

不同加工工艺对白芷有效成分的影响

金洁, 金传山*, 吴德玲, 刘青青, 许玲

(安徽中医学院药学院 安徽省现代中药重点实验室, 合肥 230031)

[摘要] **目的:**比较不同加工工艺对白芷中欧前胡素、总香豆素、浸出物含量的影响。**方法:**采用 RP-HPLC 法、紫外分光光度法、重量法对白芷有效成分进行测定。**结果:**不同加工工艺对白芷中有效成分含量有一定影响。白芷在不同加工工艺条件下含量由高到低依次为:鲜白芷烘至一定程度切片 > 产地趁鲜直接切片 > 传统工艺切片。**结论:**结合饮片外观,鲜白芷产地烘至一定程度直接切片,其质量较好。该方法结果减少了白芷传统加工方法中的软化环节,节约了成本,保证了药材的质量,是一种能够适用于企业规模化生产的新型工艺。

[关键词] 白芷; 加工工艺; 欧前胡素; 总香豆素; 浸出物

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)14-0088-04

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20120515.1529.009.html>

[网络出版时间] 2012-05-15 15:29

[收稿日期] 20111223002

[基金项目] 国际科技合作计划项目(S2012ZR0339)

[第一作者] 金洁, 硕士研究生, Tel: 13856920334, E-mail: jinjie0244@126.com

[通讯作者] * 金传山, 硕士, 副教授, 硕士生导师, 从事中药炮制学与中药材加工学教学与科研, Tel: 0551-5169044, E-mail: jcs4@sohu.com

相似度计算结果表明,10 批样品均 > 0.960,符合国家药典委员会的要求。可为羽叶鬼灯檠药材的品质评价、质量标准的制定提供科学依据。

3 讨论

3.1 流动相的选定 选用不同比例的甲醇-水、乙腈-水、甲醇-磷酸溶液、乙腈-磷酸溶液等流动相体系进行对比。结果表明,使用乙腈-磷酸溶液体系时基线平稳,色谱信息较丰富,各个色谱峰均实现较好分离。因此选择乙腈-磷酸溶液作为流动相。

3.2 供试品溶液的制备 比较了回流提取和超声提取、提取溶剂(水、30% 甲醇、60% 甲醇、甲醇、乙醇)、提取时间(30, 60, 90 min)和提取次数(1, 2 次)的效果。结果表明,60% 甲醇提取时色谱峰总数多且总峰面积大,能最大限度地反映其特征。

3.3 检测波长的选定 使用二极管阵列检测器对样品进行 200 ~ 600 nm 全波长扫描,并对各波长下的色谱图进行分析比较。结果表明,在 310 nm 下,各峰分离良好,特征峰明显且峰形较好,从图谱中可以尽可能地获取色谱组分信息以反映体系组成的全貌,因此选定 310 nm 作为检测波长。

3.4 聚类分析与主成分分析 应用了系统聚类分析和主成分分析两种化学计量学方法对羽叶鬼灯檠

色谱积分数据进行了模式识别的探讨,两者判断结果一致,均把羽叶鬼灯檠分为两类,说明各批羽叶鬼灯檠药材之间既存在明显的差异又存在一定程度的相似性,也表明两种分析方法同时使用可相互支持,互为依托。该模式识别方法直观、合理、可行,可作为相似度评价方法的有益补充,以更为客观地评价中药内在质量的真实性和一致性^[5]。将指纹图谱和模式识别结合起来进行中药材质量控制是一种行之有效的办法。

[参考文献]

- [1] 贵州省药监局. 贵州省中药材、民族药材质量标准[S]. 贵阳:贵州科技出版社, 2003.
- [2] 黎阳,刘素香,张铁军,等. 枳实的高效液相色谱指纹图谱研究[J]. 中草药,2009,40(11):1810.
- [3] 王燕,鲍家科,金杨,等. 岩陀药材质量标准研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2011,17(10):85.
- [4] 王文燕,赵强,张铁军,等. 白芍的 HPLC 指纹图谱及模式识别研究[J]. 中草药,2009,40(9):1469.
- [5] 黄勇,郑林,王爱民,等. 贵州产菝葜药材指纹图谱的模式识别研究[J]. 中成药,2008,30(7):945.

[责任编辑 顾雪竹]

Effect of Different Processing Technology on Contents of the Effective Constituent in *Angelica dahurica*

JIN Jie, JIN Chuan-shan*, WU De-ling, LIU Qing-qing, XU Ling

(Department of Pharmacy, Anhui College of Traditional Chinese Medicine; Anhui Key Laboratory of Traditional Chinese Medicine, Anhui 230031, China)

[Abstract] Objective: To study the effect of different processing technology on contents of imperatorin, total coumarin and extract in the *Angelica dahurica*. **Method:** Using the RP-HPLC method, ultraviolet spectrophotometry method and the weight method to determine the effective component in the *A. dahurica*. **Result:** Different processing technology has an effect on effective component in the *A. dahurica*. The best method was drying the fresh *A. dahurica* for several hours, then cut into thick slices and dry at 60 °C. The second was drying the fresh *A. dahurica*. The third method was the traditional method. **Conclusion:** This method not only shorten the soften time in processing, but also save the cost of production to ensure quality of pieces. It is a new processing method for standardized production of Chinese herbal pieces.

[Key words] *Angelica dahurica*; processing technology; imperatorin; total coumarin; extract

白芷为伞形科植物白芷或杭白芷的干燥根,性温、味辛,具有散风除湿、通窍止痛、消肿排脓等功效,临床上主要用于感冒头痛、眉棱骨痛、鼻塞、鼻渊、牙痛、白带、疮疡肿痛等^[1]。白芷中香豆素类成分具有镇痛、抗炎作用,及抗高血压、抗凝血、抗微生物、抗病毒、抗癌、抗氧化等多种生物活性,尤以欧前胡素药理作用明显^[2]。2010年版《中国药典》规定的白芷的加工方法为除去杂质,分开大小个,略浸,润透,切厚片,干燥。目前文献关于白芷产地加工的研究相对较少,有学者^[3-7]对白芷的软化切制工艺进行了研究,相关实验参数均是针对白芷干品经二次软化的工艺进行设计,但该种软化方法耗时比较长,现在很多学者^[8-9]都对药材的鲜切工艺进行了研究,以期能减少软化环节,减少生产成本。本文在结合白芷鲜品的产地加工的基础上,同时设计几种产地加工方法,探讨不同加工工艺对白芷饮片中有有效成分含量的影响,为白芷的产地加工提供一定参考。

1 材料

1.1 仪器 Shimadzu LC-15C 型高效液相色谱,美谱达 UV-1600 紫外分光光度计,FA2004 型 1/10 万电子天平(德国 Sartorius 公司),AS5150A 型超声清洗仪(Autoscience 公司),202-2 型电热恒温干燥箱(上海实验仪器有限公司),LK-400B 型打粉机(浙江温岭创新药材器械厂)等。

1.2 试药 甲醇(天津大茂化学试剂厂,批号

20100823)为色谱纯,水为娃哈哈纯净水(杭州娃哈哈饮料科技有限公司,批号 20110614)。欧前胡素(中国药品生物制品检定所,批号 110826-201013)。

白芷样品于 2010 年 8 月 10 号采集于亳州协和成药业栽培基地,经安徽中医学院中药教研室方成武教授鉴定为伞形科植物白芷 *Angelica dahurica* var. *dahurica* cv. Hangbaizhi 的干燥根。

2 方法^[1,10]与结果

2.1 欧前胡素的测定

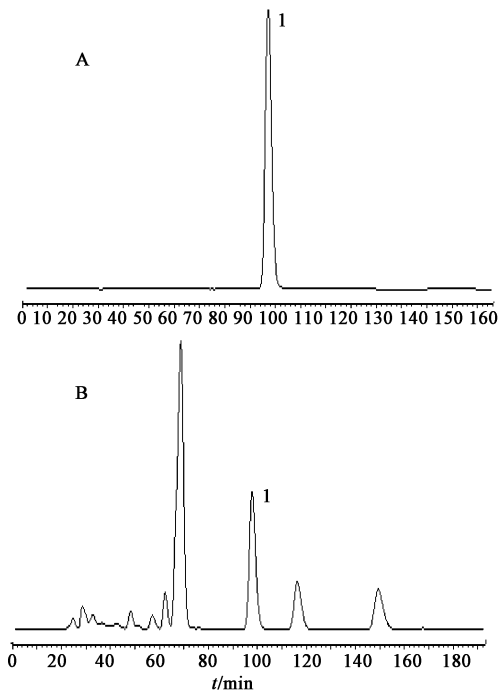
2.1.1 色谱条件 ultimate-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm),流动相甲醇-水(70:30),流速 1.0 mL·min⁻¹,检测波长 300 nm,柱温 30 °C,进样量 20 μL。理论板数按欧前胡素峰计算不低于 3 000。

2.1.2 对照品溶液的制备 精密称取在五氧化二磷减压干燥器中干燥 36 h 的欧前胡素对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 10 μg 的溶液,即得。

2.1.3 样品溶液的制备 取本品粉末(过 60 目筛)约 0.4 g,精密称定,置 50 mL 量瓶中,加甲醇 45 mL,超声处理(功率 300 W,频率 50 kHz)1 h,取出,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,去续滤液,即得。对照品溶液,供试品溶液的 HPLC 谱见图 1。

2.2 总香豆素的测定

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取在五氧化二磷减压干燥器中干燥 36 h 的香豆素约 4.95 mg,置 50 mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。



A. 对照品; B. 样品; 1. 欧前胡素
图 1 白芷样品 HPLC 图谱

2.2.2 样品溶液的制备 取样品粗粉(过 60 目筛)约 0.5 g,精密称定,放入索氏提取器中,加 85 mL 的甲醇,80 °C 下回流 4 h,用甲醇定容至 100 mL,精密移取 4 mL 至 10 mL 的量瓶中,加甲醇定容,备用。

2.2.3 线性关系考察 精密移取对照品溶液 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0 mL 置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,以甲醇作空白,于 300 nm 处测定吸光度,以对照品质量浓度($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$) X 为横坐标,吸光度 Y 为纵坐标绘制标准曲线,进行线性回归,得回归方程 $Y = 2.441X + 0.0246$ ($r = 0.9997$),线性范围 4.95 ~ 29.7 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$,线性关系良好。

2.2.4 精密度试验 取浓度为 14.85 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 对照品溶液,于波长 300 nm 下重复测定 6 次,结果香豆素含量 RSD 0.21%,试验表明该方法精密度良好。

2.2.5 稳定性试验 取样品供试液分别于 0, 2, 4, 6, 8 h 测定,结果香豆素含量 RSD 为 0.26%,表明,该方法条件下,处理的样品在 0 ~ 8 h 的稳定性良好。

2.2.6 重复性试验 取白芷样品按上述含量测定方法平行实验 6 次,结果含量 RSD 0.29%,表明该方法的重复性良好。

2.2.7 加样回收率试验 称取已知含量($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$) 的白芷样品共 6 份,分别加入香豆素对照品溶液(14.85 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$) 2 mL,按照上述供试品溶液制备方法制备供试品溶液,进行测定,结果见表 1。

表 1 白芷中香豆素加样回收率试验

样品含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
0.307 0	0.029 7	0.336 0	97.60	96.5	2.7
0.307 0	0.029 7	0.336 0	97.60		
0.307 0	0.029 7	0.335 0	94.30		
0.307 0	0.029 7	0.335 0	94.30		
0.307 0	0.029 7	0.336 0	97.60		
0.307 0	0.029 7	0.336 0	97.60		

2.3 浸出物的测定 按照 2010 年版《中国药典》附录 X 项下的浸出物测定方法,对白芷中醇浸出物(稀乙醇)含量进行测定。

3 不同加工工艺样品的制备

根据工厂加工现状考察了低温鼓风烘干设备与烘房烘制、蒸汽炕干对白芷加工品的质量影响。

工艺 1(传统工艺):白芷采收后,洗去泥沙,置于烘房中 40 °C 烘至全干后,得到白芷干品。将药材干品在水中浸泡 8 h,润 12 h 后切成 0.45 cm 厚片,60 °C 烘干,得到样品 1。

工艺 2:白芷采收后,洗去泥沙,置于低温烘干机中 60 °C 烘至一定程度(含水量为 36%)切成 0.45 cm 厚片,60 °C 烘干,得到样品 2。

工艺 3:白芷采收后,洗去泥沙,置于烘房中 60 °C 烘至一定程度(含水量为 36%),切成 0.45 cm 厚片,60 °C 烘干,得到样品 3。

工艺 4:白芷采收后,洗去泥沙,置于烘房中 60 °C 烘至一定程度(含水量为 36%),切成 0.45 cm 厚片,蒸汽炕干(60 °C),得到样品 4。

工艺 5:白芷采收后,洗净直接切成 0.45 cm 厚片,置于低温烘干机中 60 °C 烘干,得到样品 5。

工艺 6:白芷采收后,洗净直接切成 0.45 cm 厚片,置于烘房中 60 °C 烘干,得到样品 6。

工艺 7:白芷采收后,洗净直接切成 0.45 cm 厚片,置于蒸汽炕中炕干,得到样品 7。

4 结果

测定不同加工工艺下的白芷中欧前胡素、总香豆素、浸出物含量结果见表 2。

从表 2 可见,不同加工工艺对白芷中有效成分含量有一定影响。鲜白芷在不同加工工艺条件下含量由高到低依次为,鲜白芷烘至一定程度切片(样 2、样 3、样 4) > 产地趁鲜直接切片(样 5、样 6、样 7) > 传统工艺切片(样 1)。结合饮片外观,鲜白芷产地烘至一定程度直接切片,其质量较好。

表2 不同加工工艺的白芷样品测定 %

编号	外观	欧前胡素	总香豆素	浸出物含量
样品1	表面平整、少油点	0.283 3	0.922 5	14.22
样品2	表面平整、少油点	0.397 2	1.501 8	20.48
样品3	表面平整、少油点	0.342 4	1.275 9	19.76
样品4	表面皱缩、少油点	0.321 6	1.185 3	19.55
样品5	表面皱缩、油点多	0.298 7	1.085 5	17.61
样品6	表面皱缩、油点多	0.303 3	1.166 9	17.54
样品7	表面皱缩、油点多	0.289 6	0.984 4	15.34

5 讨论与小结

用欧前胡素、总香豆素、浸出物综合控制白芷药材质量的方法准确可靠。鲜切白芷工艺下的白芷质量较好,既节约了时间,又稳定了白芷药材的质量,为工厂的大规模生产提供了参考。

欧前胡素测定中,尝试按照药典方法以甲醇-水(55:45)作为流动相,结果分离效果不好,经过考察发现,甲醇-水(70:30),流速 $1.0\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$, $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 柱温条件下,获得的色谱峰峰形较好。总香豆素测定中,考察提取方式包括超声提取、回流提取、索氏提取,以及不同浓度的甲醇、乙醇提取对白芷总香豆素提取效率的影响,最终确定确定甲醇索氏提取4 h。

实验初期,对白芷饮片的干燥温度进行考察,分别考察了40,50,60,70,80,90,100,120 $^{\circ}\text{C}$ 条件下烘干时间、饮片外观及内在质量的变化,得出结论60~70 $^{\circ}\text{C}$ 条件下干燥时间适中,饮片较美观,且有效成分含量最高。

在干燥设备的选择方面,低温烘干、烘房烘干、蒸气烘干烘干时间和对其内在质量都有一定的影响。低温烘干机干燥能明显缩短白芷的干燥时间,但是使用燃油,其成本相对较高,烘房烘制虽然干燥时间相对较长,但一次加工量较大,同时以煤做燃料,成本较低。从药材质量、能源、环保成本和产业化推广方面综合考虑,企业在产地实施产业化生产

时,可根据实际情况予以考虑。

传统加工工艺中,白芷个药在烘至全干的过程中耗时长,容易造成饮片质量下降;研究发现,白芷鲜药材直接切片时,由于药材含水量高,切片后饮片不平整。鲜白芷在产地先烘至一定程度其断面渗出液(含水量在36%)减少,再直接切片,其外观较平整、美观,内在质量也较好。该工艺结合了产地加工产业化的需要,减少了加工中软化的环节,保证白芷饮片质量,提高了工厂的工作效率,为大规模生产提供了指导。

[参考文献]

- [1] 中国药典.一部[S].2010;69.
- [2] 张富强,聂红,韦艺,等.白芷的化学与药理研究进展[J].南京中医药大学学报,2002,18(3):190.
- [3] 李丽,张村,肖永庆,等.白芷饮片产地加工方法探索[J].中国实验方剂学杂志,2011,17(5):60.
- [4] 张利,马逾英,蒋桂华,等.白芷新型饮片中总香豆素与欧前胡素的含量测定[J].时珍国医国药,2011,22(1):80.
- [5] 李国振,张翠英,王青晓.白芷饮片炮制工艺研究[J].中药材,2007,15(5):529.
- [6] 李玲,李祖伦,何宇新,等.白芷饮片加工工艺初探[J].四川中医,2008,26(1):52.
- [7] 王晓燕,张翠英,陈士林,等.HPLC分析禹白芷药材的质量[J].药物分析杂志,2010,30(1):45.
- [8] 杨树声,宋平顺,马真金,等.鲜切甘肃丹参饮片工艺的初步研究[J].中国实验方剂学杂志,2010,16(2):45.
- [9] 崔春利,王敏,郭东艳,等.不同切制法多穗木根皮中皂苷类成分的影响[J].中国实验方剂学,2011,17(22):9.
- [10] 马逾英,钟世红,贾敏如,等.紫外分光光度测定川白芷中总香豆素类成分的含量[J].华西药理学杂志,2005,20(2):159.

[责任编辑 顾雪竹]