

## 肉豆蔻制霜新工艺优选及质量评价

胡娜, 刘欢, 袁子民\*, 程岚, 贾天柱  
(辽宁中医药大学, 沈阳 116600)

**[摘要]** 目的: 建立机械压榨法制备肉豆蔻霜的新工艺, 并与传统工艺进行比较。方法: 以出油量及性状为指标, 采用单因素试验考察压榨次数和温度对机械压榨工艺的影响。以制霜前后脂肪油、挥发油、总木脂素、去氢二异丁香酚的含量为指标, 考察传统法与机械压榨法制霜工艺对肉豆蔻中化学成分的影响。采用 HPLC 测定去氢二异丁香酚含量, 色谱条件为 Diamonsil C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 柱温 30 °C, 流动相甲醇-水梯度洗脱, 检测波长 274 nm, 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 进样量 20 μL。结果: 优选的机械压榨制霜工艺为压榨温度 80~90 °C, 压榨 2 次, 出油率达 30.8%。与生品相比, 肉豆蔻机械制霜后脂肪油、挥发油、总木脂素、去氢二异丁香酚的含量均降低, 但与传统压榨后含量相近。结论: 机械压榨法方便、快捷, 利于工业化生产, 可替代传统压榨法。

**[关键词]** 肉豆蔻; 机械压榨法; 传统压榨法; 质量评价; 含量测定

**[中图分类号]** R283.3; R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)21-0010-03

**[doi]** 10.11653/syjf2013210010

## New Technology Optimization and Quality Evaluation of Myristicae Semen into Frostlike Powder

HU Na, LIU Huan, YUAN Zi-min\*, CHENG Lan, JIA Tian-zhu  
(Liaoning University of Traditional Chinese Medicine, Shenyang 116600, China)

**[Abstract]** **Objective:** To establish a new technology of mechanical compression for Myristicae Semen into frostlike powder and compare with traditional compression process. **Method:** With oil yield and properties as indexes, single factor tests were adopted optimize mechanical compression process with compression times and temperature as factors. With the contents of fatty oil, volatile oil, total lignans and dehydrodiisoeugenol before and after pressing into frostlike powder, then investigate effect of mechanical compression and traditional compression into frost-like powder to chemical composition in Myristicae Semen. The content of dehydrodiisoeugenol was determined by HPLC, chromatographic conditions were as follows: Diamonsil C<sub>18</sub> column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), column temperature 30 °C, mobile phase of methanol-water gradient elution, detection wavelength 274 nm, flow rate 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, injection volume 20 μL. **Result:** Optimized mechanical compression process was: compression temperature 80-90 °C with 2 times, oil yield 30.8%. Compared with raw products, the contents of fatty oil, volatile oil, total lignans, dehydrodiisoeugenol were all reduced after mechanical compression into frost-like powder, but it was similar to traditional compression into frost-like powder. **Conclusion:** Mechanical compression process was convenient, quick and suitable for industrial production, it could replace traditional compression method.

**[Key words]** Myristicae Semen; mechanical compression; traditional compression; quality evaluation; content determination

**[收稿日期]** 20130425(005)

**[基金项目]** 国家自然科学基金项目(81274084)

**[第一作者]** 胡娜, 硕士, 从事中药药效物质基础研究, Tel:13478460581, E-mail:huna870112@163.com

**[通讯作者]** \* 袁子民, 博士, 副教授, 从事中药炮制工艺及质量标准研究, Tel:0411-87586010, E-mail:yuanzmin@163.com

肉豆蔻的炮制方法包括煨、炒、蒸、制霜等,最早的面煨记载于《雷公炮炙论》。其主要成分包括脂肪油(25%~46%)和挥发油(>6.0%)等,但肉豆蔻的多种炮制方法均强调去油。研究表明挥发油中肉豆蔻醚、黄樟醚为毒性成分,脂肪油中三豆蔻酸甘油酯和少量的油酸甘油酯具有滑肠作用,肉豆蔻制霜后,挥发油、脂肪油含量下降,毒性减轻,并能增强固肠止泻作用<sup>[1-3]</sup>。制霜炮制方法在明代《秘传证治要诀及类方》中首次提出“面包煨去油,取霜”,清代《良朋》、《医案》中均有记载,目前安徽、江西、贵州等省炮制规范中均记载肉豆蔻霜<sup>[4-6]</sup>,临床处方中常以肉豆蔻霜应用治疗慢性泄泻、小儿厌食等<sup>[7-8]</sup>。传统肉豆蔻制霜制法为“取肉豆蔻研碎如泥,用多层草纸包裹,压榨去油,反复压榨至去尽油为度”<sup>[9]</sup>。本实验采用机械压榨法对肉豆蔻的制霜工艺进行改进,并与传统法进行比较,测定制霜前后肉豆蔻中挥发油、脂肪油、总木脂素含量,考察机械压榨制霜与传统制霜对肉豆蔻中化学成分的影响,为肉豆蔻霜的工业化生产提供可行依据。

## 1 材料

SD-3 型手动双杆液压榨油机(哈尔滨新彪电器制造厂),CPZ25D 型 1/10 万电子天平(德国赛多利斯公司),U-3010 型紫外-可见分光光度计(日本日立公司),1100 系列高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司),202-0 型台式干燥箱(北京市永光明医疗仪器厂),HH-4 型恒温水浴锅(国华电器有限公司)。

肉豆蔻购自河北安国,产地马来西亚,批号 080814,经辽宁中医药大学药学院贾天柱教授鉴定为肉豆蔻科植物肉豆蔻 *Myristica fragrans* Houtt. 的干燥成熟种仁。去氢二异丁香酚对照品(中国食品药品检定研究院,批号 11838-201102),甲醇为色谱纯,水为纯净水,其他试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 机械压榨工艺考察**<sup>[10-11]</sup> 将肉豆蔻生品去净杂质,粉碎,过 20 目筛,得肉豆蔻粗粉。

**2.1.1 温度** 取肉豆蔻粗粉 500 g,分别在不同温度(40~50,60~70,80~90℃)下用榨油机压榨去油,其他条件不变,压榨去油 1 次,不再出油时停止压榨,结果出油量分别为 49.61,75.80,97.17 g,性状分别为棕黄色松散粉末(显油性),黄色松散粉末(稍显油性),淡黄色松散粉末(稍显油性),表明温度可能会对肉豆蔻中有些成分产生不良影响,故肉豆蔻压榨去油的最佳温度 80~90℃。

**2.1.2 压榨次数** 取肉豆蔻粗粉 500 g,在 80~

90℃下用榨油机压榨去油,不再出油时停止压榨,每次压榨后,计算出油量,粉碎后再次压榨,分别压榨 1,2,3 次,结果出油量分别为 97.17,156.23,160.24 g,性状分别为淡黄色松散粉末(稍显油性),灰白色松散粉末(几乎不显油性),灰白色松散粉末(几乎不显油性),故选择压榨 2 次。

**2.1.3 验证试验** 取肉豆蔻粗粉 3 份,每份 500 g,分别于 80~90℃压榨 2 次,计算出油率分别为 29.2%,32.8%,30.4%,表明优选的工艺除油率稳定,重复性好,可操作性强。

**2.2 传统工艺压榨** 取肉豆蔻粗粉,草纸包裹,反复压榨,不断更换草纸,至压榨后草纸上无油。

**2.3 挥发油的含量测定** 分别取肉豆蔻生品、机械压榨和传统压榨的肉豆蔻霜适量,按照《中国药典》2010 年版(一部)附录 XD 挥发油含量测定方法,测定肉豆蔻压榨前后挥发油含量,结果见表 1。

表 1 肉豆蔻生品与肉豆蔻霜中化学成分含量比较(n=3)

肉豆蔻样品	批次	挥发油	脂肪油	总木脂素	去氢二异
		质量分数 /%	质量分数 /%	质量分数 /%	丁香酚质量 分数/%
生品	1	7.16	39.41	1.02	0.101
机械压榨	1	1.16	13.29	0.56	0.033
	2	1.00	9.57	0.49	0.033
	3	1.33	10.97	0.53	0.032
传统压榨	1	1.33	11.11	0.55	0.030

**2.4 脂肪油含量测定** 参照 2010 年版《中国药典》巴豆霜脂肪油含量测定方法<sup>[1]</sup>。分别取肉豆蔻生品、机械压榨和传统压榨的肉豆蔻霜约 1 g,精密称定,用滤纸包好,置于索氏提取器中,加乙醚 80 mL 加热回流提取 8 h,至脂肪油提净,收集提取液至蒸发皿,低温挥干乙醚,置 100℃恒温烘干箱中 1 h,移至干燥器中冷却,精密称定,计算压榨前后肉豆蔻脂肪油含量,结果见表 1。

**2.5 总木脂素的含量测定**

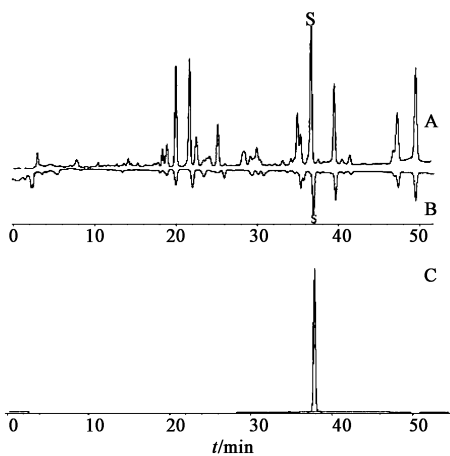
**2.5.1 标准曲线绘制** 取去氢二异丁香酚对照品适量,精密称定,置 50 mL 量瓶中,加甲醇溶解并定容至刻度,摇匀,得 202 mg·L<sup>-1</sup>对照品溶液。分别精密吸取对照品溶液 0.1,0.2,0.3,0.4,0.5,0.6 mL,分别置于 10 mL 量瓶中,加甲醇释至刻度,摇匀,制成去氢二异丁香酚质量浓度分别为 2.02,4.04,6.06,8.08,10.10,12.12 mg·L<sup>-1</sup>的系列溶液,以甲醇为空白对照,于 274 nm 处测定吸光度(A),以对照品溶液质量浓度为横坐标,A 为纵坐标,得回归方程  $Y=0.088X+0.0178$ ( $r=0.9996$ ),表明去氢二

异丁香酚在 2.02 ~ 10.10 mg·L<sup>-1</sup> 线性关系良好。

**2.5.2 样品测定** 分别取肉豆蔻生品、机械压榨和传统压榨的肉豆蔻霜 1 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 分别精密加入甲醇 100 mL, 称定质量, 超声处理 30 min (250 W, 40 kHz), 放冷至室温, 称重, 加甲醇补足损失的质量, 摇匀, 过滤, 精密吸取续滤液 1 mL 至 10 mL 量瓶中, 用甲醇定容至刻度, 摇匀, 于 274 nm 处测定 A, 计算总木脂素含量, 结果见表 1。

### 2.6 去氢二异丁香酚的含量测定

**2.6.1 色谱条件** Diamonsil C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 柱温 30 °C, 流动相甲醇 (A)-水 (B) 梯度洗脱 (0 ~ 5 min, 60% ~ 62.5% A; 5 ~ 10 min, 62.5% ~ 65% A; 10 ~ 25 min, 65% ~ 70% A; 25 ~ 35 min, 70% ~ 78% A; 35 ~ 45 min, 78% ~ 80% A; 45 ~ 50 min, 80% ~ 85% A; 50 ~ 60 min, 85% ~ 90% A), 检测波长 274 nm, 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 进样量 20 μL, 见图 1。



A. 生品; B. 肉豆蔻霜 (机械压榨);  
C. 对照品; S. 去氢二异丁香酚

图 1 肉豆蔻压榨前后 HPLC

**2.6.2 线性范围考察** 取 2.5.1 项下系列对照品溶液, 分别按 2.6.1 项下色谱条件进样, 记录色谱图, 以对照品质量浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标, 得回归方程  $Y = 92.011X - 28.953$  ( $r = 0.9996$ ), 表明去氢二异丁香酚在 2.02 ~ 12.12 mg·L<sup>-1</sup> 呈良好线性关系。

**2.6.3 样品测定** 分别取肉豆蔻生品、机械压榨和传统压榨的肉豆蔻霜 0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加甲醇 50 mL, 称定质量, 超声处理 30 min (250 W, 40 kHz), 冷却至室温, 称重, 用甲醇补足减少的质量, 滤过, 精密吸取续滤液, 过 0.22 μm 微孔滤膜, 作为供试品溶液<sup>[12]</sup>, 按 2.6.1 项下色谱条件

测定, 计算去氢二异丁香酚含量, 结果见表 1, 显示机械压榨与传统压榨的肉豆蔻霜中该成分含量相近, 但压榨后肉豆蔻在 274 nm 处吸收的各个成分含量均明显下降 (图 1)。

### 3 讨论

肉豆蔻制霜的目的是除去脂肪油及挥发油类成分, 机械压榨制霜使肉豆蔻中脂肪油含量明显降低, 挥发油含量下降, 起到了减毒作用。与传统制霜法比较, 处理药材量大, 制霜效率较高, 可用于工业化生产。但制霜后总木脂素及去氢二异丁香酚的含量均下降, 传统法与机械压榨法制备的肉豆蔻霜的药效差异还有待于进一步研究确认。借鉴指纹图谱技术, 去氢二异丁香酚的含量测定采用梯度洗脱, 以便得到更多的信号峰和更好地分离效果, 为肉豆蔻霜制备工艺的规范化及质量标准研究提供科学依据。

### [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: 212.
- [2] 周燕华, 谭建宁. 不同炮制条件对肉豆蔻挥发油、脂肪油及肉豆蔻醚含量的影响[J]. 中国中药杂志, 1998, 23(4): 217.
- [3] 郭惠玲, 侯建平, 赵勤, 等. 肉豆蔻不同炮制品对小鼠肠推进及药物性腹泻的影响[J]. 陕西中医学院学报, 2001, 24(4): 46.
- [4] 安徽省食品药品监督管理局. 安徽省中药饮片炮制规范[S]. 合肥: 安徽科学技术出版社, 2005: 346.
- [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: 96.
- [6] 江西省卫生厅药政管理局. 江西省中药饮片炮制规范[S]. 上海: 上海科学技术出版社, 1991: 246.
- [7] 余永鑫. 中医治疗慢性泄泻 158 例总结[J]. 北京中医, 2000, 19(2): 23.
- [8] 李明. 小儿厌食的中医治疗近况[J]. 黑龙江中医药, 1996, 39(5): 54.
- [9] 袁子民. 中药肉豆蔻炮制原理研究[D]. 沈阳: 辽宁中医药大学, 2006.
- [10] 代冬梅, 贾天柱, 徐洪亮, 等. 肉豆蔻炮制及现代研究进展[J]. 中成药, 2005, 27(12): 1416.
- [11] 张怀. 柏子仁制霜新工艺及质量标准研究[J]. 沈阳: 辽宁中医药大学, 2010.
- [12] 袁子民, 陈剑锋, 贾天柱. RP-HPLC 测定麸煨肉豆蔻中去氢二异丁香酚的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(18): 60.

[责任编辑 全燕]