

小蓟炭炮制工艺及质量标准研究

南京中医学院(210029) 丁安伟* 戎加红

摘要 采用正交试验法,对小蓟炭的炮制工艺进行优选。结果表明,小蓟炭的最佳炮制工艺为210°C炒制5min,该炮制品的多种微量元素含量明显升高。

关键词 小蓟 小蓟炭 正交试验 质量标准 工艺

中药小蓟经制炭后用于临床,治疗多种出血病症早有记载。现代药理研究亦表明,小蓟炭具有明显的止血作用。小蓟的制炭工艺对其临床疗效具有直接影响,本实验采用正交试验法,对小蓟炭的炮制工艺进行研究,并为制订小蓟炭饮片的质量标准提供依据。

1 实验材料

1.1 药材试剂:小蓟购自南京市药材公司,经本院王永珍教授鉴定为菊科植物刺儿菜*Cephaloplos segetum*的干燥地上部分。

实验中所用试剂为AR级或医用品,光谱分析实验中所用试剂为GR级。

1.2 仪器:便携式温度计,WREN-892型,上海自动化仪表三厂。等离子发射光谱仪,LEEMAN 1型(美)。原子吸收分光光度计,岛津AA 670型(日)。

1.3 动物:昆明种小鼠,体重20±2g,雌雄各半,本院实验动物中心提供。

2 方法与结果

2.1 小蓟炭的炮制:以小蓟的传统炮制工艺为参照^[1],对炮制过程中的温度、时间及加热方式等3项影响炭药饮片质量的主要因素进行考察。前二因素各选取3水平,最后一因素选取2水平,按L₉(3⁴)正交表进行实验设计,并按正交表所示条件对药材进行炮制。炮制过程中准确记录加热温度、时间、成品性状,并计算成品得率。结果见表1、2。

表1 小蓟炭炮制正交设计表

水平	因素		
	A 温度(°C)	B 时间(min)	C 方式
1	150	3	烘
2	180	5	炒
3	210	7	

表2 小蓟炭炮制结果

样品	工艺组合			成品性状	得率(%)
	A(°C)	B(min)	C		
1	150	3	烘	外灰黄色,内深黄色	93.5
2	150	5	炒	外焦黄,内深黄色	89.0
3	150	7	烘	外棕色,内棕黄色	91.6
4	180	3	炒	外棕褐色,内棕黄色	85.2
5	180	5	炒	外棕褐色,内深黄色	81.6
6	180	7	烘	内外均黑褐色	88.0
7	210	3	炒	外黑褐色,内棕褐色	83.4
8	210	5	烘	内外均黑褐色	80.3
9	210	7	炒	内外均黑褐色	68.1
10	生品			外青灰色,内灰白色	100

2.2 浸出物含量测定:取各炮制品粉末(40目),按药典法测定其水浸出物和醇浸出物含量。结果表明,小蓟经制炭后,其水浸出物和醇浸出物含量均略有升高。

2.3 鞣质含量测定:取各炮制品粉末10g,精密称定,采用高锰酸钾法测定各样品中鞣质含量^[2]。结果表明,小蓟经制炭后,其鞣质含量均降低,且随着炮制温度的升高和加热时间的延长,降低得更为显著。结果见表3。

2.4 凝血时间的测定:

*Address: Ding Anwei, Nanjing College of Traditional Chinese Medicine, Nanjing

2.4.1 药液的制备：取各炮制样品粉末(100目)，加入0.8%CMC-Na溶液研磨，使成12%的混悬液，用时摇匀。

2.4.2 凝血时间测定：取小鼠随机分组，每组10只。禁食（不禁水）12h后，按4.8g/kg剂量灌胃给药，对照组给予同体积的0.8%CMC-Na溶液。1h后以毛细管法测定小鼠凝血时间，结果见表4。

表3 小蓟各炮制品浸出物及鞣质含量测定结果

样品	水浸出物含量(%)	醇浸出物含量(%)	鞣质含量(%)
1	20.86	8.99	0.50
2	25.16	11.84	0.47
3	23.14	12.83	0.43
4	23.84	12.24	0.34
5	24.94	12.62	0.34
6	22.42	9.63	0.30
7	24.54	10.56	0.43
8	23.82	9.96	0.42
9	23.74	10.02	0.26
10	21.83	9.27	0.51

表4 小蓟各炮制品对小鼠凝血时间的影响

样品	剂量(g/kg)	凝血时间(t)	t值
1	4.8	184.75±45.75	1.53
2	4.8	175.88±46.50*	2.16
3	4.8	192.63±50.74	1.28
4	4.8	247.38±51.42 (-)	1.01
5	4.8	236.75±67.96 (-)	0.52
6	4.8	289.12±82.50 (-)	2.24
7	4.8	197.62±31.29	1.28
8	4.8	141.50±44.41**	3.8
9	4.8	106.12±45.48**	4.77
10	4.8	137.50±38.89*	4.23
0.8%CMC-Na 0.8ml/20g		221.25±49.10	

n=10 $\bar{x} \pm SD$ * $P<0.05$ ** $P<0.01$ (与0.8% CMC-Na组比较)

2.5 制炭工艺的优选：对各组小鼠凝血时间测定结果进行统计学处理，求得t值（见表4），并以此为指标对小蓟炭的正交试验结果进行分析，从中优选出最佳工艺组合。结果表明，小蓟炭炮制的最佳工艺组合为A₃B₂C₂，各因素对炮制品止血作用的影响程度为A>B>C，结果见表5。

表5 小蓟炭正交试验结果分析

水平	因素指标(t)		
	温度(A)	时间(B)	方式(C)
I j	4.97	1.77	4.37
II j	-3.80	5.44	6.65
III j	9.85	3.81	
I j	1.66	0.59	1.09
II j	-1.27	1.81*	1.33*
III j	3.28*	1.27	
R j	4.55	1.22	0.24

*最佳组合：A₃B₂C₂

表6 等离子光谱测试条件

项目	工作气体		
	冷却气	雾化气	辅助气
压力(Pa)	4	40	5
流量(L/min)	12	0.4	0

2.6 微量元素含量测定

2.6.1 小蓟制品制备：取饮片，按照优选所得最佳工艺A₃B₂C₂，即在210℃炒制5min，得小蓟炭，得率为74.2%。小蓟及小蓟炭均打100目粉备用。

2.6.2 等离子光谱测定：a) 测试条件：LEEMAN1型等离子发射光谱仪，40MHz，工作气体为氩气，压力及流量见表6。

b) 样品测定：取样品粉末0.5g，精密称定置三角烧瓶中。分别加入10ml HNO₃，密闭过夜。次日缓缓加热使微沸，至近干时滴加HClO₄ 4ml，继续加热，使样品充分消化至澄清。用二次重蒸馏水定容至25ml，取样测试。

测定结果表明，小蓟经制炭后，Zn、Cd、Pb、Co、Mn、Cr、Cu、P、Fe、K等元素含量均明显升高，结果见表7。

2.6.3 原子吸收光谱测定: a) 测试条件: 岛津AA-670原子吸收分光光度计, 测定波长422.7nm, 灯电流6mA, 狭缝0.5nm, 火焰类型AIR-C₂H₂, 燃气流量2.0L/min, 助燃气流量8.0L/min, 预喷雾时间3s, 积分时间5s, 燃气高度10nm。

b) 样品测定: 取样品粉末0.5g, 精密称定置三角烧瓶中。分别加5ml HNO₃, 密闭过夜。次日缓缓加热30min, 追加混合酸(HNO₃: HClO₄ = 3: 1) 5ml, 继续消化至干。二次重蒸馏水定容至10ml, 取样测试。

测定结果表明, 小蓟经制炭后, Ca元素含量明显增加。结果见表7。

表7 小蓟微量元素测定结果

样品	元素含量(μg/g)										
	Zn	Cd	Pb	Co	Mn	Cr	Cu	P	Fe	K	Ca(%)
小蓟	50.7	2.49	14.9	6.37	84.6	12.4	20.7	2065	2920	16567	3.64
小蓟炭	134.4	2.69	26.9	8.72	118.3	30.7	32.1	2932	5375	23790	4.67

3 讨论与小结

中药炭药的作用机理极为复杂, 炮制工艺对炭药的临床疗效有直接影响。今以小蓟炭的止血作用为指标, 采用正交试验法, 对其炮制工艺进行优选。结果表明, 以A₃B₂C₂为最佳, 即控制锅温为210℃, 炒制5min。在影响成品质量的3个因素中, 以温度的影响为最大, 药理实验可见, 在170℃炮制的样品所测凝血时间明显延长。因此, 在小蓟炭炮制时, 温度应严格控制在210℃左右。按上述工艺炮制的小蓟炭饮片, 内外均呈黑褐色, 得率为74.2%。

据报道, 小蓟生品具有明显的促进血液凝固作用^[3, 4], 中医理论及临床实践均认为小蓟生用凉血止血, 但制炭后止血作用增强。本实验结果表明, 生小蓟及210℃炮制的小蓟炭样品均具有显著的缩短小鼠凝血时间的作用, 但小蓟炭的止血作用似更强。

试验还对按优选工艺炮制的小蓟炭样品中所含微量元素含量进行测定, 结果表明, 所测各种元素含量均较生品明显增加。经计算证明, 小蓟炭中微量元素含量的增加, 其临床意义不容忽视^[5]。鞣质的含量测定结果表明, 小蓟的止血作用与鞣质含量无直接关系。而浸出物的含量测定, 则为制订饮片质量标准提供了一定的参考依据。

参 考 文 献

1 江苏省中药饮片炮制规范. 南京: 江苏科学技术出版社, 1980. 195

2 赵伟康, 等. 上海中医药杂志, 1963(7): 39

3 西安医学院药理组. 西安医学院学报, 1959(8): 106

4 浙江医学院附二院血液实验室. 浙医通讯, 1975(5): 22

5 山县登(日). 微量元素与人体健康. 北京: 地质出版社, 1987. 71、92

(1994-07-06收稿)

安徽省高校科技函授部 中医大专招生

经省教委批准继续面向全国招生。本着继承和发展祖国医学, 培养具有专业技能的中医人才, 选用12门全国统编中西医函授教材, 与当前全国高等教育自考相配合, 聘有专家教授进行教学, 全面辅导和答疑。愿本部能成为你医学道路上的良师益友。凡具有中学程度者均可报名, 免试入学, 详情见简章。附邮5元至合肥市望江西路6-008信箱中函处, 简章备索。邮编260022 电话0551 5569696

Studies on the Technology of Processing Carbonized Common Cephalanoplos (*Cephalanoplos segetum*) and Standards for Its Quality Control

Ding Anwei , Rong Jiahong

The technology of processing carbonized *Cephalanoplos segetum* was optimized by using orthogonal experiment design. Results showed that the best way is to stir-fry in a pan for 5 min at 210°C. The contents of trace elements in the prepared specimen were found to be significantly increased.

(Original article on page 351)

Effects of Roots of Hawthornleaf Raspberry (*Rubus crataegifolius*) on Lipid Peroxidation in Tissues

Wang Aimin, Wang Yukun, Liu Mingsheng, et al

Experiments in vitro demonstrated for the first time that an EtOAc extract of roots of *Rubus crataegifolius* Bge. can markedly inhibit the formation of lipid peroxide in rat brain, heart, liver and kidney tissues. When administered intragastrically for 15 successive days, the EtOAc extract markedly inhibited the formation of lipid peroxide in plasma and tissues of liver and brain of mice. The above results showed that the EtOAc extract from roots of *R. crataegifolius* Bge. had anti-lipid peroxidation effect.

(Original article on page 358)

Hypotensive Action of Cuzhuangnuzhen (*Ligustrum robustum*)

Chen Yi, He Xingquan, Xie Tanggui, et al

When an extract of the leaves of *Ligustrum robustum* was given to anesthetized rats intravenously at doses of 0.098, 0.140, 0.200 g/kg the BP of the animals decreased rapidly by 37.7, 38.6 and 50.2% respectively. But without any effect when given intragastrically to conscious rats at 1.33g/kg (qid × 3d). When conscious spontaneous hypertensive rats were given this extract intragastrically at 1.08 and 2.16g/kg (qid × 5d) their BP decreased to 18.1 ± 0.9 and 16.6 ± 0.7 kPa from 24.3 ± 0.5 and 24.3 ± 0.6 kPa respectively ($P < 0.001$, $P < 0.001$). When 2 kidney 1 clip hypertensive rats were treated with this extract ig at 0.5g/kg (qid × 7d), the BP decreased to 16.2 ± 3.9 kPa from 20.3 ± 3.9 kPa. These results indicated that *L. robustum* has hypotensive activity.

Acute LD₅₀ of the extract of the leaves of *L. robustum* intraperitoneally to mice was 2.64 ± 0.21 g/kg.

(Original article on page 360)