

不同处理参数对丹参干制效率及活性成分含量的影响

杨帆¹, 刘伟^{1*}, 吕海花¹, 王晓¹, 耿岩玲¹, 郭兰萍²

(1. 山东省中药质量控制技术重点实验室, 山东省分析测试中心, 济南 250014;
2. 中国中医科学院 中药资源中心, 北京 100700)

[摘要] 目的:研究不同根径及切片厚度对丹参干制效率及有效成分含量的影响。方法:对不同根径、不同厚度的丹参进行干制,利用 HPLC 测定不同干制条件下丹参中有效成分的含量,脂溶性成分的色谱条件为流动相乙腈-0.2% 乙酸水溶液,检测波长 270 nm;水溶性成分的色谱条件为流动相乙腈-0.2% 甲酸水溶液,检测波长 286 nm。结果:同一直径的丹参,切片厚度越小干制效率越高。在水溶性成分中,当迷迭香酸含量最高时,丹参根径 0.3~0.4 cm,切片厚度 0.2~0.3 cm;当丹酚酸 B 含量最高时,丹参根径处于 0.4~0.5 cm,切片厚度 0.2~0.3 cm。在脂溶性成分中,当二氢丹参酮含量最高时,丹参根径 0.4~0.5 cm,切片厚度 0.1~0.2 cm;当隐丹参酮含量最高时,丹参根径 0.3~0.4 cm,切片厚度 0.1~0.2 cm;当丹参酮 I 和丹参酮 II_A 含量最高时,丹参根径 0.4~0.5 cm,切片厚度 0.2~0.3 cm。结论:选用直径 0.4~0.5 cm 和切片厚度 0.2~0.3 cm 的丹参切片进行干制,能最大程度地保证药材品质,为丹参饮片的批量生产和干制工艺的优化提供了理论依据。

[关键词] 丹参; 干制; 根径; 切片厚度; 丹酚酸 B; 二氢丹参酮; 迷迭香酸

[中图分类号] R282.4;R283.6;R284.1;R932 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2017)10-0012-05

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2017100012

[网络出版地址] <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20170307.1614.008.html>

[网络出版时间] 2017-03-07 16:14

Effect of Different Processing Parameters on Drying Efficiency and Active Component Content of *Salviae Miltiorrhizae Radix et Rhizoma*

YANG Fan¹, LIU Wei^{1*}, LYU Hai-hua¹, WANG Xiao¹, GENG Yan-ling¹, GUO Lan-ping²

(1. *Shandong Key Laboratory of Traditional Chinese Medicine Quality Control Technology, Shandong Analysis and Test Center, Ji'nan 250014, China;*
2. *National Resource Center for Chinese Materia Medica, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China*)

[Abstract] **Objective:** To investigate the effect of different root diameters and section thicknesses on drying efficiency and active components content in *Salviae Miltiorrhizae Radix et Rhizoma*. **Method:** HPLC was used to measure the content of active components in *Salviae Miltiorrhizae Radix et Rhizoma* under different drying conditions. The chromatographic conditions of liposoluble components was mobile phase of acetonitrile-0.2% acetic acid and detection wavelength of 270 nm. The chromatographic conditions of water-soluble components was mobile phase of acetonitrile-0.2% formic acid and detection wavelength of 286 nm. **Result:** The thinner of *Salviae Miltiorrhizae Radix et Rhizoma* section, the faster of drying process for the same diameter of roots. The content of rosmarinic acid was the highest as the root diameter was 0.3-0.4 cm and the section thickness was 0.2-0.3 cm. The content of salvianolic acid B was the highest as the root diameter was 0.4-0.5 cm and the section thickness was

[收稿日期] 20161213(020)

[基金项目] 国家自然科学基金项目(81102749,81303161);山东省科技发展计划项目(2015GSF119021)

[第一作者] 杨帆, 硕士, 研究实习员, 从事中药资源研究, Tel:18660107892, E-mail:yangfan65101@126.com

[通讯作者] *刘伟, 博士, 副研究员, 硕士生导师, 从事中药资源研究, Tel:0531-68606191, E-mail:liuwei0074@163.com

0.2-0.3 cm. The content of dihydrotanshinone was the highest as the root diameter was 0.4-0.5 cm and the section thickness was 0.1-0.2 cm. The content of cryptotanshinone was the highest as the root diameter was 0.3-0.4 cm and the section thickness was 0.1-0.2 cm. The content of tanshinone I and tanshinone II_A were the highest as the root diameter was 0.4-0.5 cm and the section thickness was 0.2-0.3 cm. **Conclusion:** When the root diameter is 0.4-0.5 cm and the section thickness is 0.2-0.3 cm, it can ensure the quality of *Salviae Miltiorrhizae Radix et Rhizoma* sections to the maximum extent, this study provides a theoretical basis for optimization of its production and drying technology.

[**Key words**] *Salviae Miltiorrhizae Radix et Rhizoma*; drying; root diameter; section thickness; salvianolic acid B; dihydrotanshinone; rosmarinic acid

丹参是近年来用于心脑血管疾病治疗的重点中药材,具有活血祛瘀、通经止痛之功效^[1],现代药理研究表明丹参可以改善心脏微循环,抗血栓形成、抗血小板聚集、抗凝血,有效促进纤维蛋白原降解,对红细胞起到保护作用,此外中药丹参还具有预防应激性溃疡、抗菌、消炎、抗肿瘤等方面的作用,其主要药效成分为水溶性酚酸、原儿茶醛和脂溶性丹参酮 I,丹参酮 II_A 等^[2-5]。山东作为我国丹参的道地产区和主产区,年产量和种植面积不断增加,年产丹参达 3.2 万吨左右,约占全国丹参产量的 60% 以上^[6-7]。大量资源调查结果和质量分析表明,山东不同产区丹参的主要指标成分如丹参酮 II_A 质量分数 0.33% ~ 0.72%,丹酚酸 B 质量分数 5.3% ~ 11.2%,质量评价指标浮动较大^[8-10],原因除产地、环境、栽培技术等因素外,产地加工方式也是影响其药材品质形成的重要因素。前人主要针对丹参的外部干制工艺方面进行研究,将高温鼓风、真空冷冻以及微波干制等方法运用在药材的干制中,但却忽略了原药材本身和干制前处理可能对药材品质产生的影响。本研究对不同直径丹参进行不同厚度的切片干制,对各种规格的丹参含水率以及有效成分含量进行测定,以干制的效率以及有效成分的含量为评价指标对丹参的规格及干制方法进行优选,以期获得最佳品质丹参切片的干制方法,为丹参大面积生产的产业化加工提供理论依据。

1 材料

BSA124S 型 1/1 万电子天平(赛多利斯科学仪器北京有限公司),GZX-9140 型数显鼓风干燥箱(上海博讯实业有限公司),1120 型高效液相色谱仪(美国安捷伦公司)。丹参药材取样于莱芜紫光生态园丹参种植基地,去除芦头、须根和泥土,采样时间 2015 年 10 月,经山东中医药大学李佳教授鉴定为唇形科植物丹参 *Salvia miltiorrhiza* 的根;二氢丹参酮,隐丹参酮,丹参酮 I,丹参酮 II_A 和丹酚酸 B

对照品(自制,经 HPLC 测定,纯度均 ≥ 98%);迷迭香酸对照品(成都曼斯特生物科技有限公司,批号 MUST-12020702,纯度 ≥ 98%),水为去离子水,甲醇、乙醇、甲酸、乙酸和乙腈为色谱纯,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 材料预处理 选择直径 0.3 ~ 0.4, 0.4 ~ 0.5, 0.5 ~ 0.6 cm 的丹参药材,除去芦头、须根和泥沙,对每个直径的药材分别切取厚度为 0.1 ~ 0.2, 0.2 ~ 0.3, 0.3 ~ 0.4, 0.4 ~ 0.5 cm 的段。称取每个厚度的丹参 0.5 g,在 40 °C 条件下干制,每隔 1 h 称定 1 次质量,计算丹参的含水率,恒重后,将药材粉碎,备用。

2.2 色谱条件 Symmetry C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),脂溶性成分(二氢丹参酮,隐丹参酮,丹参酮 I 和丹参酮 II_A)测定条件为流动相乙腈(A)-0.2% 乙酸水溶液(B)梯度洗脱(0 ~ 16 min, 55% B; 16 ~ 17 min, 55% ~ 65% B; 17 ~ 25 min, 65% B; 25 ~ 26 min, 65% ~ 70% B; 26 ~ 38 min, 70% B),检测波长 270 nm,柱温 25 °C,流速 1.0 mL·min⁻¹,进样量 10 μL;水溶性成分(迷迭香酸和丹酚酸 B)分析条件为流动相乙腈(A)-0.2% 甲酸水溶液(B)梯度洗脱(0 ~ 33 min, 18% ~ 30% B; 33 ~ 34 min, 30% ~ 100% B; 34 ~ 40 min, 100% ~ 18% B),检测波长 286 nm,柱温 25 °C,流速 1.0 mL·min⁻¹,进样量 5 μL。

2.3 对照品溶液的制备 分别精密称取丹参酮 I,丹参酮 II_A,二氢丹参酮和隐丹参酮 3.2, 3.7, 3.4, 3.2 mg,加甲醇溶解后分别定容于 25 mL 量瓶中,依次精密吸取 1, 3, 3, 3 mL 于 10 mL 量瓶中,配制脂溶性成分的混合对照品溶液。分别精密称取丹酚酸 B 和迷迭香酸 3.1, 1.2 mg,分别加甲醇溶解后定容于 10 mL 量瓶中,得各自成分的对照品溶液。

2.4 供试品溶液的制备 取干制后的不同类型的

丹参样品粉末,置于磨口锥形瓶中,加入 70% 乙醇 50 mL,超声提取 30 min(功率 140 W,频率 42 kHz,下同),冷却至室温,过滤,定容,过 0.45 μm 微孔滤膜,得丹参脂溶性成分的供试品溶液,保存备用;取干制后的不同类型的丹参样品粉末,置磨口锥形瓶中,加入 60% 甲醇 50 mL,超声提取 30 min,冷却至室温,过滤,定容,过 0.45 μm 微孔滤膜,得丹参水溶性成分的供试品溶液,保存备用。

2.5 线性关系考察 取配制好的对照品溶液,脂溶性成分的混合对照品溶液分别进样 0.5, 2, 5, 10, 20, 25 μL,水溶性成分迷迭香酸对照品溶液分别进样 1, 5, 10, 15, 20, 25 μL,丹酚酸 B 对照品溶液分别进样 2, 5, 10, 15, 20, 25 μL,按 2.2 项下色谱条件测定。以进样量为横坐标,峰面积积分为纵坐标,得 6 个成分的回归方程,见表 1。结果表明各成分在相应的进样量范围内与峰面积积分值的线性关系良好。

表 1 丹参中 6 个指标成分的标准曲线与线性范围

Table 1 Standard curves and linear ranges of six components in *Salviae Miltiorrhizae Radix et Rhizoma*

成分	标准曲线	R ²	线性范围/μg
二氢丹参酮	$Y = 3\ 895.6X - 3.153$	0.999	0.020 4 ~ 1.02
隐丹参酮	$Y = 2\ 553.1X - 1.682$	1.000	0.019 2 ~ 0.96
丹参酮 I	$Y = 2\ 273.3X - 9.928$	1.000	0.006 4 ~ 0.32
丹参酮 II _A	$Y = 1\ 978.7X - 1.910$	0.999	0.022 2 ~ 1.11
迷迭香酸	$Y = 973.23X + 12.688$	1.000	0.120 0 ~ 3.00
丹酚酸 B	$Y = 554.41X - 6.087$	0.999	0.620 0 ~ 7.75

2.6 精密度试验 取脂溶性和水溶性成分的对照品溶液,按 2.2 项下色谱条件连续进样 6 次,计算二氢丹参酮,隐丹参酮,丹参酮 I,丹参酮 II_A,迷迭香酸和丹酚酸 B 峰面积的 RSD 分别为 1.3%, 1.0%, 1.2%, 1.3%, 1.4% 和 0.9%,表明仪器精密度良好。

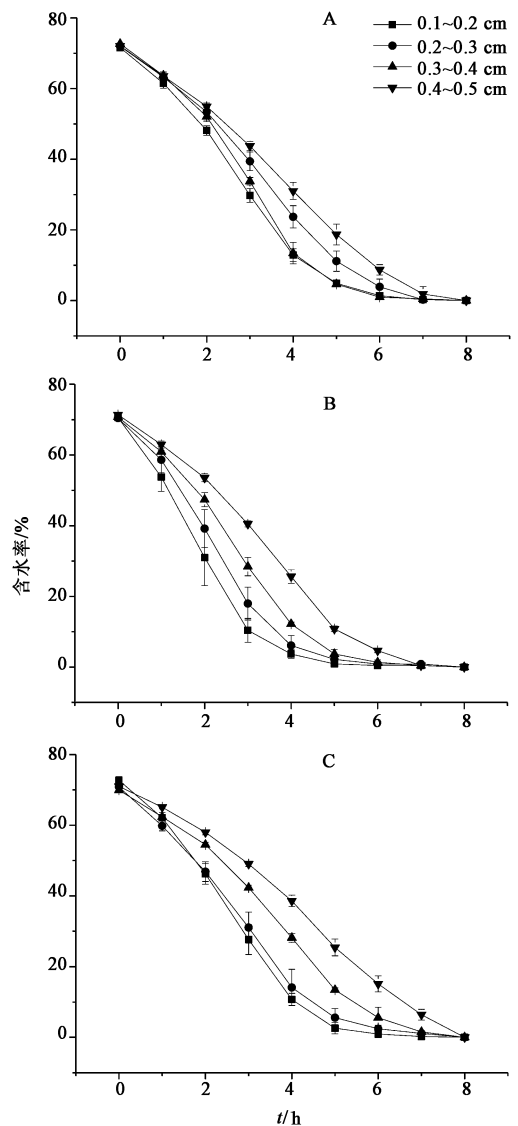
2.7 稳定性试验 取同一供试品溶液 6 份,分别于 0, 1, 3, 5, 10 h 按 2.2 项下色谱条件测定,结果二氢丹参酮,隐丹参酮,丹参酮 I,丹参酮 II_A,迷迭香酸,丹酚酸 B 峰面积的 RSD 分别为 1.7%, 1.3%, 1.4%, 1.6%, 1.1% 和 1.3%,表明供试品溶液至少在 10 h 内稳定。

2.8 重复性试验 精密称取同一批丹参粉末约 1.5 g,共 6 份,按 2.4 项下方法制备供试品溶液,按 2.2 项下色谱条件测定,结果二氢丹参酮,隐丹参酮,丹参酮 I,丹参酮 II_A,迷迭香酸和丹酚酸 B 峰面积的 RSD 分别为 1.7%, 1.2%, 1.5%, 1.8%,

1.6% 和 1.2%。

2.9 加样回收率试验 取同一批丹参粉末约 1.5 g,共 6 份,精密称定,按各成分在药材中的质量分数不同分别加入适量对照品,按 2.4 项下方法制备供试品溶液,按 2.2 项下色谱条件测定,结果二氢丹参酮,隐丹参酮,丹参酮 I,丹参酮 II_A,迷迭香酸和丹酚酸 B 的平均加样回收率分别为 99.6%, 96.7%, 99.1%, 98.9%, 98.6% 和 99.1%, RSD 依次为 1.4%, 1.2%, 0.9%, 1.3%, 1.1% 和 1.5%。

2.10 根径和厚度对丹参切片含水率的影响 干制速率是影响丹参大批量加工生产的重要因素,不同根径和厚度对丹参切片含水率的影响见图 1。



A. 根径 0.3 ~ 0.4 cm; B. 根径 0.4 ~ 0.5 cm; C. 根径 0.5 ~ 0.6 cm

图 1 不同厚度丹参切片的含水率变化曲线

Fig. 1 Moisture content variation curves of *Salviae Miltiorrhizae Radix et Rhizoma* sections with different thicknesses

同一个直径的丹参,切片厚度越薄干制速率越

快。同一干燥时刻,根径 0.4 ~ 0.5 cm 的丹参含水率较低。不同根径的丹参,在切片厚度 0.1 ~ 0.2 cm 和 0.2 ~ 0.3 cm 时含水率下降较快。对比前期实验,阴干条件下,丹参含水率下降缓慢,丹参恒重约需要 72 h,干制效率过低。因此,就干制效率而言,根径 0.4 ~ 0.5 cm 和切片厚度 0.1 ~ 0.2 cm 的丹参切片干制效率最高。

2.11 不同根径、切片厚度对丹参水溶性成分含量

表 2 根径长度及切片厚度对丹参中迷迭香酸和丹酚酸 B 含量的影响

Table 2 Rosmarinic acid and salvianolic acid B contents in different root diameters and section thicknesses of *Salviae Miltiorrhizae Radix et Rhizoma* mg·g⁻¹

成分	根径长度/cm	厚度/cm			
		0.1~0.2	0.2~0.3	0.3~0.4	0.4~0.5
迷迭香酸	0.3~0.4	3.79	5.10	4.83	4.95
	0.4~0.5	4.59	4.95	4.70	4.51
	0.5~0.6	3.39	4.71	4.41	4.36
丹酚酸 B	0.3~0.4	30.23	32.45	32.03	30.93
	0.4~0.5	33.96	35.08	30.77	34.39
	0.5~0.6	31.48	32.56	34.72	31.65

2.12 不同根径、切片厚度对丹参脂溶性成分含量的影响 测定丹参中 4 种主要脂溶性成分的含量,见表 3。结果发现二氢丹参酮最高质量分数出现于根径 0.4 ~ 0.5 cm,切片厚度 0.1 ~ 0.2 cm 的丹参中,隐丹参酮最高质量分数出现在根径 0.3 ~ 0.4 cm,切片厚度为 0.1 ~ 0.2 cm 的丹参中,丹参酮

的影响 优良的中药材干制工艺不仅要提高干制的效率,更重要的是要保证干制后药材的有效成分含量。通过测定不同处理条件下丹参中 2 种水溶性成分的含量,见表 2。结果发现迷迭香酸的最高质量分数出现在根径 0.3 ~ 0.4 cm,切片厚度 0.2 ~ 0.3 cm 的丹参中,丹酚酸 B 的最高质量分数出现在根径 0.4 ~ 0.5 cm,切片厚度 0.2 ~ 0.3 cm 的丹参中。

I 和丹参酮 II_A 的最高质量分数出现在根径 0.4 ~ 0.5 cm,切片厚度 0.2 ~ 0.3 cm 的丹参中。综合不同处理下丹参水溶性和脂溶性成分含量变化情况,当选用直径 0.4 ~ 0.5 cm,切片厚度 0.2 ~ 0.3 cm 的丹参切片进行干制,能最大程度地保证其药用成分含量。

表 3 根径长度和切片厚度对丹参中脂溶性成分含量的影响

Table 3 Contents of liposoluble components in different root diameters and section thicknesses of *Salviae Miltiorrhizae Radix et Rhizoma* mg·g⁻¹

成分	根茎长度/cm	厚度/cm			
		0.1~0.2	0.2~0.3	0.3~0.4	0.4~0.5
二氢丹参酮	0.3~0.4	0.45	0.35	0.39	0.36
	0.4~0.5	0.62	0.57	0.36	0.56
	0.5~0.6	0.46	0.21	0.32	0.37
隐丹参酮	0.3~0.4	6.33	4.67	4.32	4.05
	0.4~0.5	5.91	5.78	4.21	4.50
	0.5~0.6	3.77	1.63	2.67	3.70
丹参酮 I	0.3~0.4	0.77	0.64	0.61	0.65
	0.4~0.5	0.77	0.90	0.75	0.70
	0.5~0.6	0.56	0.27	0.60	0.68
丹参酮 II _A	0.3~0.4	4.97	4.74	3.68	4.07
	0.4~0.5	4.76	5.26	4.31	3.84
	0.5~0.6	2.79	2.09	3.04	4.01

3 讨论

丹参传统的干制方式为阴干或晒干,干制周期

过长,随着丹参用量及生产规模的逐渐扩大,传统的干制方式已经不能满足现代大规模生产的需求。近

几年,高温鼓风、真空冷冻以及微波干制等方法被广泛应用于药材的干制过程,这些干制方法具有省时省力,干制效率高,药材品质好的优点。研究发现当风温取70℃,风速取0.7 m·s⁻¹时,丹参色泽和气味较好,而且干制时间短^[11];张薇等^[12]采用微波干制的方法对丹参进行质量评价研究,发现微波干制提高了药材干制速度和质量,药材外观好,可有效减少丹参有效成分的损失;赵欣^[13]以丹参酮为考察指标,发现60℃烘干的丹参中丹参酮含量最高。说明外部因素对丹参干制后的药材品质会产生显著影响,但药材的干制效率除了与外部因素有关外,还可能与药材本身有关。本研究考察了规格、切片厚度等因素对丹参药材品质的影响,证明不同根径、切片厚度对丹参干制效率及有效成分含量会产生较大影响。综合考虑干制药材的含水率变化及丹参中有效成分含量的变化,选出了最佳根径0.4~0.5 cm和切片厚度0.2~0.3 cm。采用此方法进行干制,不仅能够提高干制效率,而且能最大程度地提高其药用成分含量,保证药材品质,为丹参的深加工提供优质原材料。但此方法只在40℃干制条件的丹参切片中进行试验,该方法是否适用于所有的干制方式,还有待进一步研究确认。

[参考文献]

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[M]. 北京:中国医药科技出版社,2015:76.
[2] SU C Y, MING Q L, Rahman K, et al. *Salvia miltiorrhiza*: traditional medicinal uses, chemistry, and pharmacology[J]. Chin J Nat Med, 2015, 13(3):

163-182.

[3] 赵洁,张文. 丹参对幼年大鼠应激性溃疡预防作用机制的实验研究[J]. 儿科药学杂志,2009,15(6):7-10,16.
[4] 刘伟,吕海花,周洁,等. 须根腐解对丹参根际土壤基本理化性质的影响[J]. 中国实验方剂学杂志,2016,22(7):42-45.
[5] WANG B Q. *Salvia miltiorrhiza*: chemical and pharmacological review of a medicinal plant[J]. J Med Plants Res,2010,425(25):2813-2820.
[6] 王志芬,刘喜民. 山东省丹参药材产业现状与发展策略[J]. 山东农业科学,2012,44(8):131-132,136.
[7] 蒲晓芳,李佳. 丹参产况和商品丹参的主要流向调查[J]. 中国医药指南,2013,11(15):666-667.
[8] 刘伟,张琳,周洁,等. 白花丹参与丹参活性成分积累比较研究[J]. 植物科学学报,2013,31(6):596-602.
[9] 徐新刚,时延增,单卫华,等. 山东不同地产丹参的质量研究[J]. 时珍国医国药,1996,7(2):98-100.
[10] 邵林,郭庆梅,李明娟,等. 不同产地丹参指标性成分和浸出物的含量测定[J]. 中华中医药学刊,2010,28(1):85-87.
[11] 张仲欣,谢桂兰. 丹参干燥工艺参数的研究[J]. 农产品加工·学刊,2006(10):74-76.
[12] 张薇,邹兆重,刘慧珍,等. 微波干燥丹参药材及其质量评价研究[J]. 中国中医药信息杂志,2010,17(12):36-38.
[13] 赵欣. 丹参根干燥工艺初步研究[J]. 中国民族民间医药,2013,22(15):15-16.

[责任编辑 刘德文]