

# 正交试验法优选熟地炭的炮制工艺

王娜,卫向龙,张振凌,李娴\*  
(河南中医学院,郑州 450008)

**[摘要]** 目的:优选熟地炭的炮制工艺。方法:通过正交试验法对炮制温度、时间和炮制方法 3 个因素进行考察,以吸附力和水溶性浸出物的含量为指标,采用综合评分法优选熟地炭的炮制工艺。结果:炮制温度对试验结果有显著性影响,熟地炭的最佳工艺条件为炮制温度 200 ℃,烘 15 min。结论:优选的熟地炭炮制工艺合理可行,可为其饮片质量标准的制定提供实验依据。

**[关键词]** 熟地炭; 炮制; 吸附力; 水浸出物; 正交试验

**[中图分类号]** R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)21-0012-03

## Optimization of Processing Technology for *Rehmannia glutinosa* Carbon by Orthogonal Test

WANG Na, WEI Xiang-long, ZHANG Zhen-ling, LI Xian\*  
(Henan University of Traditional Chinese Medicine, Zhengzhou 450008, China)

**[Abstract]** **Objective:** To optimize processing technology of *Rehmannia glutinosa* carbon. **Method:** Orthogonal test was used to investigate effect of processing factors, such as processing time, processing temperature and processing method, with adsorption force and the content of water-soluble extract as indexes, comprehensive scoring method was adopted for optimizing processing technology of *R. glutinosa* carbon. **Result:** Processing temperature had significant influence on experimental result. Optimum processing technology of *R. glutinosa* carbon was: processing temperature of 200 ℃, baked 15 min. **Conclusion:** Optimized processing technology of *R. glutinosa* carbon was reasonable and feasible, it could provide experimental basis for establishing quality standard of its pieces.

**[Key words]** *Rehmannia glutinosa* carbon; processing; absorption force; water extract; orthogonal test

**[收稿日期]** 20120504(011)

**[基金项目]** 国家自然科学基金青年基金项目(81102808)

**[第一作者]** 王娜,硕士,从事中药炮制研究,Tel:15803814755,E-mail:wangna0372@126.com

**[通讯作者]** \*李娴,博士,讲师,从事中药炮制与复方研究,Tel:15981979813,E-mail:lixian0813@126.com

AB-8 型大孔吸附树脂是工业化生产中常用的一种分离材料,具有吸附性能好、吸附效率高、再生简单和解吸附方便等优点,是有效成分在工业制备中的首选材料,将其用于连翘子总酚的制备相关报道较少。本试验用 AB-8 纯化连翘子总酚最佳工艺:树脂用量 2 B 药材,水洗除杂 5 BV,洗脱溶剂 80% 乙醇,洗脱体积 2 BV,该工艺合理,适合工业生产。

### [参考文献]

[1] 才谦,刘玉强,冯雪. 连翘籽化学成分研究[J]. 中药

材,2009,32(11):1691.

[2] 栾兰,王钢力,林瑞超. 连翘水提物化学成分研究[J]. 中草药,2010,41(6):883.

[3] 励娜,杨荣平,张小梅,等. 大孔树脂分离山楂总黄酮工艺优化[J]. 中国中药杂志,2007,32(13):1352.

[4] 史秀峰,杨骏,黄孝春,等. 连翘中连翘酯苷的大孔树脂纯化工艺[J]. 中国实验方剂学杂志,2011,17(15):14.

[5] 赵燕,玄振玉. 正交法优选连翘酯苷提取工艺[J]. 中国实验方剂学杂志,2010,16(11):13.

[责任编辑 全燕]

地黄始载于《神农本草经》,列为上品,为临床常用中药之一。熟地炭为其炮制品之一,以补血止血为主,多用于崩漏或虚损性出血。目前对熟地黄的研究主要集中在生品,对其炭品的炮制工艺、化学成分及药理作用都无深入研究,故本试验采用正交设计对熟地炭饮片的炮制工艺进行优选,利用药材对亚甲基蓝的吸附性质,以吸附力为指标,结合水溶性浸出物,采用综合评分法优选熟地炭的炮制工艺,为地黄炒炭存性提供实验依据。

## 1 材料

Raytek 型红外线测温仪(北京雷泰光电技术有限公司),UV-2201 型紫外-可见分光光度计(日本岛津公司),BS 210S Sartorius 型电子分析天平(北京赛多利斯天平有限公司),HY-8 型恒温调速振荡器(常州国华电器有限公司)。地黄药材自郑州中原正信药材行,经我校中药鉴定教研室董诚明教授鉴定为玄参科植物地黄 *Rehmannia glutinosa* Libosch. 的新鲜或干燥块根<sup>[1]</sup>。亚甲基蓝为分析纯(广州化学试剂厂,批号 030502),其余试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 正交试验设计** 影响制炭工艺的因素主要有锅的品质、炮制温度、时间和炮制方法等。目前炒炭传统工艺中常用铁锅<sup>[2]</sup>,因为铁元素对人体影响较小,适合工厂生产且成本较低,故确定使用铁锅。结合文献资料,选取炮制温度、时间和炮制方法为考察因素,各因素相应安排 3 个水平,选用  $L_9(3^4)$  正交表安排试验,因素水平见表 1。

表 1 熟地炭的炮制工艺优选正交试验因素水平

水平	A 温度/℃	B 时间/min	C 炮制方法
1	200	5	炒
2	220	10	烘
3	240	15	煨

## 2.2 熟地炭的性状

**2.2.1 炒制** 分别取熟地炭饮片 3 份,各 50 g,铁锅炒制,以红外线测温仪测定温度,通过调整电磁炉火力控制温度,按正交表安排进行试验,制得 3 份熟地炭样品。

**2.2.2 烘制** 分别取熟地炭饮片 3 份,每份 50 g,置烘箱中,调整烘箱的温度,按正交表安排进行试验,制得 3 份熟地炭样品。

**2.2.3 扣锅煨** 分别取熟地炭饮片 3 份,每份 50 g,置铁锅内,上盖一较小的锅,两锅结合处用盐泥封

严,扣锅上压一重物,防止锅内气体膨胀而冲开扣锅。扣锅底部放几粒大米,通过调整电磁炉火力控制温度,按正交表安排进行试验,制得 3 份熟地炭样品。各样品性状见表 2。

表 2 熟地炭各样品性状

No.	炮制条件	样品性状
1	200 ℃, 10 min, 炒	外部黑褐色, 内部棕褐色
2	200 ℃, 10 min, 烘	内外均为黑褐色
3	200 ℃, 5 min, 煨	外部焦黑色, 内部棕褐色
4	220 ℃, 15 min, 烘	外部棕褐色, 内部深棕色
5	220 ℃, 10 min, 煨	外部焦黑色, 内部黑褐色
6	220 ℃, 5 min, 炒	外部黑褐色, 内部深棕色
7	240 ℃, 15 min, 煨	内外均为焦黑色
8	240 ℃, 10 min, 炒	内外均为焦黑色
9	240 ℃, 5 min, 烘	外部焦黑色, 内部黑褐色

**2.3 吸附力的测定**<sup>[3]</sup> 熟地炒炭后产生部分活性炭,具有吸收、止血的功效。利用活性炭对亚甲基蓝的吸附性,吸附力大小。

**2.3.1 亚甲基蓝中水分的测定** 取亚甲基蓝约 0.2 g,置于已在 105 ℃干燥至恒重的扁形称量瓶,精密称定,于 105 ℃干燥 4 h,测定其水分。结果表明亚甲基蓝的含水量 10.25%。

**2.3.2 亚甲基蓝标准溶液的配制** 取亚甲基蓝约 0.18 g,精密称定,置于 100 mL 量瓶中,加 pH 7 磷酸盐缓冲溶液溶解并稀释至刻度,得含以亚甲基蓝干燥品计质量浓度为  $1.6199 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  的对照品母液,从中精密量取 1.4 mL 至 100 mL 量瓶中,加 pH 7 磷酸盐缓冲溶液稀释至刻度,制成  $0.02268 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  的亚甲基蓝对照品溶液。

**2.3.3 供试品溶液的制备** 将熟地各炭品粉碎,分别过 80 目和 100 目筛,取 80 目筛下,100 目筛以上的熟地各炭品粉末约 0.1 g,精密称定,置 100 mL 磨口具塞锥形瓶中,精密加入  $0.0324 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  的亚甲基蓝溶液 20 mL,置恒温振荡器上(温度 25 ℃,转速  $150 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ )振荡 40 min,滤过,即得。

**2.3.4 标准曲线的绘制** 精密量取亚甲基蓝标准溶液 0, 0.5, 1, 2, 3, 4, 5 mL,分别置 25 mL 量瓶中,加 pH 7 磷酸盐缓冲溶液稀释至刻度,摇匀。以第 1 份溶液为空白,于 665 nm 处测定吸光度(A),以 A 为纵坐标,亚甲基蓝质量为横坐标,得回归方程  $A = 8.5859m + 0.037 (r = 0.9995)$ 。表明亚甲基蓝在 0.01134 ~ 0.1134 mg 呈良好线性关系。

**2.3.5 样品测定** 精密量取供试品溶液置于 25 mL 量瓶中,按 2.3.4 项下方法测定,计算,即得。

吸附力 = 吸附量 / 样品量 × 100%

吸附量为加入的亚甲基蓝量减药液中未吸附的量。

**2.4 水溶性浸出物含量测定**<sup>[1]</sup> 取各样品约 4 g, 精密称定, 置 250 mL 锥形瓶中, 精密加水 100 mL, 按《中国药典》2010 年版一部附录 X A 水溶性浸出物测定法(冷浸法)测定, 以干燥品计算样品中水溶性浸出物的含量。水浸出物含量计分: 正交试验中水浸出物含量最高者为 77.05%, 将其定为 100 分, 其他样本按下式计分。

得分 = 水浸出物含量 × 100 / 77.05%

吸附力计分: 正交试验中吸附力最高者为 6.20, 将其定为 100 分, 其他样本按下式计分。

得分 = 吸附力 × 100 / 6.20

综合质量评分: 吸附力对熟地制炭的影响较大, 因此加权系数定为 0.8, 水浸出物含量的加权系数定为 0.2, 综合评分按下式计算。

综合质量评分 = 吸附力得分 × 0.8 + 水浸出物含量得分 × 0.2

**2.5 正交试验分析** 各种条件下熟地炭综合评分结果见表 3, 方差分析见表 4。

表 3 熟地炭的炮制工艺优选正交试验安排

No.	A	B	C	D	吸附力 /%	浸出物 含量/%	Y 综合评分
1	1	3	1	1	5.86	58.83	90.08
2	1	2	2	2	5.49	77.05	90.84
3	1	1	3	3	6.20	36.63	89.51
4	2	3	2	3	5.50	37.96	80.82
5	2	2	3	1	5.19	2.75	67.65
6	2	1	1	2	5.42	64.97	86.80
7	3	3	3	2	4.50	3.12	58.87
8	3	2	1	3	5.30	11.95	71.49
9	3	1	2	1	5.78	59.22	89.95
K <sub>1</sub>	90.14	76.59	82.79	82.56			
K <sub>2</sub>	78.42	76.66	87.20	78.84			
K <sub>3</sub>	73.44	88.75	72.01	80.61			
R	16.70	12.16	15.19	3.72			

表 4 综合评分方差分析

方差来源	SS	f	MS	F	P
A	441.34	2	220.67	21.21	<0.05
B	294.20	2	147.10	14.14	
C	366.52	2	183.26	17.61	
D(误差)	20.81	2	10.41		

注:  $F_{0.05}(2,2) = 19, F_{0.01}(2,2) = 99$ 。

直观分析表明, 熟地炭炮制工艺各因素的影响顺序为  $A > C > B$ , 即炮制温度 > 炮制方法 > 时间, 因素 A 对炮制工艺有显著影响, 其他因素对其无显著影响, 确定最佳工艺为  $A_1B_3C_2$ 。即取熟地适量, 置 200 °C 烘箱中烘 15 min 至发泡鼓起, 表面焦黑色, 取出, 放凉, 即得。

**2.6 验证试验** 按优选的炮制工艺进行 3 次验证试验, 取熟地原药材 3 份, 每份 50 g, 于 200 °C 烘制 15 min, 取出, 放凉, 测得吸附力分别为 5.40%, 5.42%, 5.49%; 水溶性浸出物质量分数依次为 59.13%, 59.83%, 60.86%。说明优选工艺合理, 并进一步证明熟地炭工艺的科学性, 成品质量的稳定性和可重复性。

### 3 讨论

中药饮片经过炒炭处理, 能生成一定数量的炭素(活性炭), 活性炭具有吸附、收敛作用, 亦能促进止血过程, 且炭素含量与吸附力成正比, 考虑其止血作用可能与炒炭后吸附力增强有关<sup>[4]</sup>, 通过测定炭素吸附力间接反映炭药的止血作用<sup>[5]</sup>。

多数药物炒炭后产生止血作用, 是由于药物本身含有鞣质。本试验通过简单的理化鉴别, 证实地黄中不含鞣质。故筛选工艺时, 本试验采用吸附力和水溶性浸出物作为考察指标。在此基础上优选的炮制工艺尚待进一步完善, 为筛选熟地炭止血活性部位, 并为比较熟地制炭前后对大鼠血液流变性及凝血时间的影响<sup>[6]</sup>奠定基础, 以期揭示熟地炭的止血作用机制。

### [参考文献]

[1] 中国药典. 一部[S]. 2010:115, 附录 X A.  
 [2] 杨中林, 高如忠, 李叔申. 荆芥炭炮制的最佳条件正交筛选实验[J]. 中药材, 1994, 17(9):26.  
 [3] 许腊英, 毛维伦, 杨瑾, 等. 乌梅炭吸附力的测定比较[J]. 中国医院药学杂志, 2004, 24(5):281.  
 [4] 崔永霞, 王淑美, 梁生旺, 等. 金银花炭的质量控制研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2007, 13(3):10.  
 [5] 孟江, 许舒娅, 卢国勇, 等. 星点设计-效应面法优化姜炭炮制工艺[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(2):11.  
 [6] 孔祥鹏, 陈佩东, 张丽, 等. 蒲黄与蒲黄炭对血瘀大鼠血液流变性及凝血时间的影响[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(6):129.

[责任编辑 仝燕]