

## 醋蒸香附炮制工艺研究

陈华师<sup>1</sup>, 杨克义<sup>1</sup>, 郑芝銮<sup>1</sup>, 马兴田<sup>2</sup>, 许冬瑾<sup>2</sup>, 向飞军<sup>1\*</sup>

1. 广东康美药物研究院有限公司, 广东 广州 510006

2. 康美药业股份有限公司, 广东 普宁 515300

**摘要:** **目的** 建立醋香附蒸制炮制工艺, 为提高醋香附质量提供参考。**方法** 采用浸出物检测、挥发油定量检测分析方法, 考察辅料米醋稀释倍数、闷润时间、蒸制压力、蒸制温度及蒸制时间对醋香附质量的影响。**结果** 通过对不同炮制工艺得到的醋香附样品外观及指标成分测定比较, 表明取药物质量 20% 的米醋, 用米醋质量 20% 的水进行稀释搅匀, 闷润 70 h, 蒸制压力为 0.10 MPa, 蒸制温度为 110 °C, 蒸制时间为 4.5 h (大档) 或 4 h (小档), 效果最佳。**结论** 该炮制工艺稳定可靠, 相比《中国药典》2010 年版的炒制炮制工艺, 能更好地控制醋香附工艺参数, 为醋香附的炮制提供了科学依据。

**关键词:** 醋蒸香附; 炮制; 米醋; 挥发油; 浸出物; 蒸制

中图分类号: R283.1

文献标志码: A

文章编号: 0253-2670(2013)19-2693-03

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2013.19.012

## Optimization of processing technology for vinegar-steamed *Cyperi Rhizoma*

CHEN Hua-shi<sup>1</sup>, YANG Ke-yi<sup>1</sup>, ZHENG Zhi-luan<sup>1</sup>, MA Xing-tian<sup>2</sup>, XU Dong-jin<sup>2</sup>, XIANG Fei-jun<sup>1</sup>

1. Guangdong Kangmei Pharmaceutical Research Institute, Guangzhou 510006, China

2. Kangmei Pharmaceutical Co., Ltd., Pu'ning 515300, China

**Abstract:** **Objective** To establish the process technology for vinegar-steamed *Cyperi Rhizoma* and provide a reference for improving the quality of vinegar-steamed *Cyperi Rhizoma*. **Methods** Using extract detection, and volatile oil content detection analysis method, the influences of materials rice vinegar dilution times, moistening time, steamed pressure, temperature, and time on the quality of vinegar-steamed *Cyperi Rhizoma* were investigated. **Results** The appearance and index components of vinegar-steamed *Cyperi Rhizoma* obtained from different processing technologies were compared. The results showed that the best effect was obtained through taking the vinegar with 20% weight of medicine, diluting by the vinegar with 20% weight of water to homogenization, and moistening for 70 h under the condition of steaming pressure 0.10 MPa, temperature of 110 °C, steaming for 4.5 h (big medicinal materials) or 4 h (small medicinal materials). **Conclusion** The processing technology is stable and reliable. Compared with the processing technology in *Chinese Pharmacopoeia 2010*, the present technology could be better for the quality control of vinegar-steamed *Cyperi Rhizoma* and provide the scientific basis for processing vinegar-steamed *Cyperi Rhizoma*.

**Key words:** vinegar-steamed *Cyperi Rhizoma*; processing; vinegar; volatile oil; extract; steaming

《中国药典》2010 年版对醋香附的炮制进行了“照醋炙法(附录 II D)炒干”的规定<sup>[1]</sup>; 广东省炮制规范对香附的炮制方法的规定为“取净香附, 用醋拌匀, 闷润, 待醋被吸尽后, 蒸至透心, 取出, 干燥。”<sup>[2]</sup>。据文献报道, 对醋香附中  $\alpha$ -香附酮量的比较<sup>[3]</sup>及对香附药理作用影响的研究<sup>[4]</sup>, 结果表明醋蒸制法都要优于醋炙法, 且醋蒸制法要比醋炙法更易于掌控质量; 因此本实验根据地方(广东)炮

制规范进行炮制研究, 但相关文献对醋香附的蒸制炮制方法报道很少, 没有具体可量化炮制工艺参数, 无法指导实际生产。

为了考察不同因素对醋香附炮制品质量的影响, 本实验对醋香附炮制工艺进行研究, 以颜色、断面、气味为外在指标, 以挥发油的量为内在指标, 考察不同炮制工艺对外观及挥发油量的影响, 优选最佳醋香附炮制工艺, 为规范中药饮片的生产加工

收稿日期: 2013-02-20

基金项目: 国家发改委“现代中药高技术产业专项”; 优质特色饮片的规范化生产和过程控制示范项目(发改办高技[2011]51号); 广东省 2010 现代中药产业发展专项(粤经信创新[1017]号)

作者简介: 陈华师(1980—), 男, 湖北丹江口人, 硕士, 研究方向为中药炮制工艺规范化及其质量标准研究。E-mail: chenhuas4@163.com

\*通信作者 向飞军 Tel: (020)39389798 E-mail: kmyfzx@126.com

提供参考,为研究和制定醋香附质量标准提供理论依据。

## 1 仪器与试药

LPZH—100KBG 型立式压力蒸汽灭菌器(上海申安医疗器械厂); DHG—9145A 型电热恒温鼓风干燥箱(沪越科学实验仪器厂); Sartorius BS—500S 电子天平、Sartorius TE601—L/FA2104 电子天平(德国 Sartorius 集团); HY—2 往复式振动器(广州市科迅实验器材有限公司); 药典筛。炮制用香附药材 *Cyperi Rhizoma* 为经撞擦去尽毛须的光香附(购于山东,批号 20120111,经康美药业股份有限公司质量管理部刘茂贵博士鉴定为莎草科植物莎草 *Cyperus rotundus* L. 的干燥根茎); 米醋(批号 20120617,总酸度  $\geq 3.5$  g/100 mL)由康美药业股份有限公司提供; 50%乙醇试剂为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 物料的准备

对原料香附进行大小分档,筛去碎屑,拣去砂石、异物等杂质,筛上的药材进行下一工序的炮制,选取 3 目筛上为大档,3 目筛下 6 目筛上为小档,6 目筛下均为碎屑和药材碎块,做次品处理,使饮片质量相对均一,便于进一步炮制。将装有粗选好香附的竹筐放入洗药池内,用饮用水快速冲洗 3~5 min,去除表面泥土、杂质即可。

### 2.2 米醋稀释倍数、闷润时间的考察

取香附药材(大档)200 g 4 份,分别标为 1~4 号待用。依照表 1 方法调配米醋液,并加入药材中拌匀,加盖静置,每隔 15 min 拌匀 1 次,并记录润

湿情况。结果发现随着溶液量的增加,样品的吸收能力先升高后下降,结果表明取药物质量 20% 的米醋,用药物质量 20% 的水进行稀释,搅匀,闷润 70 h,可使药物润透无伤水(中药材伤水是指药材在水处理时由于时间过长、浸润过度,致使药材所吸水分过多,从而造成药材有效成分流失,甚至霉烂变质,又不易切制的现象<sup>[5]</sup>)。

另取香附大档、小档各 3 份,按 2 号方法加入相同比例的米醋液闷润,发现大档、小档对米醋的吸收量及闷润时间并无明显差别,结果表明,取药物质量 20% 的米醋,用药物质量 20% 的水进行稀释,搅匀,闷润 70 h 为最佳稀释、闷润工艺。

### 2.3 蒸制压力及温度的考察

取按照最佳工艺,已用米醋闷润好的香附(大档)4 份,标记为 1~4 号待用。依照表 2 方法蒸制。

发现压力的高低对炮制品外观影响较大,且温度随压力的升高而升高,另药材随蒸制时间的延长而外观颜色会变深。

另取闷润好的香附大、小档各 3 份,在蒸制压力为 0.10 MPa、蒸制温度为 110 ℃ 条件下,蒸制相同的时间,发现大、小档对蒸制压力和蒸制温度并无明显差别,结果表明选择蒸制压力为 0.10 MPa、蒸制温度为 110 ℃ 为最佳工艺。

### 2.4 浸出物定量测定

按《中国药典》2010 年版一部附录 XA 项下浸出物定量测定方法(热浸法)进行。精密称取生品及不同炮制方法的香附样品 2 g,置三角瓶中,精密加入 50%乙醇 50 mL,加盖,密塞,称定质量,浸

表 1 辅料米醋稀释倍数、闷润时间的考察

Table 1 Investigation on vinegar dilution times and moistening time

| 编号 | 米醋量 / g | 加水量 / g | 闷润时间 / h | 结 果                                     |
|----|---------|---------|----------|-----------------------------------------|
| 1  | 40      | 30      | 60       | 米醋液被吸尽,掰开断面发现内心干,药物未润透                  |
| 2  | 40      | 40      | 70       | 米醋液被吸尽,掰开断面发现内心湿润,药物已润透                 |
| 3  | 40      | 50      | 75       | 容器底部还有少部分米醋液未被吸尽,掰开断面发现内心湿润,药物已润透       |
| 4  | 40      | 60      | 80       | 容器底部还有大部分米醋液未被吸尽,掰开断面发现内心湿润,药物已润透但有部分伤水 |

表 2 蒸制压力及温度的考察

Table 2 Investigation on steaming pressure and temperature

| 编号 | 蒸制压力 / MPa | 蒸制温度 / ℃ | 蒸制时间 / h | 结 果                       |
|----|------------|----------|----------|---------------------------|
| 1  | 0.08       | 105      | 4        | 炮制品颜色较浅                   |
| 2  | 0.10       | 110      | 4        | 炮制品颜色正常(外表呈黑褐色,切面黄棕色或红棕色) |
| 3  | 0.11       | 115      | 4        | 炮制品外表颜色偏深                 |
| 4  | 0.12       | 120      | 4        | 炮制品外表颜色偏深且有不同程度焦糊味        |

泡1 h, 加热回流微沸1 h, 补足减失的质量, 迅速滤过, 精密吸取滤液25 mL至恒定质量的蒸发器中, 水浴蒸干, 于105℃干燥3 h, 放冷, 称定质量, 计算浸出物的量。

## 2.5 挥发油的检测

按《中国药典》2010年版一部附录XD挥发油测定方法进行。取香附生品粗粉及上述香附粗粉各100 g, 置1 L烧瓶中, 加水500 mL及玻璃珠数粒, 振摇混合后, 连接挥发油测定器及回流冷凝管, 按照挥发油测定方法进行操作, 最后读取挥发油体积, 计算挥发油的量。

## 2.6 蒸制时间的考察

分别对大、小档进行蒸制时间的考察。取已用米醋闷润好的香附药材大档和小档各5份, 大档标记为1~5号, 小档标记为6~10号待用。在蒸制压力为0.10 MPa, 蒸制温度为110℃的条件下, 分别蒸制3.5、4、4.5、5、5.5 h, 取出晾干, 进行浸出物和挥发油的量测定。结果见表3。可知, 所有的样品浸出物的量(不得少于13.0%)和挥发油的量(不得少于0.8%)测定结果均符合《中国药典》标准, 但其中样品3和7在蒸制压力为0.10 MPa, 蒸制温度为110℃的条件下, 大档蒸制4.5 h, 小档蒸制4 h, 其浸出物和挥发油的量最高; 因此, 选择大档蒸4.5 h, 小档蒸4 h为最佳蒸制时间。

## 2.7 药典炮制方法

取香附药材200 g, 照醋炙法(《中国药典》2010

年版一部附录II D) 加40 g米醋拌匀, 闷透, 置炒制容器内, 炒至表面黑褐色时取出, 放凉。测定浸出物和挥发油量, 结果见表3。

## 2.8 验证试验

称取已经分好大小档的香附药材各3份, 取米醋质量为药物质量的20%, 用水的质量为药物质量的20%进行稀释, 搅匀, 闷润70 h, 在蒸制压力为0.10 MPa、蒸制温度为110℃条件下, 大档蒸制4.5 h, 小档蒸制4 h, 进行验证, 结果所得到的醋香附均表现为外表呈黑褐色, 切面黄棕色或红棕色, 浸出物的平均量为17.33%, RSD为2.06%; 挥发油的平均量为16.8 μL/g, RSD为2.29%。

## 3 讨论

通过检测, 炮制品醋香附所有样品虽符合规定, 但结合样品的外在指标, 最佳的内在指标以及车间实际生产, 可以选取药物质量20%的米醋, 用米醋质量20%的水稀释搅匀, 闷润70 h, 蒸制压力为0.10 MPa, 蒸制温度为110℃, 蒸制4.5 h(大档)或4 h(小档)为最佳炮制工艺。

文献报道<sup>[6-7]</sup>及《中国药典》2010年版里醋香附的炮制方法为醋炙法, 而本实验采用蒸制炮制方法; 2种不同的方法所炮制出来的炮制品, 其检测结果相差甚微, 均符合《中国药典》标准; 采用炒炙法所需要的时间较短, 但经过炒炙后的醋香附炮制品并不均一, 有些药材已被炒焦, 而部分药材外观性状并未改变, 形如生药材, 且《中国药典》所提供的炮制方法并无具体炮制参数, 炮制时较为主观, 而采用蒸制方法能更好地控制蒸制的温度、时间以及蒸制的压力, 使炮制的工艺参数更稳定且易于控制, 方便车间大批量的生产, 适应于现代化大生产。

## 参考文献

- [1] 中国药典[S]. 一部. 2010.
- [2] 广东省中药炮制规范[S]. 1984.
- [3] 胡志方, 谢颖, 胡律江, 等. 香附不同炮制方法的品质比较[J]. 江西中医学院学报, 2010, 22(6): 48-49.
- [4] 龚千锋. 中药炮制学[M]. 北京: 中国中医药出版社, 2003.
- [5] 张家连. 中药材伤水及预防处理措施[J]. 中外医疗, 2009, 28(3): 121.
- [6] 李英霞, 韩莉, 藏晔, 等. 香附醋炙前后总黄酮含量研究[J]. 中成药, 2011, 33(2): 361-363.
- [7] 鲁湘鄂, 许腊英, 汪洪武, 等. 醋炙香附炮制工艺研究[J]. 西北药学杂志, 2007, 22(2): 58-59.

表3 香附不同炮制品浸出物及挥发油量的测定结果

Table 3 Determination of extract and volatile oil in different processed *Cyperi Rhizoma* products

| 样 品  | 浸出物 / % | 挥发油 / (μL·g <sup>-1</sup> ) |
|------|---------|-----------------------------|
| 生品   | 14.67   | 13.0                        |
| 药典方法 | 13.34   | 11.7                        |
| 1    | 15.26   | 12.5                        |
| 2    | 14.56   | 11.5                        |
| 3    | 17.31   | 17.5                        |
| 4    | 15.89   | 15.0                        |
| 5    | 13.49   | 15.5                        |
| 6    | 15.42   | 14.5                        |
| 7    | 17.40   | 16.5                        |
| 8    | 14.49   | 16.0                        |
| 9    | 14.69   | 15.5                        |
| 10   | 13.20   | 13.5                        |