

不同加工与贮藏方法对商洛产丹参药材品质的影响

王小平¹, 白吉庆¹, 寇文龙¹, 蒋传忠²

1. 陕西中医学院, 陕西 咸阳 712046

2. 陕西天士力植物药业有限公司, 陕西 商洛 726000

摘要: 目的 考察几种加工和贮藏方法对丹参药材中丹参酮 II_A、丹酚酸 B 和丹参素以及药材表面、断面颜色的影响, 以寻找出丹参药材的最适加工和贮藏方法。方法 分别采用晒干、烘干加工处理丹参药材; 对加工后的药材分别采用常温贮藏、常温避光贮藏, 分别贮藏 0、1、2、4、6、9、12、18、24 个月, 采用 HPLC 法分别测定其中丹参酮 II_A、丹酚酸 B 和丹参素的量, 并观察药材表面、断面颜色。结果 40~80 °C 烘干对丹参药材中丹参酮 II_A 影响不明显; 当温度高于 60 °C, 对丹酚酸 B 造成明显损失; 丹参素的量随着干燥温度的升高有所增加; 当干燥温度高于 70 °C, 对丹参的表面和断面颜色产生影响。采用 40~60 °C 烘干所得丹参药材中丹酚酸 B 的量及丹参的表面和断面色泽优于传统的晒干法。结论 从活性成分量的损失、药材外观色泽变化及节约生产成本等方面综合考虑, 丹参药材的加工方法应以 40~60 °C 烘干为宜, 贮藏方法以常温避光贮藏不超过 24 个月为宜。

关键词: 丹参; 丹参酮 II_A; 丹酚酸 B; 丹参素; 干燥和贮藏方法; 烘干

中图分类号: R283.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 0253-2670(2013)11-1407-05

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2013.11.009

Influence of different processing and storage methods on quality of *Salviae Miltiorrhizae Radix et Rhizoma* in Shangluo

WANG Xiao-ping¹, BAI Ji-qing¹, KOU Wen-long¹, JIANG Chuan-zhong²

1. Shaanxi University of Traditional Chinese Medicine, Xianyang 712046, China

2. Shaanxi Tianshili Plant Pharmaceutical Co., Ltd., Shangluo 726000, China

Abstract: Objective To investigate the influence of several processing and storage methods on the contents of tanshinone II_A (Tan II_A), salvanolic acid B, and danshensu in *Salviae Miltiorrhizae Radix et Rhizoma* (SMRR) and the medicinal materials surface character and section color. **Methods** Sun drying and stir-baking methods of SMRR were used, respectively. The processed products were then stored at normal temperature and normal temperature in darkness for 0, 1, 2, 4, 6, 9, 12, 18, and 24 months, respectively. The contents of Tan II_A, salvanolic acid B, and danshensu were determined by HPLC. And the surface character and section color of the medicinal materials were observed. **Results** The content of Tan II_A in SMRR dried at 40—80 °C stir-baking did not change greatly. When the temperature was over 60 °C, the salvanolic acid B in SMRR showed significant loss. The content of danshensu increased with the increase of stir-baking temperature. The stir-baking temperature over 70 °C had the influence on the surface character and section color. The content of salvanolic acid B, the surface character, and section color of SMRR stir-baked at 40—60 °C were better than those of SMRR processed by the common sun drying method. **Conclusion** Under the comprehensive evaluation of the active constituents lossing, the surface color changing, and production cost saving, it is advisable for SMRR to be stir-baked at 40—60 °C and stored at normal temperature in darkness less than 24 months.

Key words: *Salviae Miltiorrhizae Radix et Rhizoma*; tanshinone II_A; salvanolic acid B; danshensu; drying and storage method; stir-baking

丹参为唇形科植物丹参 *Salvia miltiorrhiza* Bunge 的干燥根及根茎, 具有活血祛瘀、通经止痛、清心除烦、凉血消痛的作用, 用于治疗胸痹心痛、腕腹胁痛、月经不调、痛经经闭等症^[1]。是历版《中

收稿日期: 2012-12-23

基金项目: 陕西省 13115 项目 (2009ZDKG-83)

作者简介: 王小平 (1976—), 女, 陕西宝鸡人, 副教授, 博士, 硕导, 研究方向为中草药化学成分分析及新药研究。

Tel: (029)38183518 13992052795 E-mail: wangxiaoping323@126.com

网络出版时间: 2013-04-22 网络出版地址: <http://www.cnki.net/kcms/detail/12.1108.R.20130422.0938.017.html>

国药典》记载的大宗常用中药材之一。在丹参药材的生产过程中,其药材收获后多采用常规晒干的方法干燥,该方法干燥时间长,易污染,受环境、场地及天气等因素的影响较大,导致药材劣变、药性改变、有效成分损失等问题的出现,影响到药材的供应和以其为原料的中成药的质量^[2-6]。本实验对鲜品丹参的智能化烘房干燥法进行了研究,以药材表面性状、断面颜色以及药材中丹参酮 II_A、丹酚酸 B 和丹参素的量为指标,对不同干燥参数干燥的丹参进行全面地比较分析,为完善丹参采收后的加工、贮藏方法提供科学依据。

1 仪器与材料

DHG—9625A 电热鼓风干燥箱(河南兄弟仪器设备有限公司);Discovery DV215CD 型双量程电子分析天平(瑞士梅特勒-托利多国际股份有限公司);戴安 UitiMate 3000 全自动高效液相色谱仪(UitiMate 3000 泵;UitiMate 3000 自动进样器;UitiMate 3000 UV 检测器;Chromleon 工作站)。

对照品丹参酮 II_A(批号 110766-200518)、丹酚酸 B(批号 111562-200807)、丹参素钠(批号 110855-200809)均由中国药品生物制品检定所提供;鲜丹参来源于陕西天士力植物药业有限公司药源基地洛南尖角基地,经陕西中医学院王继涛教授鉴定为唇形科鼠尾草属植物丹参 *Salvia miltiorrhiza* Bunge 的根和根茎;液相用甲醇、乙腈均为色谱纯;甲醇、甲酸等均为分析纯;水为纯化水。

2 方法与结果

2.1 样品处理

将同批鲜品丹参除去泥土及地上芦头部分,按粗、中、细(粗:直径>10 mm,细:直径<5 mm,中:5 mm≤直径≤10 mm,每株丹参直径均用游标卡尺在距芦头约 5 cm 处量取所得)分等级,实验均采用中等直径的鲜品丹参。

2.1.1 晒干法 称取 1.5 kg 丹参鲜药材,铺放于盘中晒干,干燥至丹参含水量<13.0%为终点^[1],即可。

2.1.2 烘干法 分别称取 1.5 kg 丹参鲜药材,铺放于盘中,分别置于 40、50、60、70、80、85 °C 电热鼓风干燥箱中鼓风干燥,适时翻动,使之受热均匀,干燥至丹参含水量<13.0%为终点^[1],即可。

2.2 混合对照品溶液的制备

分别精密称取对照品丹参酮 II_A 1.61 mg、丹酚酸 B 14.2 mg 和丹参素钠 14.5 mg,置 100 mL 棕色量瓶中,用甲醇溶解并定容至刻度,摇匀。用甲醇

稀释成系列质量浓度的混合对照品溶液(含丹酚酸 B 28.0、57.0、71.0、75.0、114.0、142.0 μg/mL)。

1.00 mg 丹参素钠相当于 0.90 mg 的丹参素。

2.3 丹参药材中丹参酮 II_A、丹酚酸 B 和丹参素的分析

分别取上述不同方法加工的样品适量,粉碎;取丹参药材粉末 0.2 g,精密称定,置 50 mL 具塞锥形瓶中,精密加入 70%甲醇 25 mL,称定质量,超声提取 30 min,放冷,再称定质量,用 70%甲醇补足减失的质量,摇匀,0.45 μm 微孔滤膜滤过,取续滤液,作为供试品溶液。

照文献的测定方法^[7]采用 HPLC 法测定,色谱柱为 Diamonsil C₁₈ 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm),流动相为乙腈-0.05%磷酸水溶液,梯度洗脱:0~8 min, 10%~25%乙腈;8~20 min, 25%乙腈;20~25 min, 25%~40%乙腈;25~35 min, 40%~100%乙腈;35~40 min, 100%~10%乙腈;40~45 min, 10%乙腈;体积流量 1.0 mL/min,检测波长 280 nm,柱温 30 °C。分别取混合对照品溶液、供试品溶液,在上述色谱条件下分别进样,色谱图见图 1。

分别精密吸取上述混合对照品溶液 10 μL,注入液相色谱仪,按上述色谱条件分析测定,每个质量浓度进样 2 次,记录各对照品的峰面积,以峰面积为纵坐标(Y),对照品质量浓度为横坐标(X)进行线性回归,得回归方程:丹参酮 II_A $Y=30\ 676 X-9\ 413.3$, $r=0.999\ 9$;丹酚酸 B $Y=1.0\times 10^7 X-7\ 302.2$, $r=0.999\ 9$;丹参素钠 $Y=9\ 080.8 X+30\ 863$, $r=0.999\ 9$;结果表明丹参酮 II_A 在 3.22~16.10 μg/mL,丹酚酸 B 在 28.40~142.00 μg/mL,丹参素钠在 29.00~145.00 μg/mL 线性关系良好。

2.4 丹参药材的外观评价及水分测定

外观评价:药材表面和断面颜色鲜亮,色泽较浅者,其药材的品质较佳。药材表面颜色分档为紫红色、红褐色、黑褐色;药材断面颜色分档为灰白色、黄红色、灰褐色。

药材中的水分按《中国药典》2010年版一部附录 IX H 方法测定。

折干率=鲜品药材质量/药材干燥后质量

2.5 不同温度烘干丹参药材效果评价

取按“2.1”项下方法处理的样品,进行外观评价;测定水分,计算其折干率;以干燥品计算丹参酮 II_A、丹酚酸 B 和丹参素的量,并分析比较,结果见表 1。

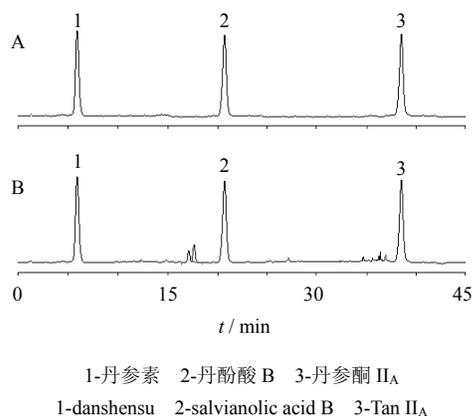


图1 混合对照品 (A) 与供试品 (B) 的 HPLC 色谱图
Fig. 1 HPLC chromatograms of mixed reference substances (A) and samples (B)

表1 不同加工方法对丹参药材中丹参酮 II_A、丹酚酸 B 和丹参素的量及其表面、断面颜色等影响的比较 (n=3)
Table 1 Comparison on content of Tan II_A, salvianolic acid B, and danshensu, as well as surface and section color in SMRR processed with different methods (n=3)

干燥方法	温度 / °C	丹参酮 II _A / %	丹酚酸 B / %	丹参素 / %	水分 / %	折干率	表面颜色	断面颜色
烘干法	40	0.57	7.20	0.68	12.25	3.61	紫红色	灰白色
	50	0.58	6.93	0.87	12.22	3.66	紫红色	灰白色
	60	0.59	6.83	0.97	12.14	3.55	紫红色	灰白色
	70	0.56	4.89	1.14	11.56	3.45	红褐色	黄红色
	80	0.58	4.91	1.18	10.42	3.47	红褐色	灰褐色
	85	0.57	4.16	1.23	9.62	3.37	黑褐色	灰褐色
晒干法	—	0.59	6.78	1.13	12.54	5.34	红褐色	灰白色

2.6 验证试验

取同批次鲜丹参分别按 40、50、60 °C 3 种烘干方法进行处理, 结果见表 2。可知 40~60 °C 烘干丹参中主要成分的量、水分、折干率、药材色泽等与表 1 相吻合, 且其主要成分的量、水分等均符合《中国药典》2010 年版丹参药材质量标准要求。

40~80 °C 干燥对丹参药材中丹参酮 II_A 影响不明显; 当温度高于 60 °C, 对丹酚酸 B 造成明显损失, 40~60 °C 干燥的丹参药材中丹酚酸 B 量高于晒干法, 且丹参酮 II_A 和丹酚酸 B 的量均符合《中国药典》2010 年版丹参药材质量标准要求。丹参素的量随着干燥温度的升高有所增加, 这主要是酚酸类成分遇热不稳定, 发生分解产生丹参素所致。

当干燥温度高于 70 °C 时, 对丹参的表面和断面色泽产生影响, 采用 40~60 °C 干燥所得丹参药材的表面和断面的色泽优于传统的晒干法。低温干燥不仅可减少有效成分的损失, 而且能保持药材油润, 表面和断面颜色鲜亮, 所以丹参药材的最佳加工方法为 40~60 °C 烘干。

2.7 丹参药材的不同贮藏方法及贮藏时间比较

取丹参鲜品约 20 kg, 按“2.1.2”项下 60 °C 快速烘干加工处理后, 分成 2 等份用包装袋密闭, 分别采用常温贮藏、常温避光贮藏(暗室中), 贮藏 0、1、2、4、6、9、12、18、24 个月, 并对不同贮藏时间丹参药材随机取样, 照《中国药典》2010 年版

表2 最佳干燥方法的验证试验结果

Table 2 Verification of optimum drying methods

温度 / °C	丹参酮 II _A / %	丹酚酸 B / %	丹参素 / %	水分 / %	折干率	表面颜色	断面颜色
40	0.57	7.20	0.67	12.25	3.61	紫红色	灰白色
40	0.56	7.21	0.68	12.23	3.60	紫红色	灰白色
40	0.58	7.19	0.67	12.24	3.61	紫红色	灰白色
50	0.58	6.93	0.87	12.22	3.66	紫红色	灰白色
50	0.57	6.92	0.88	12.20	3.68	紫红色	灰白色
50	0.57	6.93	0.87	12.21	3.65	紫红色	灰白色
60	0.58	6.83	0.98	12.14	3.55	紫红色	灰白色
60	0.58	6.83	0.97	12.13	3.54	紫红色	灰白色
60	0.59	6.82	0.98	12.12	3.55	紫红色	灰白色

一部丹参项下测定丹参酮 II_A、丹酚酸 B 和丹参素的量,以干燥品计算丹参酮 II_A、丹酚酸 B 和丹参素的质量分数,并进行分析比较,结果见表 3。

由表 3 可知,贮藏方法及贮藏时间不同,有效成分的量变化幅度及药材色泽不同,常温贮藏 24 个月丹参酮 II_A、丹酚酸 B 的量降低幅度最大,降幅达到 50%以上,且药材表明和断面颜色加深、变

暗。常温避光贮藏法丹参酮 II_A 和丹酚酸 B 降低较小,其降幅不超过 35%,药材色泽均保持基本不变,药材中主要成分量符合《中国药典》2010 年版丹参药材质量标准的要求。所以丹参药材的生产贮藏,从有效成分的损失、药材外观色泽变化及节约生产成本综合考虑,以常温避光贮藏不超过 24 个月为宜。

表 3 不同贮藏方法对丹参药材中丹参酮 II_A、丹酚酸 B 和丹参素的量及其表面、断面颜色等影响的比较 (n=3)

Table 3 Comparison on content of Tan II_A, salvianolic acid B, and danshensu, as well as surface and section color in SMRR stored with different methods (n=3)

贮藏方法	贮藏时间 / 月	丹参酮 II _A / %	丹酚酸 B / %	丹参素 / %	水分 / %	表面颜色	断面颜色
常温贮藏	0	0.56	6.90	0.68	12.14	紫红色	灰白色
	1	0.50	6.83	0.68	12.15	紫红色	灰白色
	2	0.47	6.80	0.66	12.14	紫红色	灰白色
	4	0.43	6.78	0.69	12.14	紫红色	灰白色
	6	0.40	6.61	0.68	12.16	紫红色	灰白色
	9	0.35	6.50	0.73	12.18	紫红色	灰白色
	12	0.33	6.28	0.76	12.23	红褐色	黄红色
	18	0.30	5.96	1.23	12.40	红褐色	黄红色
	24	0.27	3.28	1.35	12.51	黑褐色	灰褐色
常温避光贮藏	0	0.55	6.90	0.67	12.14	紫红色	灰白色
	1	0.58	6.86	0.67	12.14	紫红色	灰白色
	2	0.59	6.85	0.69	12.14	紫红色	灰白色
	4	0.53	6.86	0.70	12.15	紫红色	灰白色
	6	0.52	6.71	0.68	12.16	紫红色	灰白色
	9	0.47	6.56	0.65	12.17	紫红色	灰白色
	12	0.49	6.78	0.63	12.24	紫红色	灰白色
	18	0.39	6.36	0.83	12.48	紫红色	灰白色
	24	0.37	4.58	1.50	12.50	紫红色	灰白色

3 讨论

丹参的有效成分主要是水溶性的酚酸类和脂溶性的萜醌类。现代研究表明,丹参水溶性的酚酸类成分具有扩张冠状动脉、增加冠状动脉血流量、减慢心率、改善心肌缺氧之功效,此外丹参可抑制血小板凝集、抑制血小板的释放反应、降低血黏度、降低血脂、对抗红细胞聚集、减轻动脉粥样硬化、防止血栓形成和抗凝等作用^[8-14];丹参脂溶性成分具有抗菌、抗炎、神经系统保护以及抗心肌缺血、心肌保护和内皮细胞保护等心血管系统作用^[15]。而药材表面、断面颜色也和丹参品质好坏有关,故本实验以药材表面、断面颜色以及药材中丹参酮 II_A、丹酚酸 B 和丹参素的量为指标。

由于 1 年生丹参大多数为中丹参,因此,本实验均采用中等直径的鲜品丹参进行研究,粗和细丹参的干燥条件(具体参数)应该与中丹参有一定的区别,对于粗和细丹参干燥条件的具体参数有待进一步研究,为了保证丹参的品质,建议对丹参的干燥按照直径的粗细进行分类干燥。本实验所采用的干燥方法干燥后丹参的水分在 8.56%~12.54%。符合《中国药典》2010 年版丹参药材的水分检查的限量为“不得过 13.0%”的要求。

目前报道的药材干燥方法很多,有自然干燥(主要有风干、阴干、晒干)和人工干燥(主要有烘房法、远红外加热干燥法、微波干燥法、真空冷冻干燥、太阳能干燥和高压电场干燥),但丹参药材的加

工主要是传统的晒干法,易受气候、天气、场地等情况的制约,存在种种弊端,而远红外加热干燥法、微波干燥法、真空冷冻干燥、太阳能干燥和高压电场干燥与烘干法比较,烘干法设备要求相对简单,操作简单易行,特别适用于丹参药材的加工,采用烘房进行烘干,只要控制好相关的干燥参数,不仅克服了晒干法的种种弊端,而且在保证丹参品质的前提下又能快速的干燥丹参药材,因此,本实验中仅考察晒干法和烘干法。

参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2010.
- [2] 范开,王征,黄松,等. 不同干燥方式对丹参品质的影响 [J]. 天津中医药, 2012, 29(4): 389-391.
- [3] 唐晓清,余伯阳,王康才,等. 丹参采收后不同干燥法对丹参酮 II_A 和丹参素的影响 [J]. 中草药, 2005, 36(增刊): 254-256.
- [4] 贾存义. 不同干燥方法对丹参乙醇浸膏中丹参酮 II_A 含量的影响 [J]. 时珍国医国药, 2001, 12(3): 211-212.
- [5] 赵成,陈久红. 不同干燥和炮制方法对丹参中丹参酮 II_A 含量的影响 [J]. 安徽医药, 2004, 8(6): 410.
- [6] 邓寒霜,高宝云,王新军,等. 干燥方法对中药材丹参有效成分含量的影响 [J]. 商洛学院学报, 2007, 21(2): 54-56.
- [7] 潘雪梅,韦辉,刘毅,等. 不同产地丹参药材质量研究 [J]. 中草药, 2011, 42(9): 1833-1836.
- [8] 徐曼. 中药丹参酚酸类成分的体内过程及其相关制剂的质量分析研究 [D]. 北京: 北京大学, 2007.
- [9] 李琴,韩力培,李泽慧,等. 丹酚酸 B 通过抑制 MAPK 通路减轻大鼠脑缺血再灌注引起的血脑屏障损伤 [J]. 药学报, 2010, 45(12): 1485-1490.
- [10] 姜民,郭利平,周王怡,等. 丹酚酸 A 对局灶性脑缺血再灌注损伤大鼠 ICAM-1 表达的影响 [J]. 辽宁中医杂志, 2009, 36(3): 469-471.
- [11] 夏鑫华,刘梅,张志敏,等. 丹参中水溶性成分体外抗氧化活性研究 [J]. 中华中医药学刊, 2009, 27(5): 1085-1087.
- [12] 刘娟,刘颖. 丹参药理活性成分研究进展 [J]. 辽宁中医药大学学报, 2010, 12(7): 15-17.
- [13] 刘梅,夏鑫华,张志敏,等. 丹参素、原儿茶醛、咖啡酸和丹酚酸 B 体外抗氧化活性比较研究 [J]. 中药材, 2009, 32(2): 265-267.
- [14] 张向荣,潘卫三,胡军. 丹参对消化性溃疡的研究概况 [J]. 中草药, 2000, 31(8): 附 11-附 13.
- [15] 刘静,戴忠,王钢力,等. 丹参活性成分及相关分离分析方法研究进展 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(11): 288-295.