不相同,综合得分最高者为方法 3,最低者为方法 2,贵州炮制法的综合评分列

表 4 不同酒黄精炮制品的含量测定

Table 4 Determination of different processed products of Polygonati Rhizoma

| 组别 | No. | 色泽 评分 | 水溶性 浸出物 /% | 醇溶性 浸出物 /% | 总多糖 /% | 总皂苷 /% | 综合 评分 /分 |
|-------|-----|----------|------------------|------------------|-----------|-----------|----------------|
| 贵州炮制法 | 1 | 5 | 74.30 | 71.22 | 14.97 | 10.01 | 89.82 |
| | 2 | 5 | 73.52 | 71.48 | 14.67 | 9.93 | 89.26 |
| | 3 | 5 | 74.00 | 70.07 | 14.80 | 9.88 | 89.05 |
| | 4 | 5 | 75.74 | 69.44 | 15.08 | 9.94 | 89.71 |
| | 5 | 5 | 76.02 | 70.29 | 14.92 | 9.99 | 89.93 |
| 方法 2 | 1 | 4 | 72.05 | 71.56 | 8.11 | 9.38 | 77.30 |
| | 2 | 4 | 72.24 | 71.24 | 7.76 | 9.35 | 76.85 |
| | 3 | 4 | 72.28 | 71.41 | 8.22 | 9.37 | 77.41 |
| | 4 | 4 | 72.98 | 70.54 | 8.07 | 9.45 | 77.32 |
| | 5 | 4 | 72.47 | 71.30 | 7.97 | 9.37 | 77.17 |
| 方法 3 | 1 | 4 | 69.88 | 70.05 | 18.74 | 11.17 | 89.96 |
| | 2 | 4 | 70.31 | 69.27 | 18.95 | 11.27 | 90.22 |
| | 3 | 4 | 70.99 | 70.66 | 19.37 | 11.33 | 91.31 |
| | 4 | 4 | 71.33 | 70.41 | 19.15 | 11.24 | 90.97 |
| | 5 | 4 | 70.32 | 71.22 | 19.02 | 11.37 | 90.99 |
| 方法 4 | 1 | 4 | 70.22 | 67.58 | 10.91 | 9.18 | 78.30 |
| | 2 | 4 | 70.96 | 68.01 | 10.85 | 9.19 | 78.57 |
| | 3 | 4 | 69.74 | 69.13 | 10.63 | 9.20 | 78.34 |
| | 4 | 4 | 70.11 | 70.17 | 10.57 | 9.20 | 78.67 |
| | 5 | 4 | 70.99 | 67.15 | 10.70 | 9.15 | 78.12 |
| 方法 5 | 1 | 4 | 72.04 | 70.81 | 10.00 | 13.35 | 84.98 |
| | 2 | 4 | 72.68 | 71.56 | 10.15 | 13.24 | 85.35 |
| | 3 | 4 | 71.81 | 71.48 | 10.21 | 13.23 | 85.15 |
| | 4 | 4 | 72.09 | 71.25 | 10.36 | 13.21 | 85.28 |
| | 5 | 4 | 72.11 | 71.87 | 10.07 | 13.23 | 85.19 |

表 5 单因素方差分析

Table 5 Variance analysis of single factor

| 变异来源 | SS | f | MS | F | P |
|------|---------|----|---------|-----------|-------|
| 组间 | 773.674 | 4 | 192.832 | 1 642.433 | <0.01 |
| 组内 | 2.348 | 20 | 0.117 | | |
| 总和 | 771.326 | 24 | | | |

注: $F_{0.1}(4,20) = 2.25, F_{0.05}(4,20) = 2.87, F_{0.01}(4,20) = 4.43$ 。

第 2,不同炮制方法制成品相互间的检测值差异具有极显著性意义。

2.5.6 成品检测值差异的两两比较 为了判定 5 种炮制方法制成品检测值相互间的差异,进一步对各组综合评分进行两两比较,见表 6。结果表明贵

州炮制法与其他 4 种方法在检测综合评分上的差异均有非常显著性意义,而其他各法之间也存在非常显著性差异。

表 6 各检测指标均数两两比较

Table 6 Multiple comparison between mean of each detection index

| 比较组 | 组间均数差 | 间隔组数 | q | 临界值 | |
|-------|--------|------|-------|--------|--------|
| | | | | P=0.05 | P=0.01 |
| 1 与 2 | 12.344 | 2 | 80.68 | 2.95 | 4.02 |
| 1 与 3 | 1.136 | 3 | 7.42 | 3.58 | 4.64 |
| 1 与 4 | 11.154 | 4 | 72.90 | 3.96 | 5.02 |
| 1 与 5 | 4.364 | 5 | 28.52 | 4.23 | 5.29 |
| 2 与 3 | 13.480 | 2 | 88.10 | 2.95 | 4.02 |
| 2 与 4 | 1.190 | 3 | 7.78 | 3.58 | 4.64 |
| 2 与 5 | 7.980 | 4 | 52.16 | 3.96 | 5.02 |
| 3 与 4 | 12.290 | 2 | 80.33 | 2.95 | 4.02 |
| 3 与 5 | 5.500 | 3 | 35.95 | 3.58 | 4.64 |
| 4 与 5 | 6.790 | 2 | 44.38 | 2.95 | 4.02 |

注:1 组为贵州炮制法,2 组为方法 2,3 组为方法 3,4 组为方法 4,5 组为方法 5;P 均 < 0.01。

3 讨论

《贵州省中药饮片炮制规范》2005 年版记载的酒黄精炮制方法为取原药材,除去杂质,洗净,略泡,润透,置适宜容器内蒸 8~12 h,切厚片,晾至半干;加酒拌匀,闷透,照酒蒸法反复蒸至表面棕黑色,内部深褐色,切厚片,干燥。或取蒸黄精片,照酒蒸法反复蒸至表面棕黑色,内部深褐色,干燥。该方法对酒黄精的蒸制时间和焖制时间规定均较宽泛,蒸焖次数无明确规定。本文采用正交试验优选酒黄精的炮制工艺,制定了明确的工艺参数。

方法 2 和贵州炮制法相比,浸出物、总多糖和总皂苷含量均明显下降,说明酒黄精炮制时蒸制时间不宜过长。方法 3 和贵州炮制法相比,浸出物含量有所下降,但总多糖和总皂苷含量有所增加,说明蒸

制时间较短时,黄精总多糖和总皂苷破坏较少,但并不利于提高药材浸出物。方法 4 和贵州炮制法相比,浸出物、总多糖和总皂苷含量均有所下降,说明在蒸制次数相同的条件下,蒸制时间过短不利于提高药材浸出物、总多糖和总皂苷含量。方法 5 和贵州炮制法相比,蒸制和焖制时间虽相差不大,但后者为多次蒸焖,且采用蒸制数小时的黄精进行酒制;这 2 种炮制方法的区别可能是贵州炮制法制备的酒黄精总多糖含量更高,而方法 5 制备的酒黄精总皂苷含量更高的原因。从酒黄精检测值的综合评分观察,贵州炮制法和方法 3 为更合理的炮制方法。但不同炮制方法所得炮制品的指标成分含量各不相同。总多糖和总皂苷均为黄精炮制品的药效成分,浸出物检测指标也是评价药材中化学成分总含量及溶出程度的综合指标,应综合考虑、慎重选择。

[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,2010:288-289,附录 X A.

[2] 钟凌云,龚千锋,张的风,等. 黄精炮制研究现状分析[J]. 中药材,2007,30(12):1618-1621.

[3] 冯云霞. 炮制加工对黄精化学成分的影响及其饮片质量研究[D]. 郑州:河南中医学院,2008.

[4] 吴英祥. 炮制工艺对黄精有效成分及指纹图谱的影响[D]. 福州:福建农林大学,2013.

[5] 吴建华,崔於. 酒黄精饮片炮制工艺研究[J]. 陕西中医,2011,32(11):1542-1543

[6] 崔於,吴建华. 正交实验法优选酒黄精的炮制工艺[J]. 北方药学,2012,9(4):25.

[7] 贵州省食品药品监督管理局. 贵州省中药饮片炮制规范[M]. 贵阳:贵州科技出版社,2005:12,223.

[8] 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):163-166.

[责任编辑 刘德文]