

量,冷浸 30 min,超声处理 60 min,放冷,加 50%甲醇至刻度,摇匀,用 0.45 μm 微孔滤膜滤过,即得。同法制备缺赤芍的阴性对照溶液。

2.3 线性关系考察:精密量取芍药苷对照品 28.02 mg,置于 100 mL 量瓶中,加 50%甲醇适量使溶解,并稀释至刻度,摇匀。精密量取 5 mL,置 25 mL 量瓶中,加 50%甲醇溶液至刻度,摇匀,制成 56.04 $\mu\text{g/mL}$ 芍药苷对照品溶液。精密量取 2、4、6、8、10、12 μL 注入液相色谱仪,测定峰面积。以进样量为横坐标,峰面积为纵坐标,作标准曲线,并以最小二乘法计算得回归方程: $Y=1.1066X-0.4733$, $r=0.99998$,结果芍药苷在 112.08~672.48 ng 与峰面积呈良好的线性关系。

2.4 精密性试验:取治伤跌打丸供试品溶液,重复进样 6 次,测定芍药苷峰面积,计算,结果其 RSD 为 2.0%。

2.5 稳定性试验:取治伤跌打丸供试品溶液,每隔 2 h 进样一次,测定芍药苷峰面积,共考察 20 h,计算,结果其 RSD 为 2.0%,显示供试品溶液至少在 20 h 内稳定。

2.6 重现性试验:精密称取批号:020401 治伤跌打丸样品 6 份,制备供试品溶液,测定峰面积,计算芍药苷的质量分数,结果芍药苷的平均质量分数为 4.898 mg/g, RSD 为 1.6%。

2.7 回收率试验:精密称取批号:020401 治伤跌打丸样品约 0.12 g(含芍药苷约 0.60 mg),共 6 份,分别精密加入芍药苷对照品 0.560 4 mg,制备供试品溶液,进样测定峰面积,计算,结果平均回收率为 98.0%, RSD 为 1.5%。

2.8 样品的测定:取 3 批样品,制备供试品溶液,进样测定,结果芍药苷的质量分数分别为 3.219 4 mg/g(批号 020405)、5.056 3 mg/g(批号 020406)、4.765 4 mg/g(批号 020407)。

3 讨论

3.1 测定波长的选择:取芍药苷适量,加 50%甲醇制成对照品溶液,置紫外分光光度计下记录其紫外吸收光谱,结果显示芍药苷在 231.6 nm 波长处有最大吸收,为了与《中国药典》2005 年版赤芍的测定方法一致,故选择 230 nm 为测定波长。

3.2 前处理比较:直接超声处理 30 min,冷浸 30 min 后超声 1 h,冷浸 1 h 后超声处理 30 min 和回流 1、2 h 对芍药苷质量分数的影响,结果芍药苷的质量分数分别为 4.8、5.1、4.8、5.0、5.2 mg/g,显示以冷浸 30 min 后超声 1 h 较为合理。

3.3 流动相选择:本实验还采用甲醇-0.2%磷酸溶液系统、甲醇-水系统为流动相,结果色谱峰对称性较流动相乙腈-0.1%磷酸(13:87)差,故选择流动相乙腈-0.1%磷酸(13:87)。

天麻的切制工艺研究

万 军^{1,2}, 周 震^{1,2}, 吴纯洁*

(1. 西南交通大学药学院, 四川 峨眉 614202; 2. 成都中医药大学, 四川 成都 610072)

天麻为兰科植物天麻 *Gastrodia elata* Blume 的干燥块茎,主产于四川、云南、贵州等地。主要功效为平肝息风止痉,用于头痛眩晕、肢体麻木、小儿惊风、癫痫抽搐、破伤风^[1]。根据《中药配方颗粒注册管理办法(试行)》有关要求,配方颗粒应以饮片投料。天麻切制工艺过去多采用冷水浸润后切片^[2,3]。李德勋等^[4]对天麻传统加工工艺进行了调查,总结了 9 种加工方法;《中国药典》2005 年版一部天麻炮制项下规定为洗净,润透或蒸软,切薄片,干燥。经实验观

察,浸润法有浸润时间长、可能导致成分流失,夏天容易霉变等缺点;蒸制法存在饮片外观颜色加深,并可导致外皮破碎,外观性状不佳等问题。考虑到相关法规收载的天麻饮片加工与工业化的需求,本课题组对天麻的切制工艺进行了改进研究。

1 仪器与材料

XY—900—1 型洗药机(江苏省常熟市中药机械厂);QWZL—500 型直线往复式切药机(杭州春江自动化研究所);LC—2010A 高效液相色谱仪(日

收稿日期:2006-06-17

基金项目:国家科学技术部科技攻关课题(2001BA701A40-7)

作者简介:万 军(1980—),男,四川自贡人,成都中医药大学 2005 级博士研究生,研究方向为中药制剂与药物分析。

Tel: (028) 80675890 E-mail: wjun1013@126.com

* 通讯作者 吴纯洁

本岛津公司)。

天麻由四川绿色药业科技发展股份有限公司提供,来自四川平武天麻 GAP 种植基地,经成都中医药大学药学院中药鉴定教研室李敏老师鉴定,为兰科植物天麻 *G. elata* Blume 的干燥块茎。

2 改进的切制加工工艺

2.1 净选与分档:取天麻,采用挑选的方法除去泥沙、竹签及霉变物等杂质,用磁铁除去铁丝等异物,同时大小分档,备用。

2.2 清洗次数考察:清洗药材时既要保证天麻被清洗干净,又要使时间尽可能缩短,以减少有效成分损失。天麻药材易于清洗,采用 XY-900-1 型洗药机进行清洗,结果见表 1。以“+、++、+++”分别表示洁净程度由差到好,判断标准为泥沙是否清洗干净。

表 1 天麻清洗次数考察结果

Table 1 Result of washing times of *G. elata*

试验号	淋洗次数/次	清洗程度
1	1	+
2	2	+++
3	3	+++
4	4	+++
5	5	+++

2.3 烘软时间考察:以透心与软化程度等对烘软时间进行考察,结果见表 2。“-、+、++、+++”分别表示透心与软化程度由差到好。

表 2 天麻烘软时间考察结果 (70 ℃)

Table 2 Result of baking time of *G. elata* (70 ℃)

试验号	透心与软化程度							
	1 h	2 h	3 h	4 h	5 h	6 h	7 h	8 h
1	-	+	+	+	++	+++	+++	+++
2	-	+	+	+	++	+++	+++	+++
3	-	+	+	+	++	+++	+++	+++

2.4 烘软温度考察:为缩短透心与软化程度的时间,选用外观性状与软化能够切片为指标进行试验,结果见表 3。

结果表明,天麻切制前的水处理为:取净天麻,淋润次数为 2 次,烘软时间约 4 h,烘软温度为 70 ℃,均可达到洗净、透心软化的效果。

表 3 天麻烘软温度考察结果

Table 3 Result of baking temperature of *G. elata*

试验号	温度/℃	烘软时间/h	性 状
1	60	6~7	外观色泽浅,较硬,切片有一定困难
2	70	3~4	外观色泽浅,较软,可以切片
3	80	1.5~2	外观色泽较深,可以切片

2.5 切制方法筛选:《中国药典》2005 年版一部规定天麻片的炮制方法为“切薄片”。目前,天麻切片主要有手工切和机器切两种方法。手工切片效率较低,

不适应工业化大生产,故选用机械切片,采用 QWZL-500 型直线往复式切药机(杭州春江自动化研究所)直接切制成 1~2 mm 薄片,结果见表 4。表明采用直线往复式切药机切制天麻饮片,耗时短,收率高,符合生产需要。

表 4 天麻切制工艺考察结果

Table 4 Result of cutting techniques of *G. elata*

试验号	投料量/kg	收得量/kg	收率/%
1	20.0	17.5	87.5
2	20.0	16.5	82.5
3	20.0	16.7	83.5

2.6 干燥方法筛选:目前,中药饮片的干燥多采用晒干或烘干法,由于晒干法受天气因素影响较大,易受环境污染,且生产不易控制,样品质量无法保证,拟采用热风循环烘箱干燥。考虑到温度对天麻素有一定影响^[5,6],考察不同温度对于干燥效率、外观以及内在质量(天麻素测定照《中国药典》2005 年版一部天麻项下测定)的影响,结果见表 5。结果表明:60 ℃烘干,时间适宜,所得天麻饮片色泽浅,基本无翘片,天麻素的量基本一致,故将烘干温度定为 60 ℃。

表 5 天麻干燥工艺考察结果

Table 5 Result of drying techniques of *G. elata*

试验号	试验项目	时间/h	外 观	天麻素/%
1	60 ℃烘干	5.0	色泽浅,颜色均匀,基本无翘片	0.26
2	70 ℃烘干	4.5	色泽浅,颜色均匀,少许翘片	0.24
3	80 ℃烘干	3.5	色泽较深,颜色不均匀,翘片较多	0.25

2.7 改进后天麻切制工艺:结合饮片外观、色泽、天麻素的量等因素,确定天麻切制工艺为:净选,淋洗 2 次,于 70 ℃烘软(约 4 h),趁热切薄片,于 60 ℃干燥。该法与传统蒸制切片法主要异同点比较见表 6。润法根据水的冷热不同,一般需要 4~12 h;冬天软化时间更长。

表 6 两种工艺异同点比较

Table 6 Difference between old technique and new one

项 目	传统工艺	改进工艺
前处理	洗净	洗净,大小分档
清洗方式	不明确	淋 洗
软化方式	浸润或蒸软	烘 软
软化温度	不明确	约 70 ℃
软化时间	不明确,以透心为度	约 4 h
干燥温度	不明确	约 60 ℃
饮片外观	颜色不均匀,翘片较多	颜色较均匀,少许翘片

后经多批中试试制时对天麻的切制工艺及饮片考察表明,该工艺量化了切制工艺参数,缩短了操作时间,操作简便,合理可行,适合大生产,具有推广价值。

References:

- [1] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2005.
- [2] Liang L H, Wang T Q. The influence to *Gastrodia Rhizome's* appearance and quality by different processing methods [J]. *Xinjiang J Tradit Chin Med* (新疆中医药), 1999, 17 (4): 42.
- [3] Shi Y H, Li X L, Li D B, et al. The research about soakage during the course of cutting *Gastrodia Rhizome* [J]. *Heilongjiang J Tradit Chin Med* (黑龙江中医药), 2003 (4): 54.
- [4] Li D X, Xiao S J. The traditional processed techniques and quality investigation on *Gastrodia Rhizome* [J]. *Res Prac Chin Med* (现代中药研究与实践), 2004, 18 (4): 12-13.
- [5] Tian S X. The empirical study on *Gastrodia Rhizome* by baking technique [J]. *Lishizhen Med Mater Res Med* (时珍国医国药), 2001, 12 (3): 224.
- [6] Dong J B, Yang S X. The study on gastrodine's stability during the course of drying *Gastrodia Rhizome* [J]. *Zhejiang Prac Med* (浙江实用医学), 2003, 12 (8): 380-381.

正交试验法优选虎杖提取工艺的研究

文金辉^{1,2}, 郭 涛^{1*}, 赵庆春¹

(1. 中国人民解放军沈阳军区总医院 药剂科, 辽宁 沈阳 110016; 2. 大连医科大学, 辽宁 大连 116023)

虎杖为蓼科植物虎杖 *Polygonum cuspidatum* Sieb. et Zucc. 的干燥根茎, 味微苦, 性微寒, 具有瘀滞痛、祛风利湿等功效^[1]。虎杖的主要化学成分为蒽醌类、萜类、酚性成分和黄酮类化合物, 其中大黄素等蒽醌类衍生物是其抗炎、抑菌的主要成分^[2]。有关虎杖提取工艺的报道多数单以总蒽醌^[3]或大黄素^[4,5]为指标进行优选, 指标具有片面性。本实验采用 $L_9(3^4)$ 正交设计, 以虎杖出膏率、大黄素的量和总蒽醌的量 3 项指标的综合评分优选虎杖的提取工艺, 为虎杖的制剂工艺生产提供试验依据。

1 仪器与试药

PU-2087 高效液相色谱仪(日本 Jasco 公司), UV-2075 紫外-可见检测器(日本 Jasco 公司), N-2000 双通道色谱工作站(浙江大学智能信息工程研究所), AUW120D 十万分之一电子天平(日本 Shimadzu 公司), 668 真空干燥箱(大连第四仪表厂), UV-2501PC 型紫外分光光度计(日本 Shimadzu 公司)。大黄素对照品由中国药品生物制品检定所提供, 虎杖购自沈阳广生堂药业有限责任公司, 经沈阳药科大学孙启时教授鉴定。甲醇为色谱纯, 水为重蒸水, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 大黄素的测定

2.1.1 高效液相色谱条件: 色谱柱 Spherisorb C_{18} 柱 (150 mm × 4.6 mm, 10 μ m); 流动相: 甲醇-0.1% 磷酸溶液 (80:20); 体积流量: 1.0 mL/min; 柱温: 室温; 检测波长: 254 nm; 进样量: 20 μ L。

2.1.2 标准曲线绘制: 精密称取以五氧化二磷为干

燥剂减压干燥至恒重的大黄素对照品适量, 加甲醇配制成 24、48、96、144、192、240、480 μ g/mL 的溶液, 依次进样, 按上述色谱条件测定。以峰面积(Y)对质量浓度(X)进行线性回归, 得回归方程: $Y = 2330.1 X + 4.364.6$, $r = 0.9999$ 。表明大黄素在 24~480 μ g/mL 与峰面积呈良好的线性关系。

2.1.3 供试品溶液制备及测定: 取虎杖浸膏约 30 mg, 精密称定, 精密加入氯仿 25 mL 和 2.5 mol/L 硫酸溶液 20 mL, 称定质量, 置水浴中加热回流 2 h, 冷却至室温, 再称定质量, 用氯仿补足减失的质量, 摇匀, 精密吸取氯仿层 10 mL, 蒸干, 残渣用甲醇溶解并定容至 10 mL, 用微孔滤膜 (0.45 μ m) 滤过, 取续滤液, 进样, 按外标法测定。色谱图见图 1。

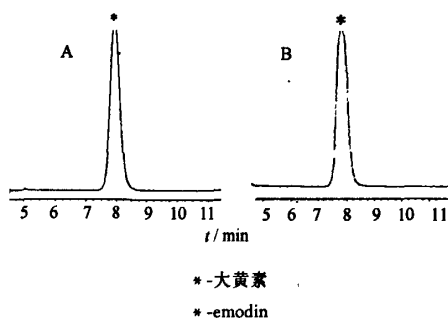


图 1 大黄素对照品(A)和虎杖提取物(B)的 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of emodin reference substance (A) and *P. cuspidatum* extract (B)

2.2 总蒽醌的测定

2.2.1 标准曲线绘制^[1]: 精密称取以五氧化二磷为干燥剂减压干燥 24 h 的大黄素对照品适量, 加甲醇