

金银花炭的质量控制研究

崔永霞¹, 王淑美¹, 吴明侠¹, 梁生旺^{2*}

(1. 河南中医学院, 河南 郑州 450008; 2. 广东药学院, 广州 广东 510006)

[摘要] 目的: 寻找金银花炭的质量控制方法。方法: 利用分光光度法测定炭药吸附后的柠檬黄的吸收度, 从而计算炭药的吸附力。结果: 200 ℃烘 15 min 所得炭药的吸附力最强。结论: 用色素吸附法来控制金银花炭质量简便、准确、快速, 可作为金银花炒炭存性的质控依据。

[关键词] 金银花炭; 吸附力; 炒炭存性

[中图分类号] R284.1, R283.3 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2007)03-0010-02

炒炭存性自古以来一直是炮制炭药时的重要指标。有人用金银花炭止血的药理作用、鞣质含量、绿原酸含量测定或测定炒炭后 C 粒子的含量作为判别金银花炭的标准。根据金银花炒炭后寒性减弱, 并具涩性, 有止血作用, 多用于血痢、崩漏等出血症

状^[1], 考虑其止血作用可能与炒炭后吸附力增强有关^[2,3]。故本试验用炭吸附色素来计算金银花炭的吸附力作为控制金银花炒炭存性质量标准。中药炭药的炭化量由受热程度决定, 同一品种炭药, 炮制火候不同, 炭化量就不同, 对色素的吸附力也不同。通过测定炒炭存性对照炭药对色素的吸附力就可制定出控制存性的量化指标^[3]。本试验借鉴此方法, 用柠檬黄脱色力来探讨金银花炭的质量控制方法。

1 仪器与试药、试剂

751-可见紫外分光光度计, 电子天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司)。柠檬黄、柠檬酸、活性炭

[收稿日期] 2004-12-20

[基金项目] 河南重大科技攻关项目: 中药饮片加工与炮制规范化研究(0422030700)

[通讯作者] * 梁生旺, 广东药学院 510006, Tel: 02039352172;
E-mail: swliang371@163.com

均为分析纯,金银花(购于河南省封丘县金银花 GMP 生产基地,品种由本院曹继华教授鉴定为忍冬科正品金银花,炭药由石延榜老师指导炮制)。

2 方法

2.1 样品制备

2.1.1 炒制品 分别称取金银花 4 份各 200 g,按照中国药典药材炮制通则进行炮制制得对照炭药,并根据外观性状制成轻炭、重炭和生品。记录炒炭时间、工艺、性状和收率。结果见表 1。

表 1 样品炮制性状、收率及吸附力结果

样品炮制条件	性状	收率(%)	吸附力(mg/g)
180 °C (烘制)	10 min 外微变色稍变黄	89.3	1.072 0
	15 min 外黄褐内微黄	88.3	1.192 7
	20 min 外焦黄内黄褐	82.5	1.279 9
200 °C (烘制)	10 min 外黄褐内微黄	85.0	1.300 0
	15 min 外焦褐内焦黄	82.3	1.568 3**
	20 min 外焦黑内焦褐	82.0	0.813 7
220 °C (烘制)	10 min 外焦褐内焦黄	82.4	1.318 3*
	15 min 外焦黑内焦褐	81.4	0.793 2
	20 min 内外焦黑炭化	78.2	0.774 4
炒制	焦黄色 外焦黄内微黄	81.6	1.231 6
	焦褐色 外焦褐内焦黄	80.2	0.772 1
	焦黑色 外焦黑内焦褐	78.5	0.469 2
生品	药材 黄绿色		0.855 6

2.1.2 烘制品 分别称取金银花 9 份各 200 g,按照正交试验设计进行金银花炭的炮制。记录不同温度、不同烘制时间制得的金银花炭的性状和收率。结果见表 1。

2.2 柠檬酸溶液的配制 取柠檬酸 20.0 g,加纯化水溶解成 1 000 mL,摇匀,调 pH 6.0。

2.3 柠檬黄标准溶液的配制 精密称定经五氧化二磷干燥至恒重的柠檬黄 0.06 g,于 500 mL 量瓶中,加柠檬酸溶液溶解并稀释至刻度,即得。

2.4 测定波长的选择 取柠檬黄标准溶液,照中国药典以柠檬酸溶液为空白,在 380~ 480 nm 波长范围内进行扫描,找出最大吸收波长 $\lambda=427$ nm。

2.5 柠檬黄溶液标准曲线的绘制 精密吸取柠檬黄标准溶液 1.00, 2.00, 4.00, 5.00, 6.00 mL,分别置于 25 mL 量瓶中用柠檬酸溶液稀释至刻度,摇匀测定吸收度,以每 mL 含的柠檬黄的 μg 量为横坐标,吸

收度为纵坐标计算回归方程。 $A = 0.0328C + 0.00444$ ($r = 0.99997$),线性范围 4.8 μg ~ 28.8 μg 。

2.6 活性炭吸附曲线的制备 精密称取经活化至恒重的活性炭适量(0.001 2 g、0.002 3 g、0.004 3 g、0.008 1 g、0.010 4 g),于 25 mL 量瓶中,加入 5.00 mL 柠檬黄标准溶液用柠檬酸溶液稀释至刻度,振摇 15 min,滤过,滤液在测定波长处以柠檬酸溶液为空白,测定吸收度。计算出不同活性炭吸附柠檬黄的量,以活性炭取样量为横坐标,活性炭吸附量为纵坐标计算回归方程。 $Y = 105.629X - 0.0165$ ($r = 0.9999$)为过原点的直线,线性范围为 0.001 2~ 0.010 4 g。以此计算出各样品的含炭量。

2.7 样品吸附量测定 精密称取各样品 0.1 g 两份,精密称定,分别置 25 mL 量瓶中,一份加柠檬酸溶液至刻度,振摇 15 min,滤过,滤液作为空白溶液,另一份加入 5.00 mL 柠檬黄标准溶液然后再用柠檬酸溶液稀释至刻度,振摇提取 15 min,滤过,滤液作为供试品溶液,于 427 nm 波长处测定吸收度,计算柠檬黄的量。由已知准确加入的量减去测得量即为样品吸附的量。吸附力(mg/g) = 吸附量/样品量。结果见表 1。

3 讨论

样品吸附力测定结果表明,200 °C 烘制 15 min 的样品吸附力最强,其次是 220 °C 烘制 10 min,所得结果与文献报道一致^[4]。笔者认为生品、轻炭因炭化量不足,生成的炭量较少,故吸附量亦小,而重炭则炭化程度太过,表面灰化程度增大,导致孔隙不畅,故吸附力反而减小。药材炒炭后有一定的吸附力而具有收敛、止血的作用,用色素吸附法来控制金银花炭的质量简便、准确、快速等优点,可以作为金银花炒炭存性的质控依据。

[参考文献]

- [1] 王英姿,张兆旺.金银花炮制研究述评[J].山东中医药大学学报,24(1):66~67.
- [2] 许腊英,毛维伦,赖先银.控制中药炒炭存性质量标准的探讨[J].中国中医药学杂志,23(6):323.
- [3] 许腊英,毛维伦,杨瑾,等.乌梅炭吸附力的测定比较[J].中国中医药学杂志,24(5):280.
- [4] 木质活性炭的检验方法.中华人民共和国国家标准[S].GB/T 12496.290.523.