

## 青礞石的炮制工艺研究

刘圣金<sup>1</sup>, 吴德康<sup>1\*</sup>, 林瑞超<sup>2</sup>, 刘训红<sup>1</sup>, 傅兴圣<sup>1</sup>, 段金廒<sup>1</sup>, 孔庆友<sup>3</sup>

1. 南京中医药大学, 江苏南京 210046

2. 中国药品生物制品检定所, 北京 100050

3. 南京大学, 江苏南京 210093

**摘要:** 目的 优选青礞石的炮制工艺参数, 为控制青礞石炮制品质量及其安全性奠定基础。方法 通过多项指标评价, 首先筛选出是否需用火硝进行炮制; 再采用  $L_9(3^4)$  正交优选法, 以青礞石炮制品的外观颜色、疏松度、溶出率等筛选炮制工艺参数。结果 最佳炮制工艺为在 700 ℃、青礞石与火硝质量配比 1:0.4、摊层厚度 2 cm 条件下煅制 2 h。结论 该工艺条件稳定、合理、可行, 为矿物类中药的炮制工艺提供了研究思路与方法。

**关键词:** 矿物药; 青礞石; 炮制工艺; 热分析; X 射线衍射; 火硝

中图分类号: R283.1 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2012)08-1508-06

## Studies on processing technology of *Chloriti Lapis*

LIU Sheng-jin<sup>1</sup>, WU De-kang<sup>1</sup>, LIN Rui-chao<sup>2</sup>, LIU Xun-hong<sup>1</sup>, FU Xing-sheng<sup>1</sup>, DUAN Jin-ao<sup>1</sup>, KONG Qing-you<sup>3</sup>

1. Nanjing University of Chinese Medicine, Nanjing 210046, China

2. National Institute for Food and Drug Control, Beijing 100050, China

3. Nanjing University, Nanjing 210093, China

**Abstract: Objective** To optimize the processing parameters and lay the fundation for the quality control and safety of *Chloriti Lapis*.

**Methods** Evaluated by a number of indexes, whether potassium nitrate was needed in processing was decided. And then using surface color, bulk density, and water dissolution rate to optimize the optimized processing parameters of *Chloriti Lapis* by  $L_9(3^4)$  orthogonal test. **Results** The optimum processing technology was the weight ratio of *Chloriti Lapis*-nitre at 1:0.4, thickness of layer-share with 2 cm, at temperature 700 ℃, and processed for 2 h. **Conclusion** The processing technology is stable, reasonable, and feasible, and provides the research thinking and method for processing technology of mineral Chinese medicine.

**Key words:** mineral Chinese medicine; *Chloriti Lapis*; processing technology; thermal analysis; X-ray diffraction; potassium nitrate

青礞石 *Chloriti Lapis* 为临床常用矿物药, 应用历史悠久, 历版《中国药典》均有收载, 系变质岩类黑云母片岩 (biotite schist) 或绿泥石化云母碳酸盐片岩 (mica carbonate schist by chloritization)<sup>[1]</sup>, 始载于《嘉祐本草》。其性平, 味甘、咸。具坠痰下气、平肝镇惊之功效, 用于顽痰胶结、咳逆喘急、癫痫发狂、烦躁胸闷、惊风抽搐<sup>[2-5]</sup>。

古代青礞石的炮制有烧制、火硝制、炒制、煨制、煅醋制等方法, 近现代的炮制方法有煅制、火

硝制、醋淬等。《中国药典》2010 年版一部收载的含青礞石中成药制剂有儿童清肺丸、贝羚胶囊、竹沥达痰丸等, 其中所用的青礞石均是煅制品。目前市场商品中煅青礞石较少, 多为生品。随着对药品安全性关注度的提高, 对矿物药的炮制研究显得尤为重要<sup>[6-8]</sup>。本实验对青礞石的炮制工艺进行了研究, 以期为青礞石及其成药的质量控制提供依据。同时, 也为矿物类中药的炮制工艺提供研究思路及方法。

收稿日期: 2011-10-26

基金项目: 国家“十一五”科技支撑计划项目 (2006BAI55B02); 江苏省普通高校研究生创新计划项目 (CX09B-282Z); 江苏省名老中医药专家师承项目 (2009); 南京中医药大学中药学一级学科开放课题资助项目 (2011ZYX1-002)

作者简介: 刘圣金 (1978—), 男, 博士, 讲师, 主要从事中药鉴定、品质评价及质量标准研究。

Tel: (025)85811511 Fax: (025)85811524 E-mail: 13770653305@139.com

\*通讯作者 吴德康 Tel: (025)85811511 Fax: (025)85811524 E-mail: wudekang2008@126.com

网络出版时间: 2012-06-25 网络出版地址: <http://www.cnki.net/kcms/detail/12.1108.R.20120625.1531.007.html>

## 1 仪器与材料

Optima<sup>TM</sup>2 100 DV 电感耦合等离子体-质谱仪(Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry, ICP-MS, 美国 Perkin Elmer 公司); D/max-2500/P C 型转靶 X 衍射仪(X-ray diffraction, XRD, 日本理学公司); STA449C 综合热分析仪(德国 Netzsch 公司, TG-DTA/DSC 同步分析); Ethos 型微波消解系统(意大利 Milestone 公司); 马福炉(SX2—410 型高温箱形电炉, 上海博讯实业有限公司); DF110 型电子分析天平(常熟衡器工业公司); 硝酸钾(上海久亿化学有限公司)。

青礞石样品由浙江中医药大学饮片厂提供, 批号 Y090402, 经南京大学孔庆友教授鉴定为变质岩类黑云母片岩(biotite schist)。

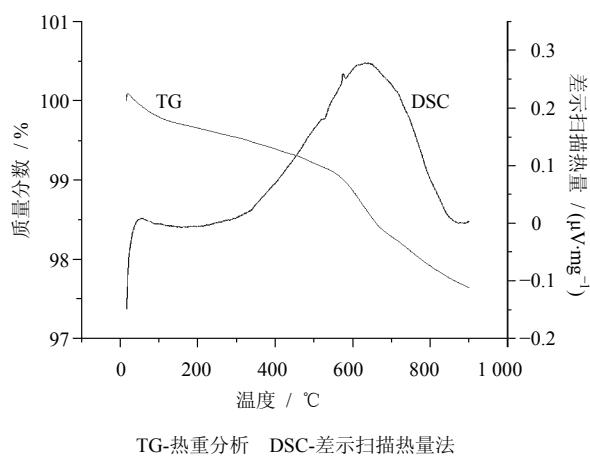
## 2 方法及结果

### 2.1 明煅与火硝煅的工艺筛选

**2.1.1 煅制温度、时间的初步选择** 青礞石的炮制研究中没有提及具体温度及煅制时间<sup>[3]</sup>。根据青礞石生品的热分析结果(图 1)及目前部分饮片生产厂家的煅制工艺(表 1),选择煅制的温度为 600 °C。结合预试验结果, 1 h 均能达到红透, 选择煅制时间为 1 h。

热分析方法: 在程序控制温度下, 同时测量物质的质量与温度关系以及试样与参比物( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )之间的温度差与温度的关系, 确定化合物的吸放热情况, 从而分析化合物的相变情况。样品用量为 10 mg, 参比物  $\text{Al}_2\text{O}_3$  用量为 5 mg, 加热温度 20~900 °C, 升温速率为 10 °C/min, 气氛为静态空气。

**2.1.2 火硝比例的初步选择** 有关火硝制的用量,



TG-热重分析 DSC-差示扫描热量法

TG-thermal gravimetric analysis DSC-differential scanning calorimetry

图 1 青礞石样品的热分析图

Fig. 1 Thermal analysis diagrams of *Chloriti Lapis*

表 1 部分中药饮片厂青礞石炮制工艺

Table 1 Processing technology of *Chloriti Lapis* in some Chinese pieces factories

饮片生产厂家	煅制方法	煅制温度 / °C	煅制时间 / h
浙江中医药大学饮片厂	明煅	600	1
北京卫仁中药饮片厂	明煅	武火	至红透
北京华邈中药工程技术 开发中心	明煅	600	2

古代记载:“每二两,捶碎,用焰硝二两……”(元·《丹溪心法》、明·《品汇精要》);“……用礞石四两,杵碎,入硝石等分拌匀……”(明·《本草乘雅半偈》);“入罐打碎四两,硝石四两,同伴火煅……”(清·《本草汇》)。现代记载:在《中草药炮制规范》中青礞石与火硝的比例为 10:10~10:25<sup>[9]</sup>。因此,暂选择青礞石与火硝的比例为 1:1。

**2.1.3 样品的制备** 取生品 Y090402, 以 2.5 cm 的厚度铺于 100 mL 坩埚内, 放入马福炉中, 在 600 °C 下煅制 1 h。制得直接明煅样品(10031801、10031802、10031803)及火硝煅制样品(H10031801、H10031802、H10031803)。

**2.1.4 评价指标** 选择性状、疏松度、溶出率、有害元素质量分数、主元素质量分数等作为评价指标筛选炮制方法。

溶出率=溶剂煎出物质量 / 样品质量(以干燥品计算)

**2.1.5 不同样品性状比较** 样品性状描述见表 2。

**2.1.6 炮制前后失重率、疏松度(堆密度)比较分析** 记录炮制前后的样品质量, 计算炮制前后的失重率。取样品, 过 3 号筛。使漏斗(标准漏斗, 小孔直径 5.0 mm, 锥度 60°)孔距烧杯(规格 25 mL)口 2.5 cm, 样品从漏斗自由落下充满烧杯, 以单位体积粉体的质量表示粉体的堆密度。结果显示, 火硝煅制品失重率较直接煅制品大, 煅制后均比生品疏松, 由 SPSS 16.0 软件对样品失重率进行 t 检验、堆密度进行 LSD 检验, 显示均具有显著差异( $P<0.05$ )。

**2.1.7 不同炮制样品溶出率比较** 参照《中国药典》2010 年版一部附录 XA 浸出物测定法中热浸法测定溶出率。由统计软件 SPSS 16.0 对样品溶出率进行 LSD 检验, 结果见表 2。结果显示火硝煅制品与生品、直接煅制品 3 种溶剂溶出率均有极显著差异( $P<0.01$ ), 生品与直接煅制品无显著差异。

**2.1.8 不同样品及其水煎液有害物质、主元素质量**

表 2 青礞石炮制前后性状、失重率、堆密度及溶出率变化比较

Table 2 Changes of characteristics, weight loss rate, bulk density, and dissolution rate of Chloriti Lapis before and after processing

样 品	性状描述	失重率 / %		平均堆密度 / (g·cm <sup>-3</sup> )			溶出率 / %		
		%	(g·cm <sup>-3</sup> )	水	60%乙醇	80%乙醇			
生品	Y090402	褐黑色, 具玻璃样光泽; 质松脆, 碎粒呈片状, 疏松; 气微, 味淡	—	0.805	0.159 9	0.280 0	0.279 9		
直接明煅	10031801	金黄色, 质松脆, 碎粒呈片状,	0.81	0.527	0.326 4	0.279 9	0.253 3		
	10031802	疏松; 气无, 味淡	0.79	0.530	0.599 9	0.553 3	0.426 8		
	10031803		0.63	0.565	0.366 6	0.339 8	0.280 0		
加火硝煅	H10031801	金黄色, 碎粒呈片状, 质松脆,	1.88	0.753	47.556 7	52.436 7	49.416 1		
	H10031802	部分呈团块状, 疏松, 轻打可	1.94	0.743	45.653 3	47.003 3	46.159 8		
	H10031803	碎; 稍有火硝气, 味咸麻舌	1.58	0.773	45.950 0	46.926 7	46.472 1		

分数比较分析 取样品 2 g, 精密称定, 置 250 mL 锥形瓶中, 精密量取蒸馏水 100 mL, 加入锥形瓶中, 称定质量。冷凝回流, 加热至沸腾, 并保持微沸 1 h。放冷后取下锥形瓶, 再称定质量。用水补足减失的质量, 摆匀, 滤过。以浓 HNO<sub>3</sub> 3 mL、浓 HCl 6 mL、HF 2 mL、硼酸 0.2 g 的消解液为消解体系。ICP-MS 法<sup>[10]</sup>测定, 工作参数为功率 1 300 W, 冷却气体积流量 1.5 L/min, 载气体积流量 0.8 L/min, 辅助气体积流量 0.2 L/min, 样品提升量为 1.5 mL/min。积分时间 10 s, 延迟时间 1 s, 重复次数 1; 测量方式: 标准曲线法; 读数方式: 峰强。结果见表 3。

结果显示, Pb、Hg、Cr 质量分数炮制后均下降, 由 SPSS 16.0 软件进行 LSD 检验, 炮制品与生品均有显著差异 ( $P<0.05$ ), 火硝煅制品与生品、直接煅制品均有极显著差异 ( $P<0.01$ )。水煎液中, 各有害元素的质量分数均较低 ( $1.0\times 10^{-7}$ ), 火硝煅制品中 Pb、Hg 元素有的未检出。生品、直接煅制品、火硝煅制品 Fe 质量分数逐渐降低, 3 样品间有极显著差异 ( $P<0.01$ )。Mg、Al 生品较高, 与煅制品有极显著差异 ( $P<0.01$ ), 直接煅制品、火硝煅制品之间无显著差异。Ca 生品较高, 与火硝煅制品有极显著差异 ( $P<0.01$ ), 直接煅制品与火硝煅制品有显著差异 ( $P<0.05$ )。K 火硝煅制品较高, 与生品、直接煅制品有极显著差异 ( $P<0.01$ ), 生品与直接煅制品无显著差异。Na 3 样品间无显著差异。水煎液样品中, Fe 均未检出, 其他主元素的质量分数均显著降低, Al 有未检出。Mg 质量分数生品与火硝煅样品有显著差异 ( $P<0.05$ )。Ca 3 样品间无显著差异。K、Na 火硝煅制品较高, 与生品、直接煅制品有极显著差异 ( $P<0.01$ )。

**2.1.9 青礞石不同样品 XRD 图谱、物相及晶粒尺寸比较分析** XRD 分析条件: 管电压 40 kV, 管电流 200 mA。狭缝宽度: DS=SS=1°。RS=0.3 mm。Cu  $k_{\alpha 1}$  辐射, 石墨弯晶单色器, 扫描速率 5°/min, 扫描方式: 连续扫描, 扫描范围 5°~85° (2θ), 步长 0.02°。结果见图 2、表 4。

结果显示炮制后 XRD 图谱与生品有一定的差异, 多数峰的信号强度炮制后减弱, 火硝煅制品差异较大。主要物相为石英(quartz)、金云母(phlogopite)等, 火硝煅制品硝酸钾(niter)也是其主要物相, 生品及直接煅制品未见该主要物相。生品和直接煅品金云母晶粒尺寸没有太大差异, 石英火硝煅制后尺寸明显变小。通过以上炮制前后样品比较研究, 综合分析, 认为青礞石以火硝煅较为合适。

## 2.2 炮制工艺优选

**2.2.1 试验设计** 通过预试验可知炮制品疏松度、颜色和温度及硝酸钾比例之间的关系, 温度相对较高、硝酸钾比例相对较低时, 炮制品较疏松、颜色较黄。设计采用 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>) 正交表对摊层厚度(A)、青礞石与火硝比例(B)、炮制温度(C)、炮制时间(D)进行考察。因素水平见表 5。

**2.2.2 考察指标的选择** (1) 颜色: 金黄色评为 10 分, 暗黄褐色评为 6 分, 无黄色出现评为 4 分。(2) 疏松度: 疏松评为 10 分, 较疏松或松脆评为 6 分, 坚硬评为 4 分。(3) 溶出率: 水溶性溶出率。《中国药典》2010 年版中煅制以煅至金黄色和疏松为度, 对以上考察指标进行加权、综合评分(综合评分 = 颜色 × 0.45 + 疏松度 × 0.45 + 溶出率 × 0.1)。颜色和疏松度是考察的主要指标, 各占 45%; 由于煅制后溶出物中含有硝酸钾, 与炮制前的溶出率可

表3 青礞石不同样品及其水煎液有害元素、主量元素质量分数

Table 3 Determination of harmful elements and major elements in different samples of Chloriti Lapis and their decoction

样 品		有害元素质量分数 / ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )					
		Pb	As	Cd	Hg	Cr	Cu
生品	Y090402	30.333	—	5.000	467.667	195.333	70.333
直接煅制品	10031801	10.333	23.667	9.000	441.000	168.333	68.333
	10031802	21.667	48.000	7.667	332.333	181.333	118.000
	10031803	24.333	80.667	14.000	304.667	145.667	70.667
火硝煅制品	H10031801	5.000	162.000	16.333	142.000	101.333	92.000
	H10031802	—	497.333	23.333	141.333	108.333	69.000
	H10031803	—	938.000	32.333	152.667	106.000	76.000
生品水煎液	Y090402	0.017	0.017	0.033	0.003	0.062	0.086
明煅水煎液	10031801	0.043	0.023	0.032	0.070	0.062	0.079
	10031802	0.042	0.038	0.032	0.005	0.062	0.079
	10031803	0.033	0.013	0.032	0.001	0.062	0.078
火硝煅水煎液	H10031801	0.033	0.020	0.032	0.009	0.069	0.084
	H10031802	0.018	0.010	0.032	—	0.070	0.093
	H10031803	—	0.005	0.031	0.002	0.068	0.089
样 品		主量元素质量分数 / ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )					
		Fe	Mg	Al	Ca	K	Na
生品	Y090402	$7.65 \times 10^4$	$3.39 \times 10^4$	$4.38 \times 10^4$	$7.2 \times 10^3$	$2.75 \times 10^4$	$2.16 \times 10^4$
直接煅制品	10031801	$6.76 \times 10^4$	$1.45 \times 10^4$	$1.04 \times 10^4$	$5.2 \times 10^3$	$2.97 \times 10^4$	$2.15 \times 10^4$
	10031802	$6.78 \times 10^4$	$1.48 \times 10^4$	$1.18 \times 10^4$	$4.8 \times 10^3$	$3.02 \times 10^4$	$2.41 \times 10^4$
	10031803	$5.71 \times 10^4$	$1.05 \times 10^4$	$1.04 \times 10^4$	$6.6 \times 10^3$	$3.40 \times 10^4$	$2.31 \times 10^4$
火硝煅制品	H10031801	$2.84 \times 10^4$	$1.32 \times 10^4$	$1.49 \times 10^4$	$4.2 \times 10^3$	$5.70 \times 10^4$	$1.94 \times 10^4$
	H10031802	$3.04 \times 10^4$	$1.21 \times 10^4$	$1.82 \times 10^4$	$1.5 \times 10^3$	$6.81 \times 10^4$	$2.38 \times 10^4$
	H10031803	$2.97 \times 10^4$	$1.22 \times 10^4$	$1.94 \times 10^4$	$3.2 \times 10^3$	$6.11 \times 10^4$	$2.95 \times 10^4$
生品水煎液	Y090402	—	0.671	—	2.719	2.518	2.11
明煅水煎液	10031801	—	0.617	0.122	3.204	5.515	1.93
	10031802	—	0.641	0.069	3.661	2.909	2.03
	10031803	—	0.461	—	3.172	4.895	1.48
火硝煅水煎液	H10031801	—	0.474	—	2.739	$2.6 \times 10^3$	15.66
	H10031802	—	0.403	0.161	2.238	$2.7 \times 10^3$	26.55
	H10031803	—	0.541	0.006	3.312	$2.6 \times 10^3$	29.78

“—”表示未检出

“—”undetected

比性较低，不作为主要评价指标，占10%）。

**2.2.3 正交试验** 按L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>)正交表安排试验，记录综合评分；以干燥品计算样品溶出率。分析结果见表5、6。由方差分析可知，最佳工艺为C<sub>3</sub>B<sub>1</sub>D<sub>3</sub>A<sub>1</sub>，即在700℃、青礞石与火硝质量配比1:0.4、摊层厚度2cm条件下煅制2h。结果可看出，炮制品颜色是以温高、层薄好，溶出率则以层厚好，从实验

中可知层厚不利于煅制，颜色及疏松度不及层薄，但溶出率高，主要与火硝未充分发生热反应而最终溶出有关。

**2.2.4 炮制工艺验证** 按上述优化的最佳条件，制备3批样品，结果颜色均为金黄色、样品疏松，水溶性溶出率为29.48%、29.47%、29.43%，表明优选的工艺条件稳定、合理、可行。

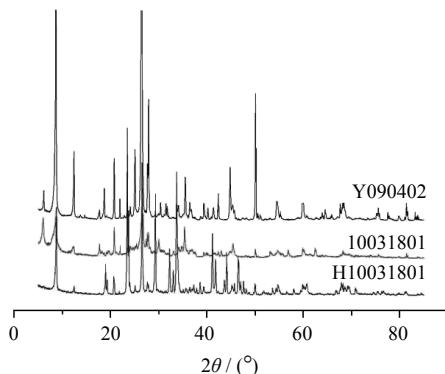


图2 不同样品XRD图谱比较

Fig. 2 XRD diagrams of different samples of *Chloriti Lapis*

表4 青礞石不同样品主要物相分析表

Table 4 Main phase analysis on different samples of *Chloriti Lapis*

样品批号	主要物相	晶粒	晶粒尺寸 / nm
		成分	/ nm
Y090402	石英、金云母、弹性绿泥石、白云母、钠长石	石英 金云母	35.2 68.8
10031803	金云母、石英、斜绿泥石、白云母、氟金云母、钠长石	石英 金云母	39.1 68.5
H10031803	硝酸钾、金云母、氟金云母、石英、水黑云母、白云母	石英 硝酸钾	12.1 12.3

表5  $L_9(3^4)$  正交试验结果 ( $n=3$ )Table 5 Results of  $L_9(3^4)$  orthogonal test ( $n=3$ )

试验号	A / cm	B	C / °C	D / h	颜色评分	疏松度评分	溶出率 / %	综合评分
1	2 (1)	1 : 0.4 (1)	500 (1)	1.0 (1)	8.1	13.5	8.6	30.2
2	2 (1)	1 : 0.7 (2)	600 (2)	1.5 (2)	13.5	13.5	8.1	35.1
3	2 (1)	1 : 1.0 (3)	700 (3)	2.0 (3)	13.5	13.5	8.7	35.7
4	4 (2)	1 : 0.4 (1)	600 (2)	2.0 (3)	13.5	13.5	14.3	41.3
5	4 (2)	1 : 0.7 (2)	700 (3)	1.0 (1)	13.5	13.5	8.8	35.8
6	4 (2)	1 : 1.0 (3)	500 (1)	1.5 (2)	5.4	5.4	12.0	22.8
7	6 (3)	1 : 0.4 (1)	700 (3)	1.5 (2)	13.5	13.5	13.9	40.9
8	6 (3)	1 : 0.7 (2)	500 (1)	2.0 (3)	6.3	7.2	14.8	28.3
9	6 (3)	1 : 1.0 (3)	600 (2)	1.0 (1)	8.1	8.1	14.7	30.9
$K_1$	101.0	112.3	81.2	96.9				
$K_2$	99.9	99.2	107.3	98.7				
$K_3$	100.0	89.4	112.4	105.2				
$K_4$	1.0	22.9	31.2	8.3				

表6 方差分析

Table 6 Analysis of variance

方差来源	离均差平方和	自由度	F值	显著性
A	0.08	2	0.00	
B	29.26	2	1.56	
C	62.32	2	3.32	$P < 0.05$
D	4.27	2	0.23	
误差	168.92	18		

 $F_{0.05}(2, 18) = 2.62$   $F_{0.01}(2, 18) = 6.01$ 

### 3 讨论

文献研究得出青礞石煅制的方法多为明煅或火硝煅，《中国药典》2010年版采用明煅法煅至红透。炮制工艺首先设计实验对青礞石煅制是否需要加入火硝进行研究，其次再进行煅制温度、煅制时间、摊层厚度、火硝配比（如选用火硝制的方法）等参

数的优选。

明煅或火硝煅的工艺筛选不同样品的比较中，煅制后均呈金黄色，火硝煅制品失重率较直接煅制品大，质地煅制后均比生品疏松，均有显著性差异。由于火硝为水溶性钾盐，水、醇（60%、80%乙醇）溶出率火硝煅制品明显较高，与生品、直接煅制品均有极显著性差异。临床中青礞石多以水煎入药，充分考虑青礞石水煎液中元素质量分数更符合于实际。从安全性角度考虑，水煎液各样品的有害元素质量分数均较低（ $1.0 \times 10^{-7}$ ），其中 Pb、Hg 元素均有未检出，用药安全。

Na 元素生品、直接煅制品、火硝煅制品均较高，无显著性差异，值得注意的是，火硝煅制后，水煎液中 Na 的溶出明显比生品、直接煅制品高，有极显著性差异。这意味着火硝煅制后有利于 Na 的溶

出, Na 是人体细胞外液中的主要阳离子, 占阳离子总量的 90% 左右, 是维持细胞外液的量和渗透压的重要成分。与此同时, 可能还有其他元素的溶出比例的变化, 待进一步确证并寻找出与药效之间的相关性。火硝的主要成分是  $KNO_3$ , 煅制后, K 的质量分数显著增加, K 是细胞内液的主要阳离子, 具非常重要的生理功能, 影响体液的酸碱平衡、蛋白质和能量代谢, 也影响支气管平滑肌的张力和心肌的自律性、传导性和兴奋性等。这些元素质量分数的增加及未探索和未明确的元素溶出比例的变化可能对青礞石临床用于顽痰胶结、咳逆喘急、烦躁胸闷等的治疗具有重要的作用。

古代关于青礞石用硝石制的相关论述有:“制以硝石, 其性更利”(明·《景岳全书》);“此药重坠, 制以硝石, 其性疏快”(清·《握灵本草》);“同火硝煅炼者, 取其疏利之性, 则礞石之功, 更为慄悍耳”(清·《本草变读》);“坚细青黑, 中有白星点, 硝石煅过……杵细水飞, 去硝毒用”(清·《本草辑要》);“必用火硝煅过, 性使能发, 乃能坠痰, 不煅则石质不化, 药性不发, 又毒不散, 故必用煅”(清·《本草问答》)。从上可以看出, 古代认为用硝石制很有必要。考虑古人的临床用药经验及对青礞石需要火硝制的诸多炮制意图和论述, 结合现代技术对生品、直接煅制品、火硝煅制品的比较分析, 认为青礞石以火硝煅较为合适。

炮制工艺的优选, 具体工艺所涉及的主要相关因素有青礞石的粒径大小、摊层厚度、火硝比例、炮制温度、炮制时间等。根据市场样品收集情况, 大多数青礞石市售品粒径多为 2~5 mm, 一般粒度

太大不利于炮制, 粒径太小亦不易于炮制并且增加工作成本, 炮制工艺粒径的选择, 一般粒径相对较小者比粒径大者效果好, 通过预试验, 粒径在 3 mm 左右, 大小较为恰当。

通过本实验获得了青礞石炮制的最佳工艺, 即在 700 °C、青礞石与火硝质量配比 1:0.4、摊层厚度为 2 cm 的条件下煅制 2 h, 建立了青礞石的炮制方法。

#### 参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2010.
- [2] 国家中医药管理局中华本草编委会. 中华本草 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 2002.
- [3] 江苏新医学院编. 中药大辞典 [M]. 上海: 上海人民出版社, 1977.
- [4] 徐国钧, 何宏贤, 徐络珊, 等. 中国药材学 [M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1996.
- [5] 郑虎占, 董泽宏, 余 靖. 中药现代研究与应用 [M]. 北京: 学苑出版社, 1999.
- [6] 刘圣金, 吴德康, 孔庆友, 等. 矿物药青礞石的炮制考证 [J]. 时珍国医国药, 2010, 21(12): 3262-3263.
- [7] 余玖霞, 陆兔林, 毛春芹, 等. 白礞砂和紫礞砂及其炮制品中微量元素的测定 [J]. 中草药, 2012, 43(2): 270-274.
- [8] 李春来, 李俊松, 刘 丹, 等. 膏石炮制品 X 射线衍射分析及指纹图谱的建立 [J]. 中草药, 2011, 42(4): 701-703.
- [9] 湖北省卫生局. 中草药炮制规范 [M]. 武汉: 湖北人民出版社, 1979.
- [10] 刘圣金, 吴德康, 林瑞超, 等. 矿物药青礞石无机元素的 ICP-MS 分析 [J]. 药物分析杂志, 2010, 30(11): 2067-2074.