

沙苑子酒蒸炮制工艺优选

李秀芹,李景丽*,杜晓盼,刘超,白璐
(陕西中医学院,陕西 咸阳 712046)

[摘要] 目的:优选酒蒸沙苑子的炮制工艺。方法:以沙苑子苷含量、水浸出物及总黄酮含量为测定指标,采用 $L_9(3^4)$ 正交设计考察闷润时间,蒸制时间,加酒量 3 个因素对沙苑子酒蒸工艺的影响。结果:最佳炮制工艺为闷润 1 h,蒸制 3 h,加酒量 30%。结论:优选的酒蒸沙苑子工艺稳定可行,为沙苑子质量标准控制提供试验依据。

[关键词] 沙苑子; 酒蒸; 含量测定; 正交设计
[中图分类号] R283.6 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2012)19-0050-03

Optimization of Wine-steaming Processing Technology
for *Astragalus complanatus*

LI Xiu-qin, LI Jing-li*, DU Xiao-pan, LIU Chao, BAI Lu
(Shaanxi University of Chinese Medicine, Xianyang 712046, China)

[Abstract] Objective: To optimize wine-steaming processing technology of *Astragalus complanatus*. Method: With the content of complanatoside and total flavonoids, water extracts as indexes, orthogonal design was used to investigate influence of moistening time, steaming time and the amount of wine on wine-steaming

[收稿日期] 20120528(004)
[基金项目] 陕西省教育厅专项科研计划项目(2010JK478)
[第一作者] 李秀芹,研究生,从事中药饮片炮制工艺及质量标准研究,Tel:15529102663,E-mail:443713143@qq.com
[通讯作者] *李景丽,副教授,硕士生导师,从事中药炮制研究,Tel:13992026860,E-mail:1186171289@qq.com

油率的问题。挥发油含量的测定结果发现,川芎、当归和桂枝饮片按 1:1:1 比例混合提取挥发油含量应为 0.48%。验证试验结果发现,3 批样品中平均挥发油收率 0.436 7%,挥发油转移率 90.98%,进一步证明优选工艺条件可行性良好。

[参考文献]

[1] 谢秀琼. 中药新制剂开发与应用. [M]. 3 版. 北京:人民卫生出版社,2006:83.
[2] 中国药典. 一部[S]. 2010:附录 X D:63.
[3] 黄元红,卫天喜,张发生,等. 星点设计-效应面法优选丹参提取工艺[J]. 中国实验方剂学杂志,2010,16(17):28.
[4] 涂瑶生,李绍林,孙冬梅,等. 星点设计-效应面法优选苦参提取工艺[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(5):34.

[5] 刘勇,陈娟,戚欢阳,等. 桂枝配方颗粒提取制备工艺及其鉴别的研究[J]. 中草药,2009,40(S1):149.
[6] 吴伟,崔光华. 星点设计-效应面优化法及其在药学中的应用[J]. 国外医学:药学分册,2000,27(5):292.
[7] 刘艳杰,项荣威. 星点设计效应面法在药学试验设计中的应用[J]. 中国现代应用药学,2007,24(6):455.
[8] 王秋红,苏阳,吴伦,等. 星点设计-效应面法优化升麻提取工艺[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(1):24.
[9] 汪晶,吴晓燕,狄留庆. 星点设计-效应面法优选凉血通瘀颗粒醇提工艺[J]. 南京中医药大学学报,2012,28(2):169.
[10] 白艳杰,孙国祥,王平. 星点设计-效应面法优化小檗碱 β -环糊精包合物制备工艺[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(4):63.

[责任编辑 仝燕]

technology of *A. complanatus*. **Result:** The best processing technology was: moistening 1 h, steamed 3 h, the amount of wine 30%. **Conclusion:** This optimal rice wine-steaming processing technology of *A. complanatus* was stable and feasible, it could provide experimental basis for quality control of *A. complanatus*.

[**Key words**] *Astragalus complanatus*; wine-steaming; content determination; orthogonal design

沙苑子主产于陕西、甘肃、浙江、山西、内蒙等地^[1-2],其主要有氨基酸、鞣质及具有明显生理活性的生物碱类、黄酮类^[3-4]等成分,具有温补肝肾^[5]、固精、缩尿、益肝明目之功效,为滋补强壮药。沙苑子炮制方法历史悠久,明代有酒蒸沙苑子的记载,其中《本经逢原》提出“酒蒸捣用,沙苑蒺藜益肾,治腰痛”,《本草害利》记载“沙苑蒺藜,以酒拌蒸,补肾,益肝,强阴盖精,虚劳腰痛,遗精带下”;2010年版《中国药典》仅收载“盐炙法”,鲜有沙苑子酒蒸法的相关文献报道。故本文以酒为辅料对沙苑子进行炮制研究,从有效部位(成分)含量方面探讨酒蒸对沙苑子质量的影响,为沙苑子质量控制提供参考。

1 材料

FA2104N型电子天平(上海精密科学仪器有限公司),HITACHI型高效液相色谱仪(日立公司),UV1102型紫外-可见分光光度计(上海精密科学仪器有限公司),DHG-9140型电热恒温鼓风干燥箱(上海一恒科学仪器有限公司),芦丁、沙苑子苷对照品(均购自中国食品药品检定研究院,批号分别为10080-200707,111803-201102),黄酒(绍兴市古泉酿酒厂),乙腈为色谱纯,其余试剂均为分析纯,沙苑子药材购于陕西省渭南市大荔沙苑子种植基地,经陕西中医学院生药教研室主任胡本祥教授鉴定为豆科植物扁茎黄芪 *Astragalus complanatus* R. Br.的干燥成熟种子。

2 方法与结果

2.1 沙苑子苷含量测定^[1]

2.1.1 色谱条件 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;流动相乙腈-0.1%磷酸溶液(21:79),检测波长266 nm,理论塔板数>4 000。

2.1.2 对照品溶液的制备 精密称定适量沙苑子苷对照品,加60%乙醇制成15 mg·L⁻¹的对照品溶液。

2.1.3 供试品溶液制备 取各炮制品粉末(过三号筛)0.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,移取60%乙醇50 mL,称重,加热回流1 h,放冷,补足减失的质量,取续滤液,即得。

2.1.4 样品测定 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各10 μL注入液相色谱仪,依上述色谱条

件,测定,计算沙苑子苷含量。

2.2 水浸出物含量的测定 按照2010年版《中国药典》一部关于水浸出物热浸法的测定进行测定。

2.3 总黄酮含量测定^[6-8]

2.3.1 对照品溶液的制备 取干燥至恒重的芦丁对照品10 mg,精密称定,置50 mL量瓶中,加甲醇适量溶解,定容至刻度,即得。

2.3.2 供试品溶液的制备 取沙苑子粉末约0.5 g,精密称定,置索氏提取器中,加50 mL石油醚加热回流2 h,药渣挥干溶剂后,置150 mL具塞烧瓶中,准确加入50%乙醇50 mL,称重,加热回流2 h,放冷,补足减失的质量,过滤,备用。

2.3.3 方法学考察 精密吸取供试品和对照品溶液各0.5 mL,分别置10 mL量瓶中,准确加入1% AlCl₃溶液1 mL,定容,随行空白,于270 nm处测定吸光度(A),计算样品中总黄酮含量。结果芦丁回归方程为 $A = 0.0318 + 48.401X$ ($r = 0.9999$),表明在0.0025~0.025 g·L⁻¹线性良好。精密度RSD 0.714%,表明仪器精密度良好;重复性RSD 2.09%;分别于8 h内6次测定总黄酮含量,结果RSD 2.50%,说明供试品溶液在8 h内稳定;平均加样回收率100.3%,RSD 1.02%,表明该方法稳定可行。

2.4 正交试验优选 在单因素考察基础上,选取闷润时间,蒸制时间和加酒量^[9-10]3个因素,选用L₉(3⁴)正交表进行试验。因素水平见表1。取净沙苑子一定量(具体多少g?),共9份,按表2设计依次进行试验,试验结果见表2,方差分析见表3。由正交试验结果可知,优选的酒蒸工艺为A₁B₃C₃,即闷润时间1 h,蒸制时间3 h,加酒量为30%。经方差分析可知,蒸制时闷润时间及蒸制时间对试验结果有显著性影响,加酒量不具有显著性。

2.5 验证试验 称取沙苑子300 g,按优选工艺依次炮制3批样品,结果沙苑子平均含量1.52 mg·g⁻¹(生品1.23 mg·g⁻¹),水浸出物24.55%(生品21.80%),总黄酮质量分数1.56%(生品1.14%)。说明沙苑子酒制后相对于生品可显著提高有效部位及有效成分的溶出度。同时证实该优选工艺稳定可行。

表 1 沙苑子炮制工艺优选正交试验因素水平				
水平	A 闷润时间/h	B 蒸制时间/h	C 加酒量/%	
1	1	1	10	
2	2	2	20	
3	3	3	30	

表 2 沙苑子炮制工艺优选正交试验安排								
No.	A	B	C	D	沙苑子 苷含量 /mg·g ⁻¹	水浸出 物质量 分数/%	总黄酮 质量 分数/%	综合加 权评分
1	1	1	1	1	1.140 6	0.233 8	1.716 5	88.6
2	1	2	2	2	1.355 2	0.222 8	1.589 9	90.3
3	1	3	3	3	1.556 8	0.241 9	1.514 9	95.3
4	2	1	2	3	1.023 6	0.206 9	1.672 0	82.4
5	2	2	3	1	1.262 0	0.218 9	1.388 2	82.9
6	2	3	1	2	1.428 8	0.202 8	1.423 4	86.6
7	3	1	3	2	1.267 6	0.199 6	1.444 5	82.7
8	3	2	1	3	1.298 1	0.207 5	1.329 6	81.5
9	3	3	2	1	1.432 4	0.233 3	1.292 1	86.2
K ₁	91.410	84.580	85.592	85.904				
K ₂	83.964	84.886	86.288	86.558				
K ₃	83.476	89.384	86.970	86.388				
R	7.934	4.804	1.378	0.654				

注:综合评分=沙苑子苷含量/最大沙苑子苷含量×40+水浸出物/最大水浸出物×20+总黄酮含量/最大总黄酮含量×40。

表 3 综合评分方差分析				
方差来源	SS	f	F	P
A	118.622	2	171.916	<0.01
B	43.416	2	62.922	<0.05
C	2.845	2	4.123	>0.05
D(误差)	0.69	2		

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

3 讨论

炮制所用酒为黄酒,是由米、麦等用曲酿制而成,含乙醇 15~20%,鞣质,黄酮类及苷类等易溶于其中^[11]。而沙苑子经酒制后水浸出物、总黄酮、沙

苑子苷含量均较生品有所提高,推测可能因为黄酒作为良好的溶媒,使有效部位(成分)的溶出度增加;正交优选的炮制工艺结果显示闷润时间及蒸制时间具有显著性,而加酒量不具有显著性,提示黄酒增加沙苑子有效成分溶出度可能与闷、蒸时间有关。同时酒蒸后沙苑子表面油润,气醇香而特异,豆腥味减淡,起到一定的矫味作用。黄酒作为炮制辅料具有引药归经的功效,而酒制沙苑子能否表现出与盐制沙苑子不一样的药理活性,有待于进一步的研究与探讨。沙苑子的炮制工艺现今仅限于盐制,本实验采用酒蒸旨在为沙苑子的炮制新工艺提供参考,为传统工艺的继承发展提供试验依据。

〔参考文献〕

〔1〕 中国药典.一部〔S〕.2010;171.
〔2〕 张玉杰,张建军,闫兴丽,等.不同产地正伪品沙苑子 HPLC 指纹图谱鉴别研究〔J〕.中国中药杂志.2003,28(9):820.
〔3〕 濮延男,唐力英,王祝举,等.HPLC 测定沙苑子中 3 个黄酮成分〔J〕.中国实验方剂学杂志,2011,17(10):89.
〔4〕 刘春宇,顾振纶.沙苑子的化学成分和药理作用〔J〕.中国野生植物资源,2002,21(2):1.
〔5〕 谢梅林,朱路佳,刘春宇,等.沙苑子提取物调脂和保肝作用的实验研究〔J〕.中国实验方剂学杂志,2003,9(6):27.
〔6〕 刘银芳,吴文倩,刘春宇,等.沙苑子黄酮提取工艺研究〔J〕.时珍国医国药,2010,21(6):1401.
〔7〕 陆燕萍,邱凤邹,骆佑娣,等.正交试验法优选沙苑子炮制工艺〔J〕.中国医药导报,2008,5(20):23.
〔8〕 刘春宇,胡延维,林森焱,等.沙苑子总黄酮的含量测定〔J〕.苏州大学学报:医学版,2002,22(6):686.
〔9〕 左文,陆兔林,毛春芹,等.正交试验法优选山茱萸高压酒蒸工艺的研究〔J〕.中草药,2010,41(3):403.
〔10〕 徐维统,徐华玲.正交试验法优选酒蒸女贞子最佳炮制工艺〔J〕.辽宁中医杂志,2011,38(7):1412.
〔11〕 龚千锋.中药炮制学〔M〕.北京:中国中医药出版社,2007:34.

〔责任编辑 全燕〕