

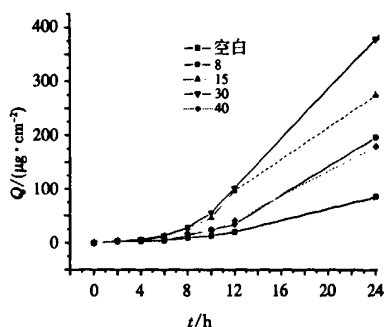


图3 黄芩苷凝胶中加入0.75%不同相对分子质量壳聚糖后累积透过量-时间的关系图

Fig. 3 Relationship between accumulated permeation and time by adding 0.75% chitosan with various molecular weight in different ratios into baicalin gel

例的增加, 24 h 累积透过量逐渐加大, 并可能存在某一临界值 C_0 , 当加入比例大于 C_0 时黄芩苷凝胶的 24 h 累积透过量开始降低, 因此壳聚糖的加入比例与黄芩苷 24 h 的累积透过量并非呈正相关, 因此选择 0.75% 的壳聚糖可以提高其渗透性能。

3 讨论

黄芩苷凝胶中添加一定量的壳聚糖可以明显提高其体外透皮性能。相对分子质量和比例是影响壳聚糖对黄芩苷凝胶促渗的重要因素。即存在一临界

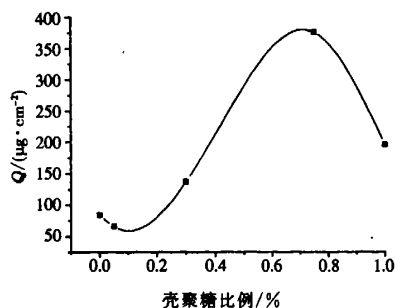


图4 黄芩苷凝胶中壳聚糖加入量与24 h 累积透过量的关系

Fig. 4 Relationship between chitosan by adding into baicalin gel and accumulated permeation for 24 h

相对分子质量, 低于该临界相对分子质量时, 壳聚糖促渗性能随相对分子质量增大而增大, 高于该临界值时, 相对分子质量的增大将降低壳聚糖的促渗性能。壳聚糖的比例也存在某一临界值。因此应选择适宜的相对分子质量和比例使黄芩苷凝胶的体外渗透性能最佳。

参考文献:

- [1] 王雷, 王学艳, 周雪琴, 等. 黄芩苷在不同溶媒中的稳定性研究[J]. 中国药师, 2006, 9(2): 129-131.
- [2] 杨巧丽, 周雪琴, 张志慧, 等. 氮酮和油酸增强黄芩苷经皮渗透作用的研究[J]. 中草药, 2006, 37(7): 1011-1013.

麸炒白术炮制工艺优选

段启^{1,2}, 马兴田², 李彩萍³, 陈华师²

(1. 广东食品药品职业学院, 广东 广州 510520; 2. 广东康美药业股份有限公司, 广东 普宁 515300; 3. 深圳市福永医院, 广东 深圳 518103)

摘要:目的 确定麸炒白术的最佳炮制工艺。方法 采用正交试验法和多指标综合加权评分法, 以白术饮片外观性状和白术内酯 I、II、III 总量为考察指标, 对影响白术炒制过程的因素进行考察。结果 麸炒最佳工艺为: 辅料用量 10%, 投料温度 300℃, 加热时间 2.5 min。结论 该工艺为进一步制定白术饮片的质量标准提供了参考依据。

关键词: 白术; 麸炒; 炮制工艺; 正交试验

中图分类号: R286.1

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2008)10-1504-03

白术为菊科植物白术 *Atractylodes macrocephala* Koidz. 的干燥根, 主产于浙江、安徽、湖北、湖南等省。其性甘, 苦, 温, 具有健脾益气, 燥湿利水, 止汗, 安胎的功效^[1]。白术始载于《神农本草经》, 原名术, 列为上品, 主要含有挥发油成分和内酯类成分, 其中

内酯类成分具有抗炎、抗肿瘤作用^[2,3], 该类成分还具有调节胃肠道功能和促进营养物质吸引的功能, 尤以白术内酯 I 作用明显^[4]。白术历来多炮制入药, 《中国药典》2005 年版收载土炒、蜜炙麸炒白术 2 种规格。为有效控制麸炒白术质量, 本研究采用正交试

收稿日期: 2007-12-23

作者简介: 段启(1969—), 副主任中药师, 硕士, 主要从事中药质量标准研究。

Tel: (020)28854960 E-mail: duanq2005@163.com

验对影响麸炒白术的主要因素进行了考察,并且采用 HPLC 法建立内酯类成分的定量分析方法。该方法可操作性强,重现性好,为更好地控制白术药材质量提供了依据。

1 材料与仪器

蜂蜜为炼蜜(中蜜),白术购自浙江缙云,经江西中医学院鉴定教研室鉴定为菊科植物白术 *A. macrocephala* Koidz 的干燥根茎;白术内酯 I、II、III 对照品购自中国药品生物制品检定所,批号分别是 1396-060123、1397-060123、1398-060123;乙腈和甲醇均为色谱纯,水为纯化水。

DY-640 炒药机(河南周口制药机械厂),美国

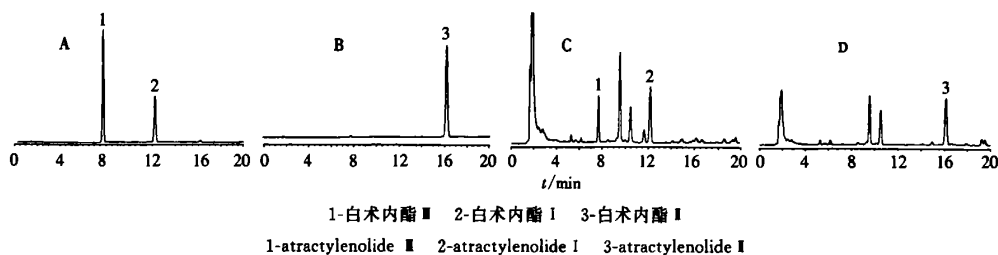


图 1 白术内酯 I、II 对照品(A, 220 nm),白术内酯 II 对照品(B, 276 nm)和白术样品(C, 220 nm;D, 276 nm)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of atractylenolides I and II reference substance at 220 nm (A), II reference substance at 276 nm (B), sample of *Rhizoma Atractylodis Macrocephalae* at 220 nm (C), and sample of *Rhizoma Atractylodis Macrocephalae* at 276 nm (D)

2.1.2 对照品溶液的制备:精密称取白术内酯 I、II、III 对照品 2.85 mg、1.94 mg、8.03 mg,置于 25 mL 量瓶中,用甲醇溶解并加至刻度,制成含有白术内酯 I、II、III 分别为 0.114、0.078、0.321 mg/mL 的混合对照品溶液,即得。

2.1.3 供试品溶液制备:称取白术药材粉末(过 3 号筛)约 1 g,置于 50 mL 锥形瓶中,加入甲醇 40 mL,超声 30 min,滤过,滤液浓缩至小体积,以甲醇转移并定容至 10 mL 量瓶中,摇匀,即得。

2.1.4 线性关系考察:分别精密吸取白术内酯 I、II、III 对照品储备液 0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0 mL 加甲醇定容至 10 mL 量瓶中,摇匀。在上述色谱条件下进行分析,分别以白术内酯 I、II、III 色谱峰面积对质量浓度绘制标准曲线。结果表明白术内酯 I、II、III 分别在 1.14~114、0.776~77.6、3.21~321 $\mu\text{g/mL}$ 时,峰面积与质量浓度呈良好的线性关系,回归方程分别为 $Y=4\,350.8\,X+7.715$ 、 $Y=2\,878.3\,X+5.228$ 、 $Y=8\,038.7\,X+14.949$, r 均为 0.999 9。

2.1.5 样品的测定:对 9 次试验样品进行测定,进样量为 10 μL ,以外标法计算白术内酯 I、II、III 的

质量分数。

2 方法与结果

2.1 有效成分的测定

2.1.1 色谱条件:Dikma Kromasil C_{18} (250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μm) 色谱柱;以乙腈(A)-水(B)为流动相,梯度洗脱,程序为:0~16 min, 60%~76% A; 16~18 min, 76%~100% A; 18~30 min, 100% A; 体积流量为 1.0 mL/min;柱温 25 $^{\circ}\text{C}$;白术内酯 I、II 检测波长为 220 nm、白术内酯 III 检测波长为 276 nm;进样量 10 μL 。理论塔板数以白术内酯 I 计算应不低于 5 000。色谱图见图 1。

质量分数。

2.2 麸炒白术工艺优选

2.2.1 因素水平设计:《中国药典》和炮制规范收载的为蜜炙麸皮炒白术,由于其中没有具体可量化的操作工艺参数,给生产和质量控制带来不便,因此本试验采用正交设计来对炒制温度、炒制时间、加麸量进行优选。在麦麸与蜂蜜比例为 5:1(炼蜜工艺 116~118 $^{\circ}\text{C}$,拌润炒干)情况下,以温度(A)、时间(B)、加麸量(C)为考察因素,每个因素取 3 个水平,以白术内酯 I、II、III、外观性状为指标综合进行白术麸炒工艺的考察。因素水平见表 1。

表 1 因素水平

Table 1 Factors and levels

水平	因素		
	A / $^{\circ}\text{C}$	B / min	C / %
1	270	2.5	10
2	300	3	15
3	330	3.5	20

2.2.2 试验及结果:将炒药机转炉转速调至快速档,按表 2 的试验制作样品,取蜜炙麸皮,撒入热锅内,待冒烟时加入 2 kg 白术片,炒至焦黄色,取出筛去多余的麦麸。放凉后即得。如法平行取样 3 份,得

率分别为 92%、91.5%、92.5%。

将白术内酯 I、II、III 三者质量分数相加作为内酯总量,9 次试验中内酯量最高的第 9 次试验为 100,其他各次与其相比记分;性状评分从麸炒白术饮片表面、断面、气味 3 个方面评定,分 5 个等级,最高 5 分,最低 1 分,4 号试验性状定为 100 分,其他试验与其相比记分。最后将两个指标按 50%加权计入总分。结果见表 2。直观分析表明,麸炒工艺最佳组合为 A₂B₁C₃,考虑到《中国药典》2005 年版规定加辅料为每 100 kg 白术片,用蜜炙麸皮 10 kg,确定最佳工艺 A₂B₁C₁,即锅底温度 300 ℃,快速炒 2.5 min,辅料量为 10%。

2.3 验证试验:取白术生片适量,采用优选出的工艺条件分别炮制 3 批,结果性状均为 5 分,白术内酯 I、II、III 的量分别为 1.80%、1.79%、1.78%,加权评分均在 90 分以上,说明优选工艺稳定,可靠。

3 讨论

本实验为进一步制定麸炒白术饮片的质量标准提供了依据,目前,此工艺已经在我公司生产车间推广使用。由于不同生产企业设备性能不同,操作人员的技术等差异,导致生产工艺很难在不同饮片厂统一推广,因此解决炮制设备限制也是关键问题所在。

本实验工艺最佳组合是以白术内酯 I、II、III 的量和炮制品性状综合加权平分,经数据处理后而得,但仅以白术内酯 I、II、III 的量代表白术有效成分做

表 2 L₉(3⁴)正交试验结果

Table 2 Results of L₉(3⁴) orthogonal test

试验号	A	B	C	D	性状	白术内酯	综合评分
1	1	1	1	1	3	1.706 4	77.08
2	1	2	2	2	3	1.468 2	70.51
3	1	3	3	3	2	1.351 1	67.28
4	2	1	2	3	5	1.169 6	82.27
5	2	2	3	1	4	1.403 3	78.72
6	2	3	1	2	3	1.530 4	72.22
7	3	1	3	2	2	1.314 9	66.28
8	3	2	1	3	2	1.313 3	56.23
9	3	3	2	1	1	1.812 2	57.08
K ₁	214.87	225.63	205.53	212.88			
K ₂	233.21	205.46	209.86	209.01			
K ₃	179.59	196.58	212.28	205.78			
R	17.87	9.68	2.25	2.37			

最优工艺优选,显然是远远不够的,这也是中药研究中的最大困惑之一,在此提出为研究者参考。

参考文献:

- [1] 中国药典[S].一部.2005.
- [2] Endo K, Toguchi T, Toguchi F, et al. Antiinflammatory principle of *Atractylodes rhizomes* [J]. *Chem Pharm Bull*, 1979, 27:2954.
- [3] 汤得芳,郝玉行,刘佐雅,等.平江白术根茎挥发油的成分及其抑瘤作用研究[J]. *药学通报*, 1984, 19(9):43.
- [4] 李 伟,文红梅,张爱华,等.白术质量标准研究 I-HPLC 法测定 2 种白术内酯的含量[J]. *药物分析杂志*, 2001, 21(3):170-172.

“人参与人类健康高峰论坛”在人参之乡吉林抚松县举行

由吉林省农业委员会、吉林省人参资源整合开发工作推进组、白山市人民政府、中国民族医药学会主办,吉林抚松县人民政府承办的中国吉林国际人参博览会暨第 22 届抚松长白山人参节“人参与人类健康高峰论坛”于 2008 年 9 月 5 日在吉林省抚松县举行。

吉林抚松县为我国人参之乡,抚松人参在国内外享有较高声誉。人参为百草之王,具有广泛而显著的药理活性,既可作为药物,又可作为保健品,同时还可作为饮料等,人参与人类健康有着非常密切的关系。论坛特邀中国科学院孙汉董院士、国际生物医学工程科学院(IAMBE)杨子彬院士、美国得克萨斯州立大学安东尼奥医学科学中心霍玉书教授、美国休斯敦大学药学院曹忠豪博士、沈阳药科大学赵余庆教授就人参研究与产品开发,人参在美国市场的应用情况及国际化方面进行主题报告。此次论坛对我国人参产业逐步走向合理的、科学的发展道路具有很强的现实意义和指导作用。《中草药》杂志执行主编陈常青研究员应邀主持了此次高峰论坛。

(本刊讯)