

建昌帮蜜糠炒白术炮制工艺优化

王文凯, 翁 萍, 张晓婷, 杨 梅

江西中医药大学, 江西 南昌 330004

摘要: 目的 优选建昌帮蜜糠炒白术的炮制工艺。方法 以白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III、苍术酮、醇浸出物质量分数为指标, HPLC 法及《中国药典》2010 年版中的醇浸出物法测定各个指标, 采用 $L_9(3^4)$ 正交试验, 确定其最佳炮制工艺参数: 蜜糠用量、炒制温度和炒制时间。结果 蜜糠炒白术的最佳工艺: 辅料蜜糠用量为 50% (占药材质量的百分比), 炒制温度为 200 °C, 炒制时间为 5 min。结论 最佳炮制工艺经验证, 稳定可行。

关键词: 白术; 建昌帮; 蜜糠; 炮制工艺; 白术内酯 I; 白术内酯 II; 白术内酯 III; 苍术酮; 醇浸出物

中图分类号: R283.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 0253-2670(2015)06-0857-04

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2015.06.013

Optimization of processing technology for *Atractylodis Macrocephalae Rhizoma* fried with honey rice chaff in Jian Chang Bang

WANG Wen-kai, WENG Ping, ZHANG Xiao-ting, YANG Mei

Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330004, China

Abstract: Objective To optimize the processing technology of *Atractylodis Macrocephalae Rhizoma* fried with honey rice chaff in Jian Chang Bang. **Methods** With the contents of atractylenolide I, atractylenolide II, atractylenolide III, atractylone, and alcohol extract as indexes, which were determined by HPLC and alcohol extract method in *Pharmacopoeia 2010* edition, $L_9(3^4)$ orthogonal test was used to determine the best processing technology. **Results** The optimum processing technology of *Atractylodis Macrocephalae Rhizoma* fried with honey rice chaff was as following: the amount of honey rice chaff 50%, frying temperature 200 °C, and frying time 5 min. **Conclusion** The optimum processing technology is stable and feasible by verification.

Key words: *Atractylodis Macrocephalae Rhizoma*; Jian Chang Bang; honey rice chaff; processing technology; atractylenolide I; atractylenolide II; atractylenolide III; atractylone; alcohol extract

“建昌帮”发祥于江西南城县,是我国南方古药帮和中药炮制的重要流派之一,以擅长传统饮片加工炮制、药材集散交易著称,与“樟树帮”合称为江西帮,为全国 13 个大药帮之一。药界至今还有“药不到樟树不齐,药不过建昌不灵”之说。

目前《中国药典》2010 年版收录了麸炒白术^[1],近年,进行了麸炒白术系列研究^[2-3]。而建昌帮白术炮制品有漂白术、蜜糠炒白术、土炒白术、焦白术等,建昌帮的炮制工艺、炮制辅料及炮制工具都颇具特色,如在辅料方面,选料独特,其中犹以辅料砻糠的运用最具特色、用途最广,有蜜糠炙、糠煨、糠炒 5 种特色炮制方法,使“南糠北麸”成为南北药帮炮制流派的一个显著区别^[4]。

但是,传统特色炮制工艺的可控性差,经验性强,为了减少主观因素,增加客观控制指标,本实验对建昌帮蜜糠炒白术炮制过程中的具体参数进行考察,以规范建昌帮特色炮制工艺。

1 仪器与材料

Dionex UltiMate 3000 高效液相色谱仪,赛默飞世尔科技公司;PDA-3000 二极管阵列紫外检测器;Chromeleon 工作站;Sartorius 万分之一电子天平、Sartorius 十万分之一电子天平,梅特勒-托利多仪器上海有限公司;JZX-9070MBE 数显鼓风干燥箱,上海博迅实业有限公司医疗设备厂;Raytek Raynger ST20 红外测温仪,美国 Raytek 公司。SRE 52CS 旋转蒸发仪,上海亚荣生化仪器厂;HH-S 恒温水浴锅,

收稿日期: 2014-11-25

基金项目: 江西中医药大学樟帮、建昌帮炮制技术传承研究专项 (2012ZX3004)

作者简介: 王文凯,男,教授,研究方向为中药炮制工艺及饮片质量控制研究。E-mail: jxwwkx@163.com

江苏省金坛市医疗仪器厂；中药粉碎机，长沙旭朗粉碎机械有限公司；KQ-5200 型数控超声波清洗器，昆山市超声仪器有限公司。

白术 *Atractylodes Macrocephalae Rhizoma*，产自浙江磐安，经江西中医药大学赖学文教授鉴定为菊科植物白术 *Atractylodes macrocephala* Koidz. 的干燥根茎；蜂蜜，上海冠生园蜂制品有限公司，批号 134245H2；谷糠，购自南昌市郊区一农家；白术内酯 I（批号 130617，质量分数 $\geq 98\%$ ）、白术内酯 II（批号 130522，质量分数 $\geq 98\%$ ）、白术内酯 III（批号 130526，质量分数 $\geq 98\%$ ），四川省维克奇生物科技有限公司；苍术酮，批号 130329，质量分数 $\geq$

98%，四川普菲德生物科技有限公司；甲醇，色谱纯，西陇化工股份有限公司；乙醇，分析纯，天津市恒兴化学试剂制造有限公司。

2 方法与结果

2.1 白术内酯及苍术酮定量测定

2.1.1 色谱条件 色谱柱为 Hypersil ODS2 柱 (250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m)，苍术酮流动相为甲醇-水 (95:5)，体积流量 1 mL/min，柱温 30 $^{\circ}$ C；白术内酯 I、II、III 流动相为甲醇-水 (65:35)，体积流量 1 mL/min，柱温 30 $^{\circ}$ C；白术内酯 I、白术内酯 III、苍术酮检测波长为 220 nm，白术内酯 II 检测波长为 276 nm，进样量 10 μ L，色谱图见图 1。

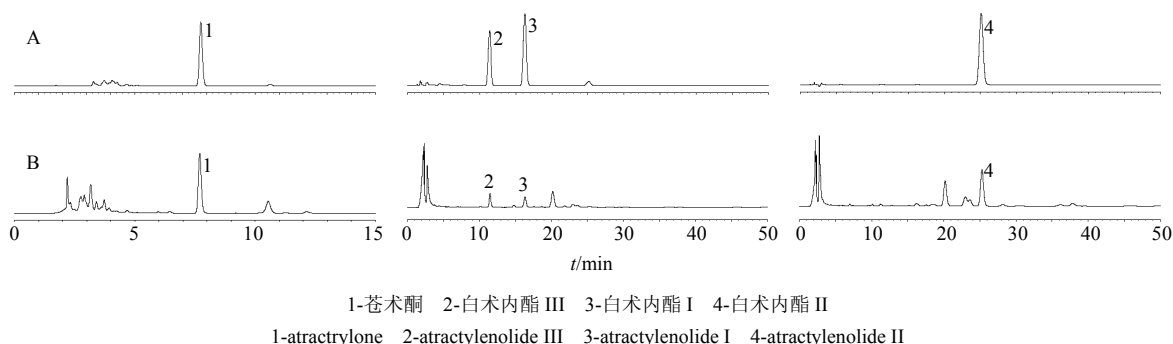


图 1 对照品 (A) 及白术样品 (B) 的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC of reference substance (A) and sample of *Atractylodes Macrocephalae Rhizoma* (B)

2.1.2 对照品溶液的制备

(1) 对照品储备溶液制备：精密称取苍术酮对照品 16.52 mg 于 10 mL 量瓶中，加甲醇定容制成苍术酮质量浓度为 1.652 mg/mL 的对照品储备溶液；分别称取对照品白术内酯 I 5.23 mg、白术内酯 II 4.93 mg、白术内酯 III 6.06 mg 于 3 个 25 mL 量瓶中，加甲醇定容制成白术内酯 I、II、III 对照品储备溶液，其质量浓度分别为 209.2、197.2、242.4 μ g/mL。

(2) 对照品溶液制备：精密量取苍术酮对照品储备溶液 1.25 mL 于 25 mL 量瓶中，加甲醇定容制成苍术酮质量浓度为 82.6 μ g/mL 的对照品溶液；分别精密量取白术内酯 I、II、III 对照品储备溶液各 1 mL 于 10 mL 量瓶中，加甲醇定容制成白术内酯 I、II、III 质量浓度分别为 20.92、19.72、24.24 μ g/mL 的混合对照品溶液。

2.1.3 供试品溶液的制备 取白术生品及其炮制品适量，粉碎，过 4 号筛，分别取样品粉末 0.5 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 10 mL，称定质量，超声 30 min 后，称定质量，用甲醇补足

膜，即得。

2.1.4 线性关系考察 精密吸取苍术酮对照品溶液 5、10、15、20、25、30 μ L，按“2.1.1”项色谱条件进样，记录色谱峰面积。以峰面积为纵坐标 (Y)，对照品质量为横坐标 (X)，进行线性回归，回归方程为 $Y=85.293 X+1.155 8$ ， $r=0.999 9$ ，结果表明，苍术酮在 0.413~2.478 μ g 呈良好的线性关系。精密吸取白术内酯混合对照品溶液 2、5、8、10、15、20 μ L，按上述方法操作，得白术内酯 I 回归方程 $Y=66.770 X-0.030 6$ ， $r=0.999 7$ ，结果表明白术内酯 I 在 41.84~418.4 ng 呈良好的线性关系；白术内酯 II 回归方程 $Y=86.245 X-0.134 5$ ， $r=0.999 9$ ，结果表明，白术内酯 II 在 39.44~394.4 ng 呈良好的线性关系；白术内酯 III 回归方程 $Y=40.825 X-0.085 6$ ， $r=0.999 9$ ，结果表明，白术内酯 III 在 48.48~484.8 ng 呈良好的线性关系。

2.1.5 精密度试验 精密吸取各对照品溶液 10 μ L，连续进样 6 次，测定峰面积，得到苍术酮、白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 峰面积的 RSD 分别为 0.49%、0.09%、0.06%、0.03%，表明仪器

精密度良好。

2.1.6 稳定性试验 精密称取生白术粉末 0.5 g, 按“2.1.3”项下操作制备供试品溶液, 在“2.1.1”项色谱条件下测定, 分别在 0、3、6、12、15、24 h 进样 10 μ L, 记录色谱峰面积, 得到苍术酮、白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 峰面积的 RSD 分别为 0.03%、0.01%、0.06%、0.17%, 表明供试品溶液在 24 h 内稳定性良好。

2.1.7 重复性试验 精密称取生白术粉末 0.5 g 共 6 份, 按“2.1.3”项下操作制备供试品溶液, 在“2.1.1”项色谱条件下测定, 记录色谱峰面积, 计算质量分数, 得到苍术酮、白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 质量分数的 RSD 分别为 0.49%、0.92%、1.12%、1.19%, 符合分析要求, 说明该方法重复性良好。

2.1.8 加样回收率试验 精密称取已知质量分数的生白术粉末 (苍术酮、白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 质量分数分别为 3.778、0.190、0.165、0.441 mg/g) 6 份, 分别加入苍术酮、白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 的对照品储备溶液 1.25、0.5、0.5、1.0 mL, 按“2.1.3”项方法制备, 在“2.1.1”项色谱条件下测定, 进样量 10 μ L, 计算回收率, 得到苍术酮、白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 的平均回收率分别为 98.99%、98.90%、99.90%、99.34%, RSD 分别为 0.78%、1.24%、0.32%、0.56%, 表明此方法回收率较好。

2.1.9 样品测定 取正交试验制备的 9 份蜜糠炒白

术样品, 按“2.1.3”项下操作制备供试品溶液, 按“2.1.1”项色谱条件进样测定, 测得各个指标成分的峰面积, 计算其质量分数, 结果见表 1。

2.2 白术醇溶性浸出物测定

取正交试验制备的 9 份蜜糠炒白术样品粉末各 2 g, 精密称定, 置 150 mL 锥形瓶中, 精密加入 60% 乙醇溶液 80 mL, 按《中国药典》2010 年版一部^[2]醇溶性浸出物测定法 (附录 X A) 项下的热浸法测定, 结果见表 1。

2.3 正交试验优选

2.3.1 白术药材的炮制 先将锅预热至锅底微红, 撒入一定量蜜糠至冒烟时, 投入干燥白术片, 在一定温度下不断翻炒一定的时间, 至药片松脆易折, 呈黄色, 透香气, 取出, 筛去蜜糠及灰屑, 趁热入容器内密闭转橘黄色时即得。

蜜糠的制备: 取净糠加蜜水 (定量的炼蜜加适量开水稀释, 净糠每 100 kg, 用炼蜜 20 kg), 文火加热炒至表皮光亮, 色泽加深, 微粘手, 取出摊凉。

2.3.2 正交试验设计 通过文献资料并结合预试验确定因素水平。选择蜜糠用量 (A, 占药材质量的百分比)、炒制温度 (B)、炒制时间 (C) 为考察因素, 以白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III、苍术酮、醇浸出物质量分数为指标, 按 $L_9(3^4)$ 安排正交试验, 试验设计与结果见表 1。

用综合加权评分法对其进行评价, 白术内酯 I 的权重系数为 0.3、白术内酯 II、白术内酯 III、苍术

表 1 $L_9(3^4)$ 正交试验设计与结果
Table 1 Design and results of $L_9(3^4)$ orthogonal test

试验号	A/%	B/ $^{\circ}$ C	C/min	D(空白)	质量分数/%				醇浸出物/%	综合评分
					白术内酯 I	白术内酯 II	白术内酯 III	苍术酮		
1	40 (1)	170 (1)	3 (1)	(1)	0.017	0.013	0.036	0.278	43.26	40.71
2	40 (1)	200 (2)	5 (2)	(2)	0.020	0.021	0.048	0.307	42.20	54.58
3	40 (1)	230 (3)	7 (3)	(3)	0.018	0.017	0.044	0.262	44.76	49.84
4	50 (2)	170 (1)	5 (2)	(3)	0.019	0.022	0.052	0.372	49.48	53.75
5	50 (2)	200 (2)	7 (3)	(1)	0.021	0.021	0.050	0.306	45.23	57.26
6	50 (2)	230 (3)	3 (1)	(2)	0.023	0.022	0.044	0.328	42.70	56.67
7	60 (3)	170 (1)	7 (3)	(2)	0.016	0.016	0.035	0.355	45.11	38.04
8	60 (3)	200 (2)	3 (1)	(3)	0.019	0.018	0.047	0.298	44.30	51.12
9	60 (3)	230 (3)	5 (2)	(1)	0.024	0.019	0.049	0.358	47.29	56.43
K_1	48.37	44.17	49.50	51.47						
K_2	55.89	54.32	54.92	49.76						
K_3	48.53	54.31	48.38	51.57						
R	7.52	10.15	6.54	1.81						

酮权重系数各为 0.2, 醇浸出物权重系数为 0.1, 苍术酮测得评分 = $-x_i/x_{\max} \times 0.2 \times 100$, 其余各项评分均为 $y = x_i/x_{\max} \times \text{权重系数} \times 100$, 总分为各项指标评分的总和。结果见表 1, 方差分析见表 2。

表 2 方差分析

Table 2 Analysis of variance

方差来源	偏差平方和	自由度	F 值	显著性
A	110.742	2	17.931	P<0.05
B	206.045	2	33.362	
C	73.402	2	11.885	
D (误差)	6.176	2		

表 3 验证试验结果

Table 3 Results of verification

批次	白术内酯 I/%	白术内酯 II/%	白术内酯 III/%	苍术酮/%	醇浸出物/%
1	0.023	0.020	0.047	0.293	49.20
2	0.020	0.022	0.048	0.299	47.66
3	0.023	0.021	0.050	0.317	48.71

3 讨论

白术生品含挥发油较多, 可用于燥湿, 而炒制品则可利用内酯类或其他成分达到和胃或消导等其他作用^[5], 所以, 白术炒制后可缓和燥性, 增强健脾作用。郝延军等^[6-7]研究白术内酯 I、III 对脾虚大鼠胃肠道吸收影响和对酶活性的影响, 都表明白术内酯 I 是健脾运脾的有效成分之一。李伟等^[8]以唾液淀粉酶活性、家兔小肠对营养物质的吸收以及家兔离体肠管的作用为指标, 对白术内酯 I、白术内酯 III 进行活性研究, 结果表明白术内酯 I 具有较强的增强唾液淀粉酶活性、促进肠管吸收、调节肠道功能的作用。所以, 综合评分时将白术内酯 I 设定的权重系数较高, 设为 0.3, 白术内酯 II、白术内酯 III、苍术酮都为 0.2, 经蜜糠炮制后, 炮制品苍术酮质量分数明显较生品 (3.778 mg/g) 降低, 根据白术“减酮减燥、增酯增效”的炮制理论^[9], 苍术酮设为负数, 醇浸出物作为一类总成分评价的参考指标, 故设为 0.1。综合评分得到最佳炮制工艺, 即蜜糠用量为 50%, 炒制温度为 200 °C, 炒制时间为 5 min。

糠为稻谷的外壳, 其色谷黄, 性温, 入脾胃经, 具健脾祛湿作用。蜜糠炒制, 取糠和蜂蜜的性能, 增强药物滋补健脾的功效。故蜜糠炒白术可借谷糠之气以增强芳香醒脾和胃作用。与《中国药典》2010 年版^[1]记载的麸炒白术相比, 在炮制药材过程中发

由上述直观分析可知, 影响因素的大小顺序为 B>A>C, 方差分析表明 B 因素对试验结果具有显著影响。取各因素较高水平的组合, 得到最佳工艺条件为 A₂B₂C₂, 即蜜糠用量为 50%, 炒制温度为 200 °C, 炒制时间为 5 min。

2.4 验证试验

取适量大小均匀的生白术饮片 3 份, 采取优选出的工艺条件进行炮制, 白术内酯 I、II、III 及苍术酮、醇浸出物的测定及综合评分结果见表 3。可见其均值分别为 0.022%、0.021%、0.048%、0.303%、48.52%, 综合评分均值为 58.57, 说明优选的最佳炮制工艺稳定、可行。

现蜜糠炒白术受热更均匀, 这可能与谷糠表面积较大且用量较麦麸多有关。另外, 蜜糠炒制后的白术色泽更黄, 这可能与蜜糠更容易着色有关。从而, 蜜糠炒白术与目前主流炮制方法相比是颇具特色的一种炮制方法。

参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2010.
- [2] 段 启, 马兴田, 李彩萍, 等. 麸炒白术炮制工艺优选 [J]. 中草药, 2008, 39(10): 1504-1506.
- [3] 赵文龙, 吴 慧, 贾天柱. 麸炒白术的炮制工艺优化 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2013, 194(8): 7-10.
- [4] 张金莲, 曾昭君, 潘旭兰, 等. 苍术在建昌帮中药炮制中的应用 [J]. 中草药, 2013, 44(21): 3092-3094.
- [5] 叶定江, 原思通. 中药炮制学辞典 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 2005.
- [6] 郝延军, 桑育黎, 王 勒, 等. 白术内酯 I、III 对脾虚大鼠胃肠道消化吸收的影响 [A] // 中华中医药学会第五届中药炮制分会学术会议论文集 [C]. 普宁: 中华中医药学会中药炮制分会, 2005.
- [7] 郝延军, 桑育黎, 李宝林, 等. 白术内酯 I、III 对唾液淀粉酶活性的影响 [A] // 中华中医药学会第五届中药炮制分会学术会议论文集 [C]. 普宁: 中华中医药学会中药炮制分会, 2005.
- [8] 李 伟, 文红梅, 崔小兵, 等. 白术健脾有效成分研究 [J]. 南京中医药大学学报, 2006, 22(6): 366-367.
- [9] 郝延军. 白术的炮制原理研究 [D]. 沈阳: 辽宁中医药大学, 2006.