

## 藕节炒炭工艺

刘善新<sup>\*</sup>, 靳光乾

(山东省中医药研究院, 济南 250014)

[摘要] 目的: 研究藕节炒炭工艺条件。方法: 采用正交试验, 以藕节炭中总多酚、水溶性浸出物的含量为指标, 结合成品性状, 对藕节炒炭的工艺条件进行优选, 并进行中试实验。结果: 小试优选藕节炒炭投料 300 g 投料温度 200、炒制时间 22 min。中试炒炭投料 10 kg, 炒筒转速 26 r/min, 炒筒温度预设下限 195, 上限 205, 炒制时间约 10 min。结论: 小试炒炭的工艺条件与中试有差异。

[关键词] 藕节; 炒炭工艺; 总多酚; 水浸出物

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)05-0007-04

## Technological Conditions of Carbonizing Process of *Nodus Nelumbinis Rhizomatis*

LIU Shan-xin<sup>\*</sup>, JIN Guang-qian

(Shandong Academy of Chinese Medicine, Jinan 250014, China)

[Abstract] Technological conditions of carbonizing process of *Nodus Nelumbinis Rhizomatis* were selected by orthogonal test according to the contents of total polyphenol and water soluble extract combined with the characteristics of finished products. Pilot experiments conditions of the carbonizing process of *Nodus Nelumbinis Rhizomatis* were studied by using CG-Y7502 intellectualized herbal medicine roaster manufactured by Chun Jiang Institute of Automation. **Result:** Temperature for charring *Nodus Nelumbinis Rhizomatis* was 200 for 22 minutes in laboratory when the weight of *Nodus Nelumbinis Rhizomatis* is 300 g. The weight of *Nodus Nelumbinis Rhizomatis* was 10 kg for 10 minutes at the speed of 26r/min, temperature ranging from 195 to 205.

[Key words] *Nodus Nelumbinis Rhizomatis*; carbonizing process; total polyphenol; water extract

藕节为睡莲科植物莲 *Nelumbo nucifera Gaertn.* 的干燥根茎节部。为临床常用中药, 具有止血、消瘀的功能, 用于吐血, 咯血, 衄血, 尿血, 崩漏<sup>[1]</sup>。2005 年版《中国药典》一部及《全国中药炮制规范》藕节的炮制方法均为炒炭<sup>[1-2]</sup>。通过收集全国多个不同地区市售藕节炭, 发现各地藕节炭的炮制程度及内在质量存在较大的差异, 因此其炒炭的工艺有待规范, 质量标准有待建立。本研究模拟传统炒炭的方法, 采用正交试验, 以总多酚、水溶性浸出物为考察

指标, 对藕节炒炭的工艺进行了初步探讨, 并进行了中试研究。

### 1 实验材料

**1.1 仪器与药品** YAYST80XBAP 红外温度计(北京雷泰光电技术有限公司); 2 000 W 电子万用炉(北京光明医疗器械厂); UV265 分光光度计(日本岛津); BP211Dstarrious 电子天平; LC-350A 超声波中药处理机(济宁市中区鲁超仪器厂); CG-Y7502 智能化控制炒药机(杭州春江自动化研究所研制)。磷钼钨酸按照 2005 年版《中国药典》一部附录 XV B 磷钼钨酸试液项进行制备, 碳酸钠等所用试剂均为分析纯; 没食子酸由中国药品生物制品检定所提供, 批号为 110831-200302, 供含量测定用。

**1.2 样品来源** 藕节购于安国药材市场, 经山东省

[收稿日期] 2010-01-11

[基金项目] 国家十一五科技支撑项目(2006BAI09B006-02)

[通讯作者] \* 刘善新, Tel: (0531) 82949812; E-mail: liushanxin66@163.com

中医药研究院钟方晓研究员鉴定为睡莲科植物莲 *Nelumbo nucifera Gaertn.* 的干燥根茎节部。生藕节及藕节炭均粉碎过 50 目筛。

## 2 方法与结果

**2.1 正交试验设计** 模拟传统炒炭方法, 根据多次预试验的条件, 确定采用 2 000 W 电子万用电炉加热, 以铁锅敞口进行炒制。每次投料量均为 300 g, 对炒制的温度和时间两个因素进行考察, 每个因素设 3 个水平, 见表 1, 按  $L_9(3^4)$  正交试验表进行试验。

表 1 因素水平

水平	A 投料温度 /	B 炒制时间 / min
1	150	16
2	200	22
3	250	25

**2.2 九次试验样品成品性状** 9 次试验用样品经过分档, 大小类似, 9 次炒制的成品性状见表 2。

表 2 9 次试验样品成品性状

No.	成品性状
1	表面棕黑色, 内部棕黄色
2	表面棕黑色至焦黑色, 内部棕黄色至棕褐色
3	表面焦黑色, 内部深褐色, 少数黑褐色
4	表面棕黑色至焦黑色, 内部棕黄色
5	表面焦黑色, 内部黄褐色
6	表面焦黑色, 内部深褐色至黑褐色
7	表面焦黑色, 内部棕黄色
8	表面焦黑色, 内部棕褐色至深褐色
9	表面焦黑色, 内部深褐色, 少部分内部黑褐色

## 2.3 总多酚含量测定

**2.3.1 供试品溶液的制备** 取生藕节药粉 1.0 g, 藕节炭样品 1.5 g, 精密称定, 分别置 250 mL 棕色量瓶中, 加水 150 mL, 放置过夜, 超声处理 10 min, 放冷, 用水稀释至刻度, 摇匀, 静置(使固体物沉淀), 抽滤, 弃去初滤液 15 mL, 取续滤液, 即得供试品溶液。

**2.3.2 对照品溶液的制备** 精密称取没食子酸对照品 5.02 mg, 置 100 mL 棕色量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 摇匀即得。

**2.3.3 最大吸收波长的选择** 精密吸取 2.0 mL 的对照品溶液、2.0 mL 供试品液, 分别置 25 mL 棕色量瓶中, 各加 1.0 mL 磷钼钨酸试液, 10 mL 水, 用

29% 碳酸钠溶液稀释至刻度, 摇匀, 放置 30 min, 以 2.0 mL 蒸馏水同上法配制参比对照, 在 400 ~900 nm 波长范围内绘制吸收曲线, 结果二者在 760 nm 处均有最大吸收, 因此确定最大吸收波长为 760 nm。

**2.3.4 标准曲线的制备** 分别精密吸取对照品溶液 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 mL 置 25 mL 棕色量瓶中, 各加磷钼钨酸试液 1 mL, 再分别加水 11.5, 11, 10, 9, 8, 7 mL, 用 29% 碳酸钠溶液稀释至刻度, 摇匀, 放置 30 min, 以相应的试剂为空白, 照紫外-可见分光光度法, 在 760 nm 处测定吸光度, 以吸光度为纵坐标, 浓度为横坐标, 绘制标准曲线。结果表明溶液浓度在 0 ~8.032  $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$  与吸收度呈良好的线性关系, 回归方程为  $Y = 2.3053X - 0.017143$ ,  $r = 0.9992$ 。

**2.3.5 精密度试验** 精密吸取同一份供试液 2.0 mL, 共 5 份, 按溶液制备及含量测定方法项下操作, 分别测定吸收度, 结果 RSD 1.26%, 精密度良好。

**2.3.6 稳定性试验** 同一份供试品溶液显色后, 分别测其总酚的吸收度, 每 15 min 测定一次, 连续测定 6 次, 结果 RSD 0.523%, 表明样品在测定时间 60 min 内吸收度基本不变。

**2.3.7 重复性试验** 称取 2 号样品 1.5 g, 平行 6 份, 精密称定, 按供试液的制备及样品的含量测定项下操作, 分别测定并计算含量, 结果 RSD 1.25%, 表明重复性良好。

**2.3.8 回收率** 称取 2 号样品 0.75 g, 共 6 份, 精密称定, 分别加入没食子酸对照品 6.723 mg, 按供试液的制备及样品的含量测定项下操作, 依法测定, 并计算回收率, 结果平均回收率 99.17%, RSD 1.44%。

**2.3.9 样品测定** 称取各藕节炭药粉 1.5 g, 分别取 3 份, 精密称定, 依法制备供试液, 精密量取供试品溶液 2.0 mL, 置 25 mL 棕色量瓶中, 按“标准曲线的制备”项下的方法, 自“加入磷钼钨酸试液 1 mL”起, 加水 10 mL, 依法测定, 并计算结果见表 3。

**2.4 水浸出物含量测定** 取各藕节炭药粉 4 g, 分别取 3 份, 按 2005 年版《中国药典》一部附录 XA 浸出物测定法, 水溶性浸出物测定法项下冷浸法进行测定<sup>[11]</sup>, 计算各样品中水溶性浸出物的含量, 结果见表 3。

## 3 数据处理与分析

9 次正交试验总多酚、水浸出物质量分数测定

的结果见表 3, 方差分析见表 4。

表 3 正交试验结果

试验号	因素				总多酚 /mg · g <sup>-1</sup>	水浸出 物/%
	A	B	C	D		
1	1	1	1	1	7.055	12.43
2	1	2	2	2	8.948	31.01
3	1	3	3	3	9.588	31.11
4	2	1	2	3	8.663	18.85
5	2	2	3	1	10.06	33.32
6	2	3	1	2	5.764	17.61
7	3	1	3	2	6.369	17.69
8	3	2	1	3	11.66	33.34
9	3	3	2	1	6.990	20.83
总多酚	K1	8.530	7.362	8.160	8.035	
	K2	8.162	10.22	8.200	7.027	
	K3	8.340	7.447	8.672	9.970	
	R	0.3680	2.860	0.5127	2.943	
水浸出物	K1	24.85	16.32	21.13	22.19	
	K2	23.26	32.56	23.56	22.10	
	K3	23.95	23.18	27.37	27.77	
	R	1.590	16.23	6.247	5.66	

表 4 总多酚方差分析结果

方差来源	SS	f	MS	F	P
A	0.20	2	0.10	0.417	
B	15.89	2	7.95	32.61	*
误差 C	0.49	2	0.24		

注:  $F_{0.05}(2, 2) = 19.0$ ,  $F_{0.01}(2, 2) = 99.0$  \*  $P < 0.05$

表 5 水浸出物方差分析结果

方差来源	SS	f	MS	F	P
A	3.81	2	1.91	0.062	
B	398.44	2	199.22	6.50	
误差 C+D	122.62	4	30.65		

注:  $F_{0.05}(2, 2) = 6.94$

由表 4 总多酚方差分析可见, 因素 B(炒制时间)对藕节炭中总多酚的含量有显著性影响, 因素 A(投料温度)影响不显著。由表 3 直观分析可见, 因素 B 亦为主要因素, 总多酚含量  $K_{2b} > K_{3b} > K_{1b}$ , 故选择  $B_2$ ; 因素 A 为次要因素。由表 5 水浸出物方差分析可见, 因素 B(炒制时间)对藕节炭水浸出物的含量有显著影响, 因素 A(投料温度)影响不显著。由表 3 直观分析可见, 因素 B 亦为主要因素, 水浸出

物含量  $K_{2b} > K_{3b} > K_{1b}$ , 故选择  $B_2$ ; 因素 A 为次要因素。但从表 2 可见 5 号样品(200、炒制 22 min)成品性状符合 2005 年版《中国药典》一部藕节炭的规定, 因此因素 A 结合成品性状选择  $A_2$ 。综合分析确定适宜的条件为  $A_2 B_2$ , 即投料温度为 200、炒制 22 min 为宜。

#### 4 中试工艺研究

取大小类似的藕节 10 kg, 进行炒制。炒筒转速 26 r/min, 炒筒温度预设下限 195, 上限 205, 炒制时间约 10 min。6 批样品炒制的成品性状见表 6。对中试样品照 2005 年版《中国药典》一部附录 XA 浸出物测定法, 水溶性浸出物测定法项下冷浸法进行测定<sup>[11]</sup>, 计算各样品中水溶性浸出物的含量, 结果见表 7。总多酚含量测定结果见表 8。

表 6 6 批中试样品成品性状

样品	成品性状	成品率/%
中试 1	表面焦黑色, 内部黄褐色	69.3
中试 2	表面焦黑色, 内部黄褐色	69.5
中试 3	表面焦黑色, 内部黄褐色	72.7
中试 4	表面焦黑色, 内部黄褐色	69.9
中试 5	表面焦黑色, 内部黄褐色	69.6
中试 6	表面焦黑色, 内部黄褐色	71.9

表 7 水浸出物测定 (n=3)

样品	质量分数/%	RSD/%
生藕节	11.48	1.51
中试 1	27.11	0.690
中试 2	25.98	3.24
中试 3	25.25	0.278
中试 4	27.28	0.838
中试 5	26.99	0.511
中试 6	27.99	1.14

表 8 总多酚测定 (n=3)

样品	质量分数/mg · g <sup>-1</sup>	RSD/%
生藕节	5.568	1.10
中试 1	7.721	1.43
中试 2	7.272	1.37
中试 3	8.098	2.01
中试 4	7.759	1.27
中试 5	8.316	2.08
中试 6	8.014	1.16

#### 6 讨论

通过炒炭对藕节中鞣质含量的影响研究, 发现采用干酪素法测定鞣质的含量, 生藕节鞣质含量最