

麸炒白术的炮制工艺优化

赵文龙¹, 吴慧¹, 贾天柱^{1,2*}

(1. 辽宁中医药大学药学院, 辽宁 大连 116600;

2. 辽宁省中药炮制工程技术研究中心, 辽宁 大连 116600)

[摘要] 目的: 优选麸炒白术的炮制工艺。方法: 以白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 和苍术酮含量为指标, HPLC 测定指标成分含量, 采用 $L_9(3^4)$ 正交试验考察炒制温度、炒制时间、投麸量对麸炒白术炮制工艺的影响, 确定最佳炮制工艺。结果: 麸炒最佳工艺为炒制温度 170 °C, 炒制时间 2 min, 投麸量 10%。结论: 优选的炮制工艺切实可行。

[关键词] 白术; 炮制工艺; 白术内酯 I; 白术内酯 II; 白术内酯 III

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)08-0007-04

[doi] 10.11653/syfy2013080007

Optimization of Processing Technology for *Atractylodes macrocephala* Frying with Bran

ZHAO Wen-long¹, WU Hui¹, JIA Tian-zhu^{1,2*}

(1. College of Pharmacy, Liaoning University of Traditional Chinese Medicine, Dalian 116600, China;

2. Liaoning Province Processing Engineering Technology Research Center
of Chinese Medicine, Dalian 116600, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize processing technology of *Atractylodes macrocephala* frying with bran.

Method: With the content of atractylenolide I, atractylenolide II, atractylenolide III and atractylone as indexes, which were determined by HPLC, effects of frying temperature, frying time and the amount of bran on processing technology was investigated by $L_9(3^4)$ orthogonal test, in order to determine the best technology.

Result: Optimum processing technology was as following: frying temperature 170 °C, frying time 2 min, the amount of bran 10%. **Conclusion:** This optimized processing technology was stable and practicable.

[Key words] *Atractylodes macrocephala*; processing technology; atractylenolide I; atractylenolide II; atractylenolide III

文献记载了白术的多种炮制方法, 如清炒、土炒、麸炒、麸煨、面炒、盐水炒等, 其中麸炒法沿用最为广泛, 并收载于 2010 年版《中国药典》^[1-2]。麸炒作为一种传统的中药炮制工艺, 可用来增加中药的健脾和胃功效, 缓和中药的燥烈之性, 以达到“麦麸

皮制抑醋性勿伤上膈”, “麸皮制去燥烈而和胃”的作用。目前, 白术的麸炒工艺已有文献报道, 但并未将白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 含量共同作为检测指标, 更没有以苍术酮为指标的文献报道。为更好地体现白术炮制“减酮减燥, 增酯增效”的理论, 本实验选取白术内酯 I, II, III 和苍术酮含量为指标, 通过正交试验探讨麸炒白术的最佳炮制工艺, 为麸炒白术的质量标准研究提供参考。

1 材料

FA1004B 型电子天平(上海精密科学仪器有限公司), LC-10ATVP 型高效液相色谱仪(日本岛津), AE240 型 1/10 万分析天平(瑞士 METTLER)。

[收稿日期] 20121110(005)

[基金项目] 国家中医药行业专项(201107007)

[第一作者] 赵文龙, 在读硕士, 从事中药炮制研究, Tel: 0411-86586117, E-mail: jilvguren@gmail.com

[通讯作者] * 贾天柱, 教授, 博导, 从事中药炮制研究, Tel: 0411-86586499, E-mail: jiatianzhu51@yahoo.com.cn

白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 对照品(四川省维克奇生物科技有限公司,批号均为 111127,纯度均 > 98%),苍术酮对照品(实验室自制,经 HPLC 测定,纯度 > 98%),白术生品(安徽济人药业有限公司,批号 111018,经辽宁中医药大学中药药用植物教研室王冰教授鉴定为菊科植物白术 *Atractylodes macrocephala* Koidz. 的根茎),麦麸(市售品,辽宁中医药大学炮制教研室提供),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 含量测定

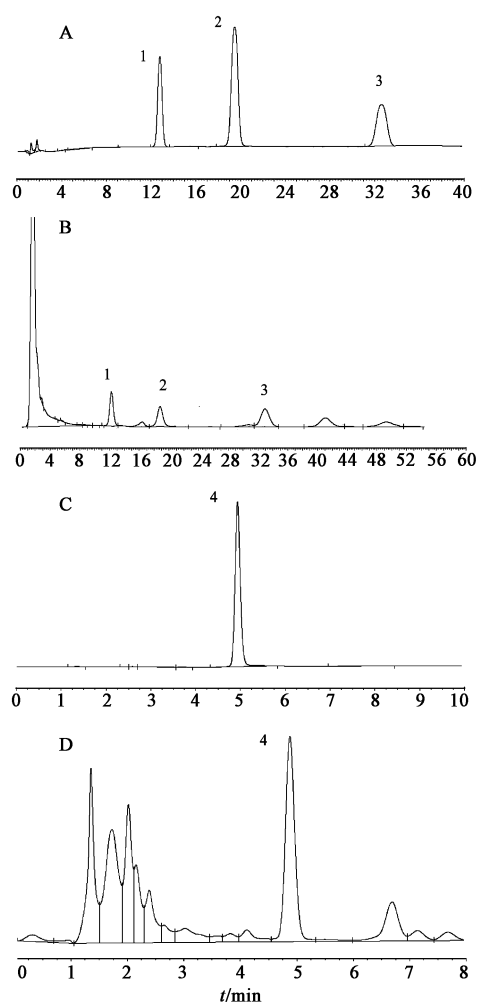
2.1.1 对照品溶液的制备 取白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 及苍术酮对照品适量,分别加甲醇制成白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 及苍术酮质量浓度分别为 0.256, 0.102, 0.216, 1.951 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的对照品溶液。

2.1.2 供试品溶液的制备 取白术生品、麸炒品样品适量,粉碎,过四号筛,分别取样品粉末 2 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 20 mL,称定质量,超声 30 min 后,称定质量,用甲醇补足减失质量,摇匀,静置,取上清液过 0.45 μm 滤膜,即得。

2.1.3 色谱条件 Diamonsil C_{18} 色谱柱(4.6 mm \times 150 mm, 5 μm),白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 的流动相甲醇-水(60:40),柱温 30 $^{\circ}\text{C}$,流速 1.0 $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$,检测波长 220(0~25 min),276(25 min 后) nm,进样量 20 μL ;苍术酮流动相甲醇-水(95:5),检测波长 220 nm,其他条件相同。见图 1。

2.1.4 线性关系考察 精密吸取白术内酯 I 对照品溶液 0.5, 1, 2.5, 5, 7.5, 10 μL 注入液相色谱仪,测定,以峰面积平均值和对照品质量浓度进行回归处理。结果白术内酯 I 在 0.128 ~ 2.560 μg 呈现良好线性关系,回归方程 $Y = 2.484 \times 10^6 X + 1.754 \times 10^5$ ($r = 0.9998$)。精密吸取白术内酯 II 对照品溶液 2.5, 5, 7.5, 10, 15, 20 μL 同法操作,结果白术内酯 II 在 0.255 ~ 2.040 μg 呈现良好线性关系,回归方程 $Y = 4.296 \times 10^6 X - 6.579 \times 10^5$ ($r = 0.9997$)。精密吸取白术内酯 III 对照品溶液 1, 2, 5, 7.5, 10, 15 μL 同法操作,结果白术内酯 III 在 0.216 ~ 3.240 μg 呈良好线性关系,回归方程 $Y = 2.091 \times 10^6 X - 2.065 \times 10^5$ ($r = 0.9999$)。精密吸取苍术酮对照品溶液 0.5, 1, 2, 3, 3.5, 4 μL 同法操作,结果苍术酮在 0.976 ~ 7.804 μg 呈良好线性关系,回归方程 $Y = 1.173 \times 10^6 X + 1.488 \times 10^5$ ($r = 0.9992$)。

2.1.5 精密度试验 精密吸取各对照品溶液 10



A, C. 对照品; B, D. 供试品; 1. 白术内酯 III;
2. 白术内酯 I; 3. 白术内酯 II; 4. 苍术酮

图 1 白术 HPLC

μL , 连续进样 6 次, 结果白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 及苍术酮的 RSD 分别为 2.83%, 1.58%, 2.32%, 2.28%, 表明仪器精密度良好。

2.1.6 重复性试验 取白术粉末适量, 按 2.1.2 项下方法制备 6 份供试品溶液, 按 2.1.3 项下方法进行测定, 结果白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 及苍术酮的平均质量分数分别为 0.1937, 0.3142, 0.4383, 3.5465 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$; RSD 分别为 1.95%, 1.18%, 1.00%, 1.49%。

2.1.7 稳定性试验 取同一供试品溶液, 分别于制备后 0.2, 4, 6, 8, 10, 12 h 进样, 测定峰面积。结果白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 及苍术酮的 RSD 分别为 2.62%, 1.45%, 2.18%, 2.08%, 表明供试品溶液在 12 h 内稳定性良好。

2.1.8 加样回收率试验 取已知含量的白术样品(白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 及苍术酮质

量分数分别为 0.194, 0.316, 0.439, 3.456 mg·g⁻¹) 6 份,精密称定 2.00 g,置 100 mL 量瓶中,分别精密加入白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 及苍术酮对照品溶液 1, 3, 2, 2 mL,加甲醇 80 mL,超声处理 30 min,放冷,加甲醇定容至刻度,摇匀,按 2.1.3 项下方法操作,计算得白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 及苍术酮平均加样回收率分别为 100.00%, 100.60%, 101.27%, 100.56%, RSD 分别为 0.86%, 0.98%, 1.50%, 1.02%。

2.2 正交试验优选 在预试验基础上,选取炒制温度、炒制时间、加麸量为考察因素,选用 L₉(3)⁴ 正交表安排试验,每个因素设 3 个水平,因素水平见表 1,按 2.1.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.1.3 项下色谱条件分别测定白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 及苍术酮含量,用加权评分法计算综合评分,各指标成分权重分别为 0.3, 0.2, 0.3, -0.2。试验安排及结果见表 2,方差分析见表 3。

表 1 麸炒白术炮制工艺正交试验因素水平

水平	A 炒制温度 /°C	B 炒制时间 /min	C 投麸质量 分数/%
1	150	0.5	5
2	170	1	10
3	190	2	15

表 2 麸炒白术炮制工艺正交试验安排

No.	A	B	C	D(空白)	综合评分
1	1	1	1	1	41.26
2	1	2	2	2	38.40
3	1	3	3	3	43.91
4	2	1	2	3	61.76
5	2	2	3	1	54.37
6	2	3	1	2	56.66
7	3	1	3	2	43.59
8	3	2	1	3	33.39
9	3	3	2	1	53.75
K ₁	41.191	48.869	43.772	49.793	
K ₂	57.595	42.054	51.303	46.215	
K ₃	43.576	51.437	47.286	46.353	
R	18.773	9.414	10.492	2.034	

由直观分析可知,各因素对麸炒白术炮制工艺的影响顺序为 A > C > B;方差分析表明炮制温度对试验结果具有显著影响。最佳炮制工艺条件定为 A₂B₃C₂。即炒制温度 170 °C,炒制时间 2 min,加麸量 10%。

2.3 验证试验 取白术药材 3 份,按最佳炮制工艺

表 3 综合评分方差分析

方差来源	SS	f	MS	F	P
A	429.786	2	214.893	24.194	<0.05
B	156.594	2	78.297	8.815	>0.05
C	92.129	2	46.064	5.186	>0.05
D(误差)	17.764	8	8.882		

注: F_{0.05}(2, 2) = 19.00, F_{0.01}(2, 2) = 99.00。

进行 3 次重复试验。结果测得含白术内酯 I 为 0.176, 0.174, 0.180 mg·g⁻¹; 白术内酯 II 0.254, 0.257, 0.260 mg·g⁻¹; 白术内酯 III 0.361, 0.369, 0.366 mg·g⁻¹; 苍术酮含量依次为 3.948, 3.954, 4.003 mg·g⁻¹。结果表明优选的炮制工艺合理可行。

3 讨论

白术的燥性源于白术中挥发油成分,挥发油有明显促小肠运动的作用^[3],炮制后挥发油总含量减低^[4-5],白术内酯类在挥发油中所占比例升高^[6],这可能是白术麸炒后燥性缓和的原因之一。白术中苍术酮与白术内酯类成分在白术挥发油占比较大,且苍术酮与白术内酯类成分具有结构相似性,在具氧加热条件下苍术酮可转化为白术内酯 I 或白术内酯 III 等成分^[7],根据白术“减酮减燥,增酯增效”的炮制理论,本实验选取白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 及苍术酮含量的综合评分为指标。

本实验综合评分所设定的权重系数是考虑到白术内酯 I、白术内酯 III 与苍术酮转化直接相关,且二者有较强的健脾活性^[8-10],同时在实验过程中发现,苍术酮及白术内酯 II 在白术水煎液中含量甚微,白术内酯 I 和白术内酯 III 有较多溶出,故将白术内酯 I 和白术内酯 III 的权重系数均设定为 0.3;白术内酯 II 为苍术酮转化间接产物,苍术酮在实验中虽为负面成分,但并非无药理活性,故将其二者的权重系数分别设定为 0.2, -0.2。

白术麸炒品与白术生品相比苍术酮含量有所降低,白术内酯类成分含量均有一定程度升高,但随温度逐渐上升,苍术酮含量降低,白术内酯类成分的含量并无明显增高,反较上一温度水平降低。这提示加热可促进苍术酮向白术内酯类的转化,苍术酮在热作用下可转化成白术内酯 I 和白术内酯 III,但由于苍术酮沸点较低,在转化过程中会有一定损失;而当温度过高时,苍术酮损失量 > 转化量,且白术内酯类成分也会因温度过高而损失,这在一定程度上解释了高温时苍术酮减少,却未见白术内酯类含量明

正交试验法优选醋炙独一味炮制工艺

唐坤, 王文全, 李标*

(中国医学科学院·北京协和医学院药用植物研究所, 北京 100193)

[摘要] 目的: 优选醋炙独一味的炮制工艺。方法: 以总黄酮含量为指标, 通过单因素试验选取炮制方法, 采用正交试验法对加醋量、闷润时间、温度、炒制时间 4 个因素进行考察, 优选醋炙独一味的炮制工艺。结果: 选择醋炙法对独一味进行炮制, 其最佳工艺为加 30% 醋闷润 5 min, 调节温度至 200 ℃, 炮制 15 min。结论: 醋炙独一味与生品相比, 总黄酮含量提高了 21%, 为有效利用独一味资源提供实验依据。

[关键词] 醋炙; 独一味; 总黄酮; 正交试验

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)08-0010-03

[doi] 10.11653/syjf2013080010

Optimization of Processing Technology for *Lamiophlomis rotata* Frying with Vinegar by Orthogonal Test

TANG Kun, WANG Wen-quan, LI Biao*

(Institute of Materia Medica, Chinese Academy of Medical Sciences & Peking Union Medical College, Beijing 100193, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize processing technology of *Lamiophlomis rotata* frying with vinegar. **Method:** With the content of total flavonoids as index, processing method was selected by single factor test, orthogonal test was adopted to optimize processing technology with moistening time, frying temperature, frying time

[收稿日期] 20121108(024)

[基金项目] 国家自然科学基金项目(31170314)

[第一作者] 唐坤, 在读博士, 副教授, 从事中药质量控制研究, Tel:18911917812, E-mail: tktangkun@yahoo.com.cn

[通讯作者] * 李标, 博士, 副教授, 从事药用植物学研究, Tel:010-57833195, E-mail: libiao@126.com

显升高的现象。

[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, 2010:95.
[2] 贾天柱. 中药炮制学[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 2008:107.
[3] 陈镇, 夏泉, 黄赵刚, 等. 白术挥发油对小鼠胃肠功能的影响[J]. 中国实验方剂学杂志, 2009, 15(8):66.
[4] 贾天柱, 王延年, 许明. 白术炮制前后挥发油的薄层及气质联用对比[J]. 辽宁中医杂志, 1998, 25(9):431.
[5] 黄艳萍, 袁萍. 白术不同炒制品 HPLC 指纹图谱研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(7):74.

[6] 文红梅, 张爱华, 王莉, 等. 炮制对白术中白术内酯Ⅲ含量的影响[J]. 中药材, 1999, 22(3):125.
[7] 王小芳, 王芳, 张亚环, 等. 白术挥发油中苍术酮氧化反应的动力学[J]. 应用化学, 2007, 24(3):301.
[8] 李伟, 吴皓, 文红梅, 等. 炮制对白术中白术内酯Ⅲ含量的影响[J]. 中国中药杂志, 1997, 22(11):662.
[9] Li C Q, He L C, Jin J Q. Atractylenolide I and atractylenolide III inhibit lipopolysaccharide-induced TNF-alpha and NO production in macrophages [J]. Phytother Res, 2007, 21(4):347.
[10] Wang C, Duan H, He L. Absorption kinetics of atractylenolide I in intestines of rats [J]. Chin Materia Medica, 2009, 34(11):1430.

[责任编辑 全燕]