

建昌帮辅料糠的质量标准

张金莲^{1,2}, 谢日健^{2,3}, 刘艳菊^{1*}, 李娜², 陈宇帆^{4*}, 钟凌云², 龚千锋², 范晖²

(1. 湖北中医药大学, 武汉 430065; 2. 江西中医药大学, 南昌 330004;

3. 江西青峰医药集团有限公司, 江西 赣州 341000; 4. 赣州市人民医院, 江西 赣州 341000)

[摘要] 目的:建立辅料糠的质量标准,为相关饮片的制备与质量控制提供参考。方法:采用直观描述法描述糠的外观性状,按《中国药典》2015 年版中方法测定糠中水分、总灰分、酸不溶性灰分及水溶性浸出物含量,采用紫外分光光度法测定糠中总黄酮含量,检测波长 510 nm。结果:10 批糠的性状、总灰分、酸不溶性灰分、水溶性浸出物、总黄酮含量均存在差异,总黄酮(以芦丁计)在 3.232~16.16 mg·L⁻¹ 线性关系良好($r=0.9995$),平均回收率 99.31%。结论:建立的方法简便易行、重复性好,可用于糠的质量控制。建议糠的水分 $\leq 14.0\%$,总灰分 $\leq 17.0\%$,酸不溶性灰分 $\leq 15.0\%$,水溶性浸出物 $\geq 1.5\%$,总黄酮质量分数 $\geq 0.16\%$ (以芦丁计)。

[关键词] 建昌帮; 糠; 外观性状; 灰分; 浸出物; 总黄酮; 芦丁

[中图分类号] R283.2; R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2016)22-0031-03

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2016220031

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20160804.1036.004.html>

[网络出版时间] 2016-08-04 10:36

Quality Standard Research on Bran as Auxiliary Material in Jianchang Faction

ZHANG Jin-lian^{1,2}, XIE Ri-jian^{2,3}, LIU Yan-ju^{1*}, LI Na², CHEN Yu-fan^{4*},

ZHONG Ling-yun², GONG Qian-feng², FAN Hui²

(1. Hubei University of Chinese Medicine, Wuhan 430065, China;

2. Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330004, China;

3. Jiangxi Qingfeng Pharmaceutical Group, Ganzhou 341000, China;

4. Ganzhou People's Hospital, Ganzhou 341000, China)

[Abstract] **Objective:** To establish quality standard of bran. **Method:** A intuitive description method was adopted to describe appearance of bran. Moisture, total ash, acid-insoluble ash and water-soluble extract were determined by methods in the 2015 edition of *Chinese Pharmacopoeia*. UV spectrophotometry was employed to determine the content of total flavonoids in bran with detection wavelength at 510 nm. **Result:** Ten batches of bran were different in character, total ash, acid-insoluble ash, water-soluble extract and the content of total flavonoids. There was a good linear relationship of total flavonoids (as rutin) in 3.232-16.16 mg·L⁻¹ with r of 0.9995, the average recovery was 99.31%. **Conclusion:** This method is simple and reproducible for quality control of bran. Moisture, total ash, acid-insoluble ash, water-soluble extract and the content of total flavonoids (as rutin) in bran should be $\leq 14.0\%$, $\leq 17.0\%$, $\leq 15.0\%$, $\geq 1.5\%$ and $\geq 0.16\%$, respectively.

[Key words] Jianchang faction; bran; appearance; ash; extract; total flavonoids; rutin

[收稿日期] 20160229(014)

[基金项目] 国家自然科学基金项目(81560651);江西中医药大学樟帮、建昌帮炮制技术传承研究专项(2012ZX3003)

[第一作者] 张金莲,教授,从事中药学、中药炮制学教学研究, Tel:0791-87118995, E-mail: jxzzjl@163.com

[通讯作者] *刘艳菊,博士,教授,从事中药炮制学研究, Tel:027-68890231, E-mail: lyj1965954@sohu.com;

*陈宇帆,副主任中医师,从事中药临床炮制和临床药学研究, Tel:0797-8069766, E-mail: chen711103@163.com

江西建昌帮是我国南方的一个古药帮,与樟树帮合称为江西帮^[1]。建昌帮具有工具辅料独特、工艺取法烹饪、讲究形色气味、毒性低疗效高的传统炮制风格^[2]。在辅料方面,选料独特,遵古道地,制备考究。其中尤以辅料糠的运用最有特色,用途广泛,有着糠煨、糠炒、糠炙、糠煨、糠炒、蜜糠炙 5 种特色炮制方法。同时还用于净选、润制、吸湿、密封养护等方面,使“南糠北麸”成为南北药帮炮制流派的一个显著区别。

糠为稻谷的外壳,体轻,表面粗糙,易燃,吸水。其性温,入脾、胃经,具有健脾祛湿作用^[3]。糠价廉易得,作为炮制辅料,一物多用,一料多功,在建昌帮煨附子、炒熟地、煨牡蛎^[4]、炒白术及炙黄芪 5 种特色炮制饮片种犹能体现。研究表明糠中含有多糖、脂肪、蛋白质和维生素等化学成分^[5-7],在食品、工业和农业中都得到了一定的应用^[8]。糠中也含有黄酮类化合物,具有显著的抗衰老、降血糖、抗癌、镇痛、抗炎、抗菌等作用^[9]。本实验收集不同产地 10

批糠,对糠外观性状进行了描述,并对其水分、总灰分、酸不溶性灰分、总黄酮等指标进行了测定,拟制定建昌帮辅料糠的质量标准,为相关炮制饮片的研究提供参考。

1 材料

UV-8000S 型紫外-可见分光光度计(上海元析仪器有限公司),BT224S 型 1/10 万电子天平和 BS124 型 1/1 万电子天平[赛多利斯科学仪器(北京)有限公司],YF-111 型高速中药粉碎机(瑞安市永历制药机械有限公司),GZX-9076MBE 型数显鼓风干燥箱(上海博讯实业有限公司),SZ-93 型自动双重纯水蒸馏器(上海雅荣生化仪器设备有限公司)。芦丁对照品(四川省维克奇生物科技有限公司,批号 130607),水为双蒸水,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 鉴别 不同产地 10 个批次糠的外观性状见表 1。

表 1 不同产地糠的外观性状及相关指标的测定

Table 1 Appearance properties and other indexes of bran from different habitats

No.	来源	外观性状	水分	水溶性浸出物	总灰分	酸不溶性灰分	总黄酮
1	江西南昌	长度 0.7~0.9 cm,表面粗糙,金黄色,长梭形	11.8	2.8	11.9	10.2	0.23
2	江西南昌	长度 0.8~1.0 cm,表面粗糙,淡黄色,长梭形	11.6	2.3	10.8	8.9	0.22
3	江西南昌	长度 0.8~1.0 cm,表面粗糙,黄褐色,长梭形	11.9	2.6	9.6	8.9	0.30
4	江西抚州	长度 0.7~0.8 cm,表面粗糙,金黄色,长梭形	11.4	1.7	14.5	12.5	0.19
5	江西抚州	长度 0.6~0.8 cm,表面粗糙,黄色,长梭形	11.5	1.7	16.2	14.6	0.25
6	江西抚州	长度 0.7~0.9 cm,表面粗糙,淡黄色,长梭形	11.6	1.5	16.4	13.8	0.17
7	安徽宿迁	长度 0.5~0.6 cm,表面粗糙,黄褐色,带有黑斑	12.2	2.4	9.5	8.5	0.18
8	安徽宿迁	长度 0.6~0.7 cm,表面粗糙,黄褐色,部分褐色	10.9	2.7	8.9	8.3	0.21
9	安徽宿迁	长度 0.7~0.9 cm,表面粗糙,带有黑斑,黄褐色	13.1	2.7	9.9	9.3	0.28
10	安徽宿迁	长度 0.4~0.7 cm,表面粗糙,黄褐色,有斑点	12.7	2.7	12.0	9.0	0.35

2.2 水分测定 取 10 批糠各 5.0 g,精密称定,按 2015 年版《中国药典》四部通则 0832 第二法^[10]测定,结果见表 1。

2.3 灰分含量测定

2.3.1 总灰分 称取 10 批次糠粉末(过二号筛)2 g,精密称定,按 2015 年版《中国药典》四部通则 2302 总灰分测定法测定^[10],见表 1。

2.3.2 酸不溶性灰分 取 2.3.1 项下所得灰分,按 2015 年版《中国药典》四部通则 2302 酸不溶性灰分测定法测定^[10],见表 1。

2.4 水溶性浸出物的测定 精密称取 10 批糠粉末各约 4.0 g,按 2015 年版《中国药典》四部通则 2201 水溶性浸出物测定法测定^[10],见表 1。

2.5 总黄酮的含量测定^[11-13]

2.5.1 对照品溶液的制备 精密称取已干燥至恒

重的芦丁对照品 2.02 mg,置于 25 mL 量瓶中,加 60% 乙醇溶解并定容至刻度,摇匀,即得。

2.5.2 供试品溶液的制备 精密称取不同产地糠约 1.0 g,将样品置于 100 mL 锥形瓶中,精密加入甲醇 40 mL,于 75 °C 水浴回流提取 0.5 h,过滤,收集滤液。滤渣再重复提取 2 次,过滤,收集滤液。合并 3 次滤液,浓缩溶剂至干,用甲醇溶解并定容至 10 mL 量瓶中,即得。

2.5.3 检测波长的选择 分别吸取芦丁对照品溶液和糠样品溶液 1 mL,置于 25 mL 量瓶中。分别精密加入 5% 亚硝酸钠溶液 1.0 mL,摇匀后静置 6 min;精密加入 10% 硝酸铝溶液 1.0 mL,摇匀后静置 6 min;精密加入 4% 氢氧化钠溶液 10.0 mL,用 60% 乙醇定容至刻度,摇匀后静置 15 min。以 60% 乙醇为空白试剂,用紫外-可见分光光度计在 400~600

nm 扫描,结果对照品溶液和供试品溶液在 510 nm 都有最大吸收,故确定检测波长 510 nm。

2.5.4 线性关系考察 精密吸取芦丁对照品溶液 1.0,2.0,3.0,4.0,5.0 mL,分别置于 25 mL 量瓶中,按 2.5.3 项下方法显色,于 510 nm 处测定吸光度 A,以 A 为纵坐标,质量浓度为横坐标,得到回归方程 $Y = 14.078X - 0.004$ ($r = 0.9995$),线性范围 3.232 ~ 16.16 mg·L⁻¹。

2.5.5 精密密度试验 称取同一样品 6 份,按 2.5.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.5.3 项下方法处理,在 510 nm 处测定 A,结果 RSD 0.8%,表明仪器精密密度良好。

2.5.6 稳定性试验 取同一供试品溶液,按 2.5.3 项下方法处理,分别于 0,10,30,50,70,100 min 测定 A,结果 RSD 1.8%,表明样品溶液在 100 min 内稳定性良好。

2.5.7 重复性试验 精密称取糠样品 6 份约 1.0 g,按 2.5.2 项下方法制备 6 份供试品溶液,按 2.5.3 项下方法处理,在 510 nm 处测定 A,计算 RSD 1.6%,表明该方法重复性良好。

2.5.8 加样回收试验 称取糠样品约 1.0 g,共 6 份,精密称定。各精密加入适量对照品溶液,按 2.5.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.5.3 项下方法处理,在 510 nm 处测定,结果平均回收率 99.31%,RSD 1.1%。见表 2。

表 2 总黄酮含量测定的加样回收率试验

Table 2 Recovery test of determination for total flavonoids

样品中量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
3.808	6.759	98.37		
3.810	6.797	99.57		
3.811	6.737	97.53	99.31	1.1
3.807	6.800	99.77		
3.808	6.834	100.87		
3.805	6.797	99.73		

注:加入量均为 3.00 mg。

2.5.9 样品测定 精密称取不同产地糠样品约 1 g,按 2.5.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.5.3 项下方法处理,在 510 nm 处测定 A,计算总黄酮含量,见表 1。

3 讨论

通过对不同产地 10 个批次米糠的外观性状研究发现,安徽宿迁的米糠与江西南昌、抚州的米糠有明显区别,安徽宿迁的米糠表面具有明显的斑点;江西抚州的米糠的总灰分和酸不溶性灰分含量稍高;

10 批样品的水分、水溶性浸出物亦存在一定差异,这些指标的含量差异可能与生长环境、储存方式等因素有关。

建昌帮炮制法中辅料糠运用独具特色,有糠煨、糠炒、糠焙、糠炒、蜜糠炙 5 种特色炮制方法,特别是在炒法及蜜糠炙法中糠的运用广泛^[3],糠的质量标准至今未被《中国药典》或有关炮制规范收载。本文通过采集不同产地 10 批糠,分别进行了性状观察、水分、灰分、水溶性浸出物及总黄酮含量的测定,综合考虑,建议糠的水分 ≤ 14.0%,总灰分 ≤ 17.0%,酸不溶性灰分 ≤ 15.0%,水溶性浸出物 ≥ 1.5%,总黄酮质量分数 ≥ 0.16% (以芦丁计),为建昌帮糠制饮片的研究提供参考。

[参考文献]

[1] 胡世林. 中国道地药材[M]. 哈尔滨:黑龙江科学技术出版社,1989:20.

[2] 龚千锋. 樟树中药炮制全书[M]. 南昌:江西科技出版社,1990:5.

[3] 张金莲,曾昭君,潘旭兰,等. 砵糠在建昌帮中药炮制中的应用[J]. 中草药,2013,44(21):3092-3094.

[4] 赖中福,杨绍合. 浅述砵糠在煨法炮制中的应用[J]. 传统医药社,2003,12(8):56-57.

[5] 梁丹霞,顾霞敏,许海丹. 米糠多糖的提取及其含量的测定[J]. 科学技术与工程,2010,10(13):173-175.

[6] Gopala Krishna A G, Hemakumar K H, Khatoun S. Study on the composition of rice bran oil and its higher free fatty acids value[J]. J Am Oil Chem Soc, 2006, 83(2): 117-120.

[7] 曹蕊,曹玉华,李楠,等. 高效液相色谱法测定米糠中的水溶性维生素[J]. 食品科技,2007,32(11):157-160.

[8] 童永鹏,阎蒙刚. 米糠的综合利用[J]. 化学教育,2006,27(1):4-5.

[9] 徐竟. 米糠黄酮的逆流提取工艺优化研究[J]. 粮食加工,2008,33(2):30-32.

[10] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 四部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2015:103,202,204.

[11] 林丽微,周毅生,周臻,等. 基于药效学跟踪试验提取分离龙须藤总黄酮及其含量测定[J]. 中国实验方剂学杂志,2015,21(5):103-106.

[12] 李芳,杨培民,曹广尚,等. Box-Behnken 设计-效应面法优化白花蛇舌草总黄酮的提取工艺[J]. 中国实验方剂学杂志,2015,21(8):21-24.

[13] 张金莲,谢日健,刘艳菊,等. 星点设计-效应面法优选蜜糠灸黄芩的炮制工艺[J]. 中国实验方剂学杂志,2016,22(19):14-18.

[责任编辑 刘德文]