

土木香趁鲜切制与传统切片方法的比较

马玉斌*

(张家口宣化钢铁公司职工医院药剂科, 河北 张家口 075000)

[摘要] **目的:**探讨鲜切土木香饮片的可行性,对土木香传统切片工艺进行改良。**方法:**以土木香内酯、异土木香内酯及总黄酮含量为指标,通过正交试验考察含水量、干燥方式及切片厚度对土木香直接鲜切饮片工艺的影响,并与传统切片工艺进行比较。采用紫外分光光度法测定总黄酮含量;HPLC测定土木香内酯和异土木香内酯含量,色谱条件为 SHIMADZU C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×200 mm, 5 μm),流动相乙腈-0.1%磷酸溶液(50:50),柱温 30℃,流速 1.0 mL·min⁻¹,检测波长 220 nm,进样量 20 μL。**结果:**优选的鲜切饮片工艺为土木香药材在含水量为 35%时切片,饮片厚度 2.5~3.0 mm,阴干。鲜切饮片中土木香内酯、异土木香内酯及总黄酮质量分数分别为(22.41±1.38), (12.87±0.73), (15.04±0.64) mg·g⁻¹,传统工艺切制饮片则依次为(22.94±1.24), (13.24±0.83), (14.12±0.58) mg·g⁻¹。**结论:**趁鲜切制土木香饮片产品质量稳定,具有推广意义。

[关键词] 土木香; 趁鲜切制; 土木香内酯; 异土木香内酯; 总黄酮; 高效液相色谱法

[中图分类号] R282.4; R283.3; R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)21-0030-03

[doi] 10.11653/syfy2013210030

Comparison of Traditional Slicing Method and Fresh-Cut Method for Inulae Radix

MA Yu-bin*

(Department of Pharmacy, Xuanhua Iron and Steel Company Workers Hospital, Zhangjiakou 075000, China)

[Abstract] **Objective:** To evaluate feasibility of fresh-cut process for Inulae Radix and improve traditional slicing process of it. **Method:** The contents of alantolactone, isoalantolactone and total flavonoids were employed as indicators, effects of water content, drying styles and slice thickness on fresh-cut process of Inulae Radix were investigated by orthogonal test, then compared with conventional slicing process. The content of total flavonoids was determined by UV; The contents of alantolactone and isoalantolactone were determined by HPLC, chromatographic conditions were as follows: SHIMADZU C₁₈ column (4.6 mm×200 mm, 5 μm), mobile phase of acetonitrile-0.1% phosphoric acid (50:50), column temperature 30℃, flow rate 1.0 mL·min⁻¹, detection wavelength 220 nm, injection volume 20 μL. **Result:** Optimized fresh-cut process was: water content 35%, drying styles of shade drying, slice thickness 2.5-3.0 mm. The contents of alantolactone, isoalantolactone and total flavonoids from fresh-cut pieces were (22.41±1.38), (12.87±0.73), (15.04±0.64) mg·g⁻¹, but in traditional slicing process were (22.94±1.24), (13.24±0.83), (14.12±0.58) mg·g⁻¹. **Conclusion:** Fresh-cut process of Inulae Radix was stable and meaningful.

[Key words] Inulae Radix; fresh-cut; alantolactone; isoalantolactone; total flavonoids; HPLC

[收稿日期] 20130402(002)

[基金项目] 河北省中药药局项目(2010046)

[通讯作者] * 马玉斌, 硕士, 副主任药师, 从事中药新药开发研究, Tel: 0313-8675577, E-mail: yubinma@126.com

土木香具有健脾和胃、行气止痛、安胎等功效,常用于治疗脘腹胀痛、呕吐泻痢、盆气作痛、胎动不安^[1]。现代药理研究表明其主要活性成分为土木香内酯和异土木香内酯,具有抗炎、抗菌、抑制肿瘤细胞等作用^[2-4];另有研究证实土木香富含黄酮类

物质^[5]。现行的土木香饮片加工工艺为晚秋采挖,除去泥沙后干燥,切片前需用水软化,该饮片加工过程费工费时,且可能会导致有效成分的流失,甚至使药材发霉变质。山药、乌药、白芍等药材有在产地趁鲜切片的习惯^[6],且相关研究较多。本实验拟对土木香在产地进行鲜切饮片,以总黄酮、土木香内酯和异土木香内酯含量为评价指标,采用正交试验优选土木香的鲜切饮片工艺,并对饮片质量进行评价,为鲜切工艺的应用提供理论依据。

1 材料

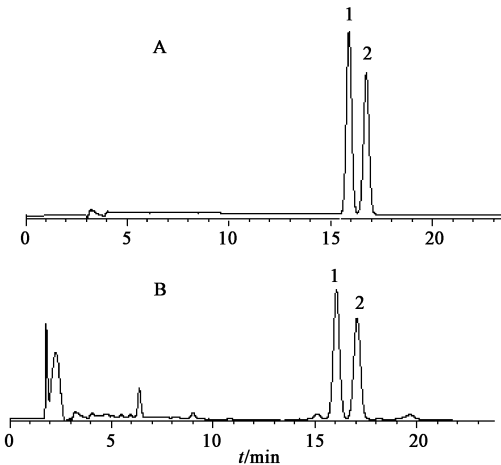
1100 系列高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司), ZNY-686 型中药切片机(长沙中南制药机械厂), JPCQ0628 型全数字超声波发生器(武汉嘉鹏电子有限公司)。

土木香内酯、芦丁对照品(中国食品药品检定研究院,批号分别为 110760-201008, 100080-200707), 异土木香内酯对照品(南京泽朗医药科技开发有限公司,纯度 > 98%,批号 200910), 土木香(购自河北安国大营村,经河北北方学院中医学院赵恒成教授鉴定为菊科植物土木香 *Inula helenium* L. 的干燥根), 乙腈、甲醇为色谱纯,水为娃哈哈纯净水,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 土木香内酯和异土木香内酯的含量测定^[7]

2.1.1 色谱条件 SHIMADZU C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 200 mm, 5 μm), 流动相乙腈-0.1% 磷酸溶液(50:50), 柱温 30 °C, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长 220 nm, 进样量 20 μL, 见图 1。



A. 对照品; B. 供试品; 1. 异土木香内酯 2. 土木香内酯

图 1 土木香 HPLC

2.1.2 对照品溶液的制备 分别精密称取土木香内酯和异土木香内酯对照品 4.28, 3.96 mg, 分别置

于 100 mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,即得。

2.1.3 供试品溶液的制备 取过 3 号筛的土木香粉末 1 g, 精密称定,置于具塞锥形瓶中,加甲醇 25 mL 使溶解,称定质量,超声处理 30 min,冷却至室温,称定质量,用甲醇补足减失的质量,经 0.22 μm 微孔滤膜滤过,弃去初滤液,取续滤液,即得。

2.2 总黄酮的含量测定^[5]

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取干燥至恒重的芦丁对照品 6.22 mg,置于 25 mL 量瓶中,用 65% 乙醇溶液定容至刻度,即得。

2.2.2 供试品溶液的制备 取过 3 号筛的土木香粉末 1 g, 精密称定,置于具塞锥形瓶中,加 65% 乙醇溶液 25 mL,称定质量,超声处理 30 min,超声完毕后放冷,用 65% 乙醇补足质量,经 0.45 μm 微孔滤膜滤过,取续滤液,即得,备用。

2.2.3 样品测定 取供试品溶液 1 mL,分别加入 5% NaNO₂ 溶液和 10% Al(NO₃)₃ 溶液各 1 mL,摇匀 6 min,加入 4% NaOH 溶液 10 mL,摇匀,15 min 后加水定容至刻度,于 510 nm 处测定吸光度,计算总黄酮含量。

2.3 样品制备 霜降后采挖土木香,除去茎叶、须根和泥土。

2.3.1 传统土木香饮片 土木香药材晾干,制成成品药材,润湿软化,切片,饮片厚度 2 ~ 3 mm。

2.3.2 直接鲜切饮片 在预试验基础上,选取水分含量、干燥方式及切片厚度为考察因素,以总黄酮、土木香内酯和异土木香内酯含量为评价指标,每因素设定 3 个水平,采用 L₉(3⁴) 正交试验优化土木香鲜切工艺,因素水平见表 1,试验安排及结果见表 2。

表 1 土木香产地鲜切工艺正交试验因素水平

水平	A 含水量/%	B 干燥方式	C 切片厚度/mm
1	25	阴干	1.6 ~ 2.0
2	35	晒干	2.1 ~ 2.5
3	45	40 °C	2.6 ~ 3.0

由正交试验结果可知,鲜切工艺各因素对土木香内酯和异土木香内酯含量的影响顺序均为 C > B > A,对总黄酮含量的影响顺序为 A > C > B,综合考虑实际操作和生产成本,确定最终鲜切工艺为 A₂B₁C₃,即土木香药材在含水量为 35% 时切片,饮片厚度 2.5 ~ 3.0 mm,阴干。

2.4 验证试验 净选土木香药材共 3 份,每份 5 kg,按优选的鲜切工艺进行切片,结果土木香内酯、

异土木香内酯及总黄酮质量分数 ($\bar{x} \pm s$) 分别为 (22.41 ± 1.38), (12.87 ± 0.73), (15.04 ± 0.64) mg·g⁻¹。净选土木香药材共 3 份,每份 5 kg,采用传统工艺切制,结果土木香内酯、异土木香内酯及总黄酮质量分数分别为 (22.94 ± 1.24), (13.24 ± 0.83), (14.12 ± 0.58) mg·g⁻¹。表明鲜切工艺中总黄酮含量高于传统切片技术,而土木香内酯和异土木香内酯含量较后者略低,经统计学分析无显著性差异。

表 2 土木香鲜切工艺正交试验安排

No.	A	B	C	异土木香内酯 /mg·g ⁻¹	土木香内酯 /mg·g ⁻¹	总黄酮 /mg·g ⁻¹
1	1	1	1	10.42	19.47	12.06
2	1	2	2	10.89	21.52	13.13
3	1	3	3	11.78	23.18	13.58
4	2	1	2	12.19	24.85	14.82
5	2	2	3	11.46	22.68	13.89
6	2	3	1	10.27	21.57	12.94
7	3	1	3	12.05	24.35	13.89
8	3	2	1	11.37	22.17	13.67
9	3	3	2	10.22	20.18	12.46
K _{1i}	11.03	11.55	10.69			
K _{2i}	11.31	11.24	11.10			
K _{3i}	11.21	10.76	11.76			
K _{1a}	21.39	22.89	21.07			
K _{2a}	23.03	22.12	22.18			
K _{3a}	22.23	21.64	23.40			
K _{1f}	12.92	13.59	12.89			
K _{2f}	13.88	13.56	13.47			
K _{3f}	13.34	12.99	13.78			
R _i	0.28	0.79	1.07			
R _a	1.64	1.24	2.33			
R _f	0.96	0.60	0.89			

注:i 为异土木香内酯,a 为土木香内酯,f 为总黄酮。

3 讨论

以极性较小的土木香内酯、异土木香内酯和极性较大的总黄酮含量为指标,对土木香饮片的 2 种加工工艺进行比较,结果发现传统工艺与鲜切工艺相比,非极性成分含量变化不大,而总黄酮含量有所降低,可能是在传统工艺加工过程中,由于软化导致部分黄酮类成分随水流失。另土木香内酯和异土木香内酯具有一定挥发性,饮片长期放置可能会导致其含量下降,贮存时需要加以注意。考察了含水量对饮片鲜切工艺的影响,结果发现土木香药材含水量约 35% 时,切制的饮片外观平整、片型较好,而传统方法切片时,药材的软化程度主要凭经验判断,选择含水量作为饮片切制时的控制指标,比传统感觉判断更为客观。

[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: 15.
- [2] Dirsch V M, Stuppner H, Vollmar A M. Cytotoxic sesquiterpene lactones mediate their death-inducing effect in leukemia T cells by triggering apoptosis[J]. *Planta Med*, 2001, 67(6): 557.
- [3] Chaadaeva A V, Tenkeeva I I, Moiseeva E V, et al. Antitumor activity of the plant remedy peptide extract PE-PM in a new mouse T-lymphoma/leukemia model [J]. *Biomed Khim*, 2009, 55(1): 81.
- [4] Nesterova Iu V, Zelenskaia K L, Vetoshkina T V, et al. Mechanisms of antistressor activity of *Inula helenium* preparations[J]. *Eksp Klin Farmakol*, 2003, 66(4): 63.
- [5] 赵永明, 张敬, 王哲, 等. 土木香根中土木香内酯和异土木香内酯的微波辅助提取工艺优化[J]. *中国实验方剂学杂志*, 2013, 19(8): 30.
- [6] 郭双庚, 周超凡. 中药材趁鲜切制的探讨[J]. *中国中药杂志*, 1990, 15(5): 259.
- [7] 王金, 李素霞, 赵永明, 等. 正交试验法优化土木香根中土木香内酯和异土木香内酯的提取工艺[J]. *中国实验方剂学杂志*, 2012, 18(12): 36.

[责任编辑 仝燕]