

不同干燥方法对黄芩有效成分含量的影响

朱俊霖¹, 闫永红², 张学文^{1*}, 徐亮¹, 韩玉², 邹慧琴²

(1. 中国药材集团承德药材有限责任公司, 河北 承德 067000; 2. 北京中医药大学, 北京 100029)

[摘要] 目的: 比较不同干燥方法对黄芩有效成分含量的影响, 优选黄芩的最佳干燥方式。方法: 以 HPLC 测定黄芩苷含量为指标, 比较自然晒干、自然阴干、60 °C 烘干、真空干燥、远红外干燥及微波干燥 6 种方法处理黄芩药材的优劣。结果: 采用远红外干燥方法时黄芩有效成分黄芩苷的质量分数最高, 平均为 14.43%; 从成本和成分含量及实用性综合分析黄芩应采用自然晒干方法。结论: 优选的干燥方法稳定, 可控性高。

[关键词] 黄芩; 干燥方法; 有效成分

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)05-0007-03

Effects of Different Drying Methods on Content of Active Components from *Scutellaria baicalensis*

ZHU Jun-lin¹, YAN Yong-hong², ZHANG Xue-wen^{1*}, XU Liang¹, HAN Yu², ZOU Hui-qin²

(1. Chengde Pharmaceutical Co. Ltd Affiliated to China National Group Corporation of Traditional & Herbal Medicine, Chengde 067000, China; 2. Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 100029, China)

[Abstract] **Objective:** To compare effect of different drying methods on the content of active components from *Scutellaria baicalensis*, to find out optimum drying method for *S. baicalensis*. **Method:** *S. baicalensis* was processed by six drying methods including natural drying in the sun, natural drying in the shade, oven drying under 60 °C, vacuum drying, infrared drying and microwave drying. **Result:** The content of active component (baicalin) was the highest (average content was 14.43%) by infrared drying; But it should adopt natural drying in the sun for *S. baicalensis* by comprehensive analyzing of the cost, the content of active component and practicality. **Conclusion:** Optimized drying method for *S. baicalensis* was stable and high controllability.

[Key words] *Scutellaria baicalensis*; drying method; active component

黄芩具有清热燥湿、泻火解毒、止血、安胎的功效^[1], 主要成分为黄芩苷, 具有抑菌、利尿、抗炎、抗变态及解痉作用, 且具有较强的抗癌反应等生理效能^[2]。黄芩主要分布于黑龙江、内蒙古、宁夏等^[3], 以内蒙古、山西、河北产量较大^[4]。本试验采用不同干燥方法对 3 年生的黄芩进行干燥, 从中找出最佳的干燥方式, 为生产实践提供理论依据。

1 材料

DHG-9145A 型烘箱(上海一恒科学仪器有限公

司), DZ-3BC 型真空干燥箱(天津市泰斯特仪器有限公司), 766-3 型远红外干燥箱(启东电器二厂), P20D20TJ-D3 型微波炉(Galanz)。三年生黄芩采于河北省承德市滦平县人工种植基地, 经中国药材集团承德药材有限公司张学之副主任中药师鉴定为唇形科多年生草本植物黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi 的干燥根。

2 方法与结果

2.1 干燥方法 取鲜黄芩样品 6 份, 每份精密称量 300 g, 装入硬纸制的托盘中摊开, 分别进行自然晾晒、室内通风阴干、烘箱干燥、真空干燥、远红外干燥和微波干燥; 每隔 3 h 翻动 1 次, 晚上不翻动, 每天早晚记录样品质量, 并记录干燥所用时间。干燥指标: 外观上, 不同粗细的黄芩均能达到质硬而脆, 易

[收稿日期] 20111004(001)

[基金项目] 国家“十一五”科技支撑计划项目(2006BAI06A15-5)

[通讯作者] * 张学文, Tel: 0314-2062209, Fax: 0314-2067340, E-mail: cdyckyb@126.com

折断,样品连续 2 次干燥后的质量差异在 0.3 mg 以下。将样品用粉碎机粉碎,过 60 目筛,装入塑料样品袋备用。

2.1.1 自然晾晒 将鲜黄芩样品置于室外自然晾晒。

2.1.2 自然阴干 将鲜黄芩样品置于室内阴凉通风处自然阴干。

2.1.3 烘箱干燥^[5-7] 选择 40, 60, 80 °C 烘干。40 °C 干燥时间过长,烘箱效果难以达到;80 °C 温度太高又易使黄芩中有效成分分解,且耗电增加。故选择 60 °C 作为干燥温度。

2.1.4 真空干燥 考虑到黄芩有效成分的保存与干燥效率,与烘干方法进行对比试验,选择 60 °C 作为干燥温度。将鲜黄芩样品置于真空干燥箱内,于 60 °C 减压干燥,当窗口有雾气时即打开擦干。

2.1.5 远红外干燥 考虑到黄芩有效成分的保存与干燥效率,又便于与烘干方法、真空干燥方法进行对比,选择 60 °C 作为干燥温度。

2.1.6 微波干燥 将鲜黄芩样品置于微波炉内,于 625 W 下干燥 6 min,每分钟取出翻动 1 次,释放热量。将微波干燥后的黄芩放入烘箱,于 60 °C 烘干。

2.2 水分测定方法 2010 年版《中国药典》规定水分小于 12% 的黄芩药材为合格药材。选择减压干燥法:取直径 12 cm 左右的培养皿,加入五氧化二磷干燥剂适量,使铺成 0.5 ~ 1.0 cm 的厚度。放入直径 30 cm 的减压干燥器中。取干燥后的黄芩样品粉末 2 ~ 5 g,分别约 0.5 ~ 1.0 g,置于在供试品同样条件下干燥并称重的称量瓶中,打开瓶盖,放入上述减压干燥器中,减压至 2.67 kPa (20 mmHg) 以下持续 0.5 h,室温放置 24 h,在减压干燥器出口连接无水氯化钙干燥管,打开活塞,待内外压力一致,关闭活塞,打开干燥器,盖上瓶盖,取出称量瓶迅速精密称定质量,计算供试品中的含水量。

2.3 对比分析 采用高效液相色谱法测定不同干燥方法处理的黄芩样品中黄芩苷、黄芩素和汉黄芩素的含量,采用紫外分光光度法测定总黄酮的含量,结果如表 1 所示;并比较不同干燥方法的干燥成本和干燥时间。然后进行综合分析,采用经济、高效的干燥方法指导实际生产中的黄芩干燥。

从表 1 可以看出远红外和微波干燥黄芩苷的含量最高,60 °C 烘干和自然晒干黄芩苷的含量最低。60 °C 烘干和真空干燥黄芩素的含量最高,远红外干燥和微波干燥黄芩素的含量最低,此规律与黄芩苷

表 1 不同干燥方法黄芩有效成分的质量分数(n = 6) %

干燥方法	干燥时间	黄芩苷量	黄芩素	汉黄芩素	总黄酮
自然晒干	9 d	10.48	3.02	0.31	18.98
自然阴干	18 d	11.94	3.56	0.33	19.81
60 °C 烘干	60 h	9.65	5.39	0.58	19.76
真空干燥	60 h	12.91	4.23	0.51	25.42
远红外干燥	48 h	14.43	1.96	0.29	25.76
微波干燥	微波 6 min, 烘干 32 h	14.32	2.66	0.39	26.47

含量规律正好相反。60 °C 烘干和真空干燥汉黄芩素的含量最高,自然晒干和远红外干燥汉黄芩素含量的最低。微波干燥总黄酮含量的最高,自然晒干总黄酮的含量最低,说明微波干燥最有利于总黄酮的积累,此规律与黄芩素含量规律正好相反,与黄芩苷含量规律相同。

6 种干燥方法中,自然阴干耗时较长(18 d),自然晒干也较慢(9 d),且这 2 种干燥方法受天气影响最大;60 °C 烘干(60 h)和真空干燥(60 h)时间相等;远红外干燥时间较短,只用 2 d;微波(微波 6 min,烘干 32 h)加热后,黄芩干燥变快,可能跟微波时黄芩药材内水分快速透出有关。

自然晒干的成本最低,仅需适宜的干燥场地;自然阴干的成本也较低,但需要室内、大棚等场地,达到通风、避免阳光直射的效果;实验室烘干所用的热风干燥箱、真空干燥所用的真空干燥设备以及远红外干燥箱均需万元左右,大生产时的仪器设备投资较大,成本较高,且内部空间有限,不适合大量的黄芩干燥。

3 讨论

从实验结果和经济角度分析,自然晒干不用任何仪器设备,最经济、最实用,因此大田生产时建议采用自然晾晒干燥。从节省干燥时间角度来看,微波干燥是最快的,同时此方法又比其他方法最大限度的保存了有效成分。而不用任何仪器的自然阴干、自然晒干是最慢的。由于微波法能起到杀酶保苷的作用,能有效地防止黄芩完全干燥前黄芩苷等黄酮类成分的分解。以总黄酮和黄芩苷含量为指标,忽略含量较低的黄芩素,最大程度地保存有效成分的方法为微波干燥。故从有效成分保存方面考虑,6 种方法的优劣顺序为微波干燥 > 远红外干燥 > 真空干燥 > 自然阴干 > 60 °C 烘干 > 自然晒干。

丹夏乳癖片的提取工艺优选

张海鸣, 刘子沐, 方睿, 王永炎, 杜树山*

(北京师范大学中药资源保护与利用北京市重点实验室, 北京 100875)

[摘要] 目的: 优选丹夏乳癖片的提取工艺。方法: 醇提部分以丹参酮 II_A 为评价指标, 选择提取时间进行单因素考察。醇提后剩余药渣与其余药材合并进行水提, 以丹参素为指标, 采用 L₉(3⁴) 正交试验考察提取时间、溶媒用量、提取次数的影响, 确定丹夏乳癖片的提取工艺。结果: 最佳提取工艺为用 95% 乙醇 10 倍量提取 1 次, 2 h; 水提部分用 10 倍量水提取 3 次, 每次 2 h。结论: 优选出的提取工艺简单、可行, 适应药厂生产需要, 可作为该制剂合理开发的依据。

[关键词] 丹夏乳癖片; 提取工艺; 单因素试验; 正交试验

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)05-0009-03

Optimization of Extraction Process for Danxia Rupii Tablet

ZHANG Hai-ming, LIU Zi-mu, FANG Rui, WANG Yong-yan, DU Shu-shan*

(Protection and Utilization of Traditional Chinese Medicine of Beijing Area Major Laboratory, Beijing Normal University, Beijing 100875, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize optimum extraction technology of Danxia Rupii tablet. **Method:** Tanshinone II_A was used as index for alcohol extraction part, extraction time was selected for single factor test. Residue after ethanol extracting and other herbs were extracted by water together, L₉(3⁴) orthogonal experiment was used to determine extraction technology of Danxia Rupii tablet with danshensu as index, extraction time, the amount of solvent and extraction times were investigated as main factors affecting water boiling. **Result:** Optimum extraction process was: for alcohol extraction part, extracted 1 time with 10 times the amount of 95% ethanol for 2 h. Water extraction part extracted 3 times with 10 times the amount of water for 2 hours each time. **Conclusion:** This optimum technology was simple, feasible and adapt to industrial production, which could provide references for further investigation of Danxia Rupii tablet.

[Key words] Danxia Rupii tablet; extraction process; single factor test; orthogonal test

[收稿日期] 20111020(010)

[基金项目] 北京教育委员会共建项目(SYS100270430);北京市新医药学科群重点支持项目(xk100270569)

[第一作者] 张海鸣, 博士研究生, 从事中药物质基础研究, Tel:010-62208032, E-mail: zhanghaiming@mail.bnu.edu.cn

[通讯作者] * 杜树山, 博士, 副教授, 从事中药及其民族药物物质基础研究, Tel:010-62208032, E-mail: dushushan@bnu.edu.cn

[参考文献]

- [1] 中国药典. 一部[S]. 2010: 282.
- [2] 张红医, 赵淑军, 成谦, 等. 中药黄芩提取方法的优化[J]. 河北大学学报: 自然科学版, 2006, 26(4): 390.
- [3] 肖培根. 新编中药志[M]. 北京: 化学工业出版社, 2002: 862.
- [4] 中国药材公司. 中国中药资源[M]. 北京: 科学出版社, 1995: 232.
- [5] 盛柳青, 罗国海. 不同加工方法的太子参多糖含量比较研究[J]. 中药材, 2009, 32(1): 33.
- [6] 罗云, 金城. 不同干燥工艺对板蓝根水提物中有效成分的影响[J]. 中草药, 2011, 42(8): 1532.
- [7] 张奇, 叶正良. 不同加工方法和成熟阶段对五味子重要化学成分的影响[J]. 中国中药杂志, 2011, 13(7): 1722.

[责任编辑 全燕]