

阿胶烘制工艺优选

张振凌*, 汪坤

(河南中医学院, 郑州 450008)

[摘要] 目的: 优选阿胶烘制工艺。方法: 以阿胶珠中 4 种氨基酸的含量为指标, 采用 HPLC 测定指标成分含量, 选取烘制温度、时间及阿胶丁大小为考察因素, 正交试验法优选阿胶烘制工艺。结果: 阿胶最佳烘制工艺条件为 1.27 cm × 0.88 cm × 0.6 cm 的阿胶丁在 180 °C 烘制 15 min。结论: 该优选工艺简单可控、操作性强、适合大规模生产。

[关键词] 阿胶; 烘制工艺; 正交试验; 高效液相色谱法

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)14-0044-03

Optimization of Baking Process for *Equus asinus*

ZHANG Zhen-ling*, WANG Kun

(Henan University of Traditional Chinese Medicine, Zhengzhou 450008, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize baking process of *Equus asinus*. **Method:** With the contents of 4 kinds of amino acid as indexes, which was determined by HPLC, baking process of *E. asinus* was optimized by orthogonal test with baking time, baking temperature and size of *E. asinus* as factors. **Result:** Optimum baking process was: size of *E. asinus* 1.27 cm × 0.88 cm × 0.6 cm, baked 15 min at 180 °C. **Conclusion:** Optimized process was simple, controllable, operable, and suitable for mass production

[Key words] *Equus asinus*; baking process; orthogonal test; HPLC

阿胶为马科动物驴的干燥皮或鲜皮经煎熬、浓缩制成的固体胶^[1], 主要成分为蛋白质及其降解产物等^[2], 具有补血、止血、滋阴润燥等功效^[3]。其形滋腻, 有碍脾胃, 且有腥气。传统汤剂中阿胶多烔化入药, 或蛤粉炒制成阿胶珠后服用。本试验将阿胶烘制成阿胶珠, 以甘氨酸、丙氨酸、L-脯氨酸、L-羟脯氨酸的含量为指标, 考察阿胶丁大小、烘制温度、烘制时间对烘制工艺的影响。

1 材料

LC-2010A 型高效液相色谱仪(日本岛津), BS210S 型电子天平(北京赛多利斯天平有限公司), AE240 型 1/10 万电子天平(瑞士 METTLER),

DHG-9076A 型电热恒温鼓风干燥箱(上海精宏实验设备有限公司), DZKW-4 型电子恒温不锈钢水浴锅(上海东星建材试验设备有限公司), SZ-93 型自动双重纯水蒸馏器(上海亚荣生化仪器厂), 阿胶购于山东富胶集团东阿镇阿胶有限公司(批号 1009084), 三乙胺(天津市福晨化学试剂厂), 乙酸钠(天津市恒兴化学试剂制造有限公司), 异硫氰酸苯酯(阿拉丁试剂有限公司), L-羟脯氨酸、甘氨酸、丙氨酸、L-脯氨酸等对照品(均购自中国药品生物制品检定所, 批号 624-200104), 甲醇、乙腈为色谱纯, 水为自制双蒸水, 其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 氨基酸含量测定^[4]

2.1.1 色谱条件 以十八烷基键合硅胶为填充剂, 以乙腈-0.1 mol · L⁻¹ 乙酸钠溶液(用乙酸调节 pH 6.5)(7:93)为流动相 A, 以乙腈-水(4:1)为流动相 B, 进行梯度洗脱(0 min, 0% B; 11 min, 7% B; 13.9 min, 12% B; 14 min, 15% B; 29 min, 34% B; 30 min, 100% B), 检测波长 254 nm, 柱温 43 °C, 理论塔板数

[收稿日期] 20120215(018)

[基金项目] 河南省中医药管理局科研课题(98100408); 中药行业科研专项(201007010)

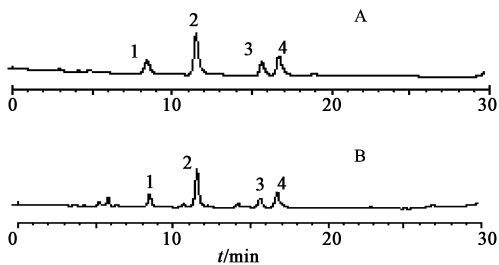
[第一作者] * 汪坤, 在读硕士, 从事中药饮片及新药研究, E-mail: china333333wang@126.com

[通讯作者] * 张振凌, 教授, 从事中药炮制学教学与研究, Tel: 0371-65680970, E-mail: zhangz6758@163.com

按 *L*-羟脯氨酸计不低于 4 000。

2.1.2 对照品溶液的制备 精密称量 *L*-羟脯氨酸、甘氨酸、丙氨酸、*L*-脯氨酸等对照品 1.76, 3.20, 1.48, 2.32 mg 分别置于 10 mL 量瓶中,用 0.1 mol·L⁻¹ 盐酸溶液定容;各精密量取 2 mL 混匀。精密量取混合对照品溶液 5 mL 置于 25 mL 量瓶中,加 0.1 mol·L⁻¹ 异硫氰酸苯酯的乙腈溶液 2.5 mL, 1 mol·L⁻¹ 三乙胺的乙腈溶液 2.5 mL, 摇匀, 室温放置 1 h, 加 50% 乙腈定容至刻度, 摇匀, 取 10 mL, 加正己烷 10 mL, 振摇, 放置 10 min, 取下层溶液, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.1.3 供试品溶液的制备 取阿胶珠粗粉约 0.25 g, 精密称定, 置 25 mL 量瓶中, 加 0.1 mol·L⁻¹ 盐酸溶液 20 mL, 超声 (功率 500 W, 频率 40 kHz) 30 min, 放冷, 加 0.1 mol·L⁻¹ 盐酸溶液至刻度, 摇匀。精密量取 2 mL 于 5 mL 具塞量瓶中, 加盐酸 2 mL, 100 °C 水浴水解 6 h, 放冷, 移至蒸发皿中, 用水 10 mL 分次洗涤, 洗液并入蒸发皿中, 蒸干, 残渣加加 0.1 mol·L⁻¹ 盐酸溶液溶解, 转移至 25 mL 量瓶中, 加 0.1 mol·L⁻¹ 盐酸溶液至刻度, 摇匀, 精密量取 5 mL 置于 25 mL 量瓶中, 其余操作同 2.1.2 项下, 即得, 取衍生化对照品和供试品溶液各 5 μL 进样, 色谱图如图 1。



A. 对照品; B. 供试品; 1. 丙氨酸; 2. 甘氨酸; 3. *L*-羟脯氨酸; 4. *L*-脯氨酸

图 1 阿胶衍生化 HPLC

2.1.4 标准曲线的制备 取衍生化过的混合对照品溶液, 分别进样 4, 6, 8, 10, 12 μL, 以进样质量浓度对峰面积值回归, 结果丙氨酸在 0.029 6 ~ 0.088 8 g·L⁻¹ 线性关系良好, 标准曲线 $Y = 9.2 \times 10^6 X + 2.1 \times 10^4$ ($r = 0.999 9$); 甘氨酸在 0.064 ~ 0.192 g·L⁻¹ 线性关系良好, 标准曲线 $Y = 1.2 \times 10^7 X + 4.4 \times 10^4$ ($r = 0.999 9$); *L*-羟脯氨酸在 0.035 2 ~ 0.105 6 g·L⁻¹ 线性关系良好, 标准曲线 $Y = 7.2 \times 10^6 X + 2.7 \times 10^3$ ($r = 0.999 9$); *L*-脯氨酸在 0.046 4 ~ 0.139 2 g·L⁻¹ 线性关系良好, 标准曲线 $Y = 1.0 \times 10^7 X + 1.2 \times 10^4$ ($r = 0.999 9$)。

2.2 烘制工艺优选

2.2.1 正交试验设计 选用 L₉(3⁴) 正交试验表, 以甘氨酸、丙氨酸、*L*-脯氨酸、*L*-羟脯氨酸含量为指标, 考察烘制温度、烘制时间及阿胶丁大小对烘制工艺的影响。阿胶珠一般要求为质地酥脆, 内无溏心。在预试验基础上, 取 9 份样品, 每份阿胶珠粉末 (40 目筛) 各 0.5 g, 按衍生化供试品溶液的制备方法制备, 每个样品进样 10 μL, 以 4 种氨基酸含量之和为指标, 分析阿胶丁大小、烘制温度、烘制时间对烘制工艺的影响, 以确定最佳提取工艺。因素水平见表 1, 试验安排及结果见表 2, 方差分析见表 3。

表 1 阿胶烘制工艺优选正交试验因素水平

水平	A 烘制温度/°C	B 烘制时间/min	C 阿胶丁大小/cm ³
1	160	10	0.63 × 0.88 × 0.6
2	180	15	1.27 × 0.88 × 0.6
3	200	20	1.90 × 0.88 × 0.6

表 2 阿胶烘制工艺优选正交试验安排 %

No.	A	B	C	丙氨酸	甘氨酸	<i>L</i> -羟脯氨酸	<i>L</i> -脯氨酸	4 种氨基酸含量总和
1	1	1	1	2.32	6.61	4.49	5.50	18.93
2	1	2	2	2.29	7.6	4.82	5.40	20.11
3	1	3	3	2.30	7.1	4.8	5.25	19.55
4	2	1	2	2.31	7.79	4.91	5.70	20.71
5	2	2	3	2.29	7.54	4.58	5.60	20.01
6	2	3	1	2.64	7.66	4.17	6.06	20.53
7	3	1	3	2.53	7.44	4.22	6.18	20.36
8	3	2	1	2.39	7.31	4.78	5.80	20.27
9	3	3	2	18.99	6.89	4.47	5.67	18.99
K ₁	19.53	20.00	19.91					
K ₂	20.42	20.13	19.94					
K ₃	19.87	19.69	19.97					
R	0.89	0.44	0.06					

表 3 4 种氨基酸含量总和和方差分析

方差来源	SS	f	MS	F	P
A	1.199	2	0.599	120	<0.01
B	0.307	2	0.153	30.7	<0.05
C	0.006	2	0.003	0.6	
D(误差)	0.01	2			

注: $F_{0.01}(2,2) = 99.0, F_{0.05}(2,2) = 19.0$ 。

由方差分析可知, 以 4 种氨基酸的含量为指标, 不同因素对试验结果的影响为 $A > B > C$, 即烘制温

度 > 烘制时间 > 阿胶丁大小。其中烘制温度和时间对阿胶烘制工艺指标有显著差异,综合考虑,确定阿胶最佳烘制工艺为 $A_2B_2C_2$, 即 $1.27 \times 0.88 \times 0.6 \text{ cm}^3$ 大小的阿胶丁在 $180 \text{ }^\circ\text{C}$ 烘制 15 min 。

2.2.2 验证试验 为进一步考察优选工艺的可靠性及稳定性,称取阿胶珠粉末(40目筛)各 0.5 g ,按上述最佳工艺进行3次验证试验,结果各成分的平均质量分数为丙氨酸 2.60% ,甘氨酸 7.63% ,L-羟脯氨酸 4.76% ,L-脯氨酸平均含量为 5.97% 。说明优选工艺稳定可行。

2.3 与传统炒制品比较 传统工艺蛤粉炒阿胶珠,取 30 g 左右的阿胶块切丁(30块),在蛤粉加热至滑利状态后投入阿胶丁炒至呈黄白色,内无溏心;烘制工艺制阿胶珠,取 $1.27 \times 0.88 \times 0.6 \text{ cm}^3$ 大小的阿胶丁在 $180 \text{ }^\circ\text{C}$ 烘制 15 min 。各取2种阿胶炮制品2份,每份 0.25 g ,按照供试品溶液的制备方法制备,衍生化后用 HPLC 测定胶烘制品与传统炒制品中4种氨基酸含量,结果4种氨基酸质量分数之和分别为 20.88% , 21.58% 。说明炒制品与烘制品相差不大。

3 讨论

阿胶在适宜条件下烘制之后有利于氨基酸等有效成分溶出。温度过低、炮制时间不够、阿胶丁太

大,阿胶珠膨胀程度不够,有溏心,有效成分不能充分溶出;温度过高短时间内阿胶丁外层焦化,色黑,有效成分受到破坏。

传统炮制工艺操作难度较大,火候及温度较难掌握,温度过高,成品焦化^[5]。温度过低则溏心,不能鼓起,且费工费时,劳动强度大。烘制法受热均匀、饮片洁净度高、省工、省时、工艺简便易掌握、准确地控制加热火和时间、避免环境污染。综上所述烘制法炮制阿胶珠替代传统炒法是可行的。

[参考文献]

- [1] 宋立人,洪恂,丁绪亮,等. 现代中药学大辞典[M]. 北京:人民卫生出版社,2001:118.
- [2] 陈定一,王静竹,刘文林. 阿胶及其炮制品中氨基酸和微量元素的分析研究[J]. 中国中药杂志,1991,16(2):833.
- [3] 陈大蓉,程积华,唐显著,等. 黄连阿胶胶囊对更年期综合征的治疗作用[J]. 中国实验方剂学杂志,1997,3(2):6.
- [4] 中国药典. 一部[S]. 2010:175.
- [5] 黄泰康. 阿胶炮制历史及其研究[J]. 南京中医学院学报,1988(4):52.

[责任编辑 全燕]

欢迎订阅 2013 年《中国中医药信息杂志》

《中国中医药信息杂志》是由国家中医药管理局主管、中国中医科学院中医药信息研究所主办的中医药学术期刊。本刊立足于行业报道的前沿,关注相关的政策动态,跟踪报道中医药重大课题,及时分析报道中医药的新政策、新技术、新发明、新成果、新疗法,努力使信息的选择与表达方式能够充分体现中医药发展水平,为广大读者提供一流的信息服务。

《中国中医药信息杂志》1994年创刊,2002年,被中国科学技术信息研究所的“中国科技论文统计源期刊”收录,成为中国科技核心期刊。随着期刊影响力的不断提升,已被波兰《哥白尼索引》、美国《化学文摘》、美国《乌利希期刊指南》、《世界卫生组织西太平洋地区医学索引》及英国《农业与生物科学研究中心文摘》、英国《全球健康》等国际检索系统收录。

《中国中医药信息杂志》是中医药行业一本独具特色的学术期刊,其内容较全面地反映了我国中医药发展水平。主要栏目有:中医动态、中医药发展论坛、专题论坛、改革与管理、中医药信息学、研究与进展、论著、实验研究、流行病学调查、质量标准研究、制剂与工艺、中药研究与开发、临床报道、专家经验、临证心得、思路与方法、中医教育、医院药学等。

《中国中医药信息杂志》为月刊,大16开国际开本,112页,国内外公开发行,每册定价10元,全年120元。国内邮发代号:82-670;国外代号:M4564。也可直接汇款至本刊编辑部订阅。地址:北京市东直门内南小街16号《中国中医药信息杂志》编辑部 邮编:100700 电话:010-64014411-3278 E-mail:Lxx@mail.cintcm.ac.cn