

岭南特色饮片酒巴戟天的炮制工艺研究

刘劲涛^{1,2}, 钟捷翎³, 于天颖³, 周劲松^{3*}, 马恩耀³, 罗文英⁴, 孔箭⁴

(1.广州白云山中药饮片有限公司, 广东 广州 510360; 2.广州采芝林药业有限公司, 广东 广州 510360; 3.广东汉潮中药科技有限公司, 广东 广州 510360)

摘要: 目的: 通过单因素试验确定岭南特色饮片酒巴戟天的炮制工艺。方法: 选取辅料(黄酒)用量、闷润时间、炒制温度作为考察因素, 以耐斯糖和水溶性浸出物含量为评价指标, 分析其在不同条件下的变化趋势, 确定最佳炮制工艺参数。结果: 酒巴戟天的最佳炮制工艺参数为: 辅料用量为 10%, 闷润 1 h, 150 °C 炒制。结论: 优化后的岭南特色饮片酒巴戟天炮制工艺合理可行, 可为工业化生产提供依据。
关键词: 酒巴戟天; 炮制工艺; 单因素试验

巴戟天为茜草科植物巴戟天 *Morinda officinalis* How 的干燥根, 味甘、辛, 性微温, 具有补肾阳, 强筋骨, 祛风湿的功效, 用于治疗阳痿遗精, 宫冷不孕, 月经不调, 少腹冷痛, 风湿痹痛, 筋骨痿软等[1]。历史上巴戟天炮制方法众多, 有净制(含去心)、切制、药汁制、酒制、米制、面制、盐制、油制、火炮、炒制等[2]。这些炮制方法中, 酒制是巴戟天除去心净制外形成的最早的、且是记载最多的炮制方法。据统计[3], 清及清以前载有巴戟天炮制的古籍有 68 本, 其中载有酒制者 45 本, 占比高达 66%。巴戟天酒制后温肾助阳、祛风湿、通经活络之功增强, 在临床诊疗中有其独到之处, 所以沿用至今, 并被现行标准河南省、广东省、福建省的炮制规范收载[4-6]。酒制巴戟天虽然在古代临床诊疗中地位较高, 现代研究却很少, 且集中于酒制巴戟天与其他巴戟天炮制品化学成分[7-10]的比较, 有关酒巴戟天炮制工艺研究的文献仅见 1 篇[11], 该文献采用的炮制方法为酒蒸法。本研究与文献[11]相比, 所用炮制方法为《广东省中药饮片炮制规范》规定的酒炙法(取除去木心的净巴戟天, 加入定量酒拌匀, 闷润, 待酒被吸收后, 置炒制容器内, 用文火加热, 炒干, 取出摊凉, 筛去碎屑。), 采用单因素优选法对岭南特色饮片酒巴戟天的炮制工艺参数进行优选, 确定酒巴戟天的最佳炮制工艺。

1. 材料

1.1 试剂与试药

甲醇(色谱纯, 美国 Fisher 公司), 水为超纯水。耐斯糖对照品(中国食品药品检定研究院, 批号: 111891-201704)。黄酒(酒精度: ≥8.0%vol, 广州市番禺区鹤山酒厂)。净巴戟天, 购自广东德庆, 经广东药科大学李书渊教授鉴定为茜草科植物巴戟天 *Morinda officinalis* How 去除木心的干燥根, 符合《中国药典》2020 年版相关质量标准。

1.2 仪器与设备

UltiMate3000 高效液相色谱仪(赛默飞世尔科技公司); UM5800 蒸发光散射检测器(上海通微分析技术有限公司); BSA224S-CW 电子天平(Sartorius 公司); C21-simple103 电磁炉(广东美的生活电器制造有限公司); EC1232P02 炒锅(浙江苏泊尔股份有限公司); MT-4612 测温枪(宝工实业股份有限公司); GZX-9070 数显鼓风干燥箱(上海博迅实业有限公司医疗设备厂); HH-6 型数显恒温水浴锅(常州澳华仪器有限公司)。

2. 实验方法

2.1 耐斯糖含量的测定[1]

2.1.1 色谱条件: Venusil XBP C18 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 以蒸发光散射检测器检测, 漂移管温度 75 °C, 载气流速 2.5 ml/min; 流动相: 甲醇-水(3: 97); 流速 1.2 ml/min, 柱温 35 °C, 进样量为 10 μl。

2.1.2 对照品溶液的制备: 取耐斯糖对照品适量, 精密称定, 加流动相制成每 1 ml 含 0.2 mg 的溶液, 即得。

2.1.3 供试品溶液的制备: 取样品粉末(过三号筛) 0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入流动相 50 ml, 称定重量, 沸水浴中加热 30 min, 放冷, 再称定重量, 用流动相补足减失的重量, 摇匀, 放置, 取上清液滤过, 取续滤液, 即得。

2.1.4 测定法: 分别精密吸取对照品溶液 10 μl、30 μl, 供试品溶液 10 μl, 注入液相色谱仪, 测定, 见图 1、图 2, 用外标两点法对方程计算, 即得。

以干燥品计算供试品中耐斯糖的含量。

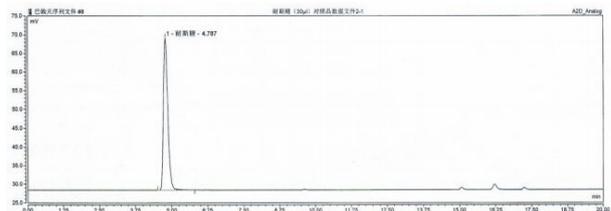


图 1 耐斯糖对照品色谱图

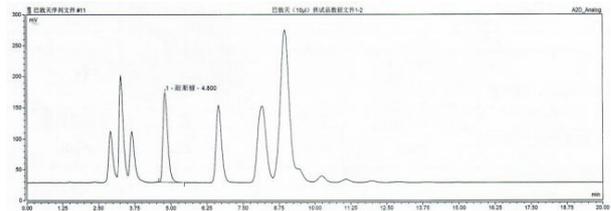


图 2 巴戟天供试品色谱图

2.2 水溶性浸出物含量的测定

照《中国药典》2020 年版四部 通则 2201 浸出物测定法之水溶性浸出物测定法项下的冷浸法测定。以干燥品计算供试品中水溶性浸出物的含量。

2.3 水分测定

照《中国药典》2020 年版四部 通则 0832 水分测定法之第二法(烘干法)测定。

2.4 酒巴戟天炮制工艺单因素优选试验

以辅料(黄酒)用量(%)、闷润时间(h)、炒制温度(°C)为考察因素, 每个因素 4~5 个水平, 见表 1。

表 1 酒巴戟天炮制工艺因素水平表

水平	因素		
	辅料用量(%)	闷润时间(h)	炒制温度(°C)
1	5	0.5	100
2	10	1	150
3	12	1.5	200
4	15	2	250
5	20	4	/

2.4.1 辅料用量考察

取净巴戟天段 500 g, 分别按 5%、10%、12%、15%、20% 的比例加入黄酒拌匀, 闷润 1 h 后, 置炒锅内, 在 150 °C ± 10 °C 炒干, 取出摊凉, 筛去碎屑, 即得, 分别标号为 L1、L2、L3、L4、L5。

2.4.2 闷润时间考察

取净巴戟天段 500 g, 按 10% 的比例加入黄酒拌匀, 分别闷润 0.5 h、1 h、1.5 h、2 h、4 h, 取出。用文火(150 °C ± 10 °C)炒干, 取出, 80 °C 干燥 2 h, 取出摊凉, 筛去碎末, 即得, 分别标号为 J1、J2、J3、J4、J5。

2.4.3 炒制温度考察

取净巴戟天段 500 g, 按 10% 的比例加入黄酒拌匀, 密闭闷润 1 h, 取出。分别于 100 °C、150 °C、200 °C、250 °C 锅温下炒干,

取出, 80 °C干燥 2 h, 取出摊凉, 筛去碎末, 即得, 分别标号为 C1、C2、C3、C4。

3.结果与分析

3.1 饮片性状

巴戟天性状如图 3 所示, 巴戟天经酒制后, 呈扁圆柱形长段, 略弯曲, 直径 0.5~2 cm。表面灰黄色至黄棕色, 具纵纹和横裂纹, 切面皮部厚, 紫色或淡紫色, 中空。饮片散发着浓郁的黄酒香气, 尝之味道甘甜, 皮部带微涩。



图 3 巴戟天原药材(左)和酒巴戟天(右)

3.2 单因素试验结果

取“2.4”项下所有样品, 按照“2.1”和“2.2”项下方法测定耐斯糖和水溶性浸出物含量。综合评分 P 计算方式为, $P=M \times 50 / \text{耐斯糖最高含量} + N \times 50 / \text{多糖最高含量}$ (M 为耐斯糖含量, N 为水溶性浸出物的含量)。结果如下。

3.2.1 辅料用量单因素试验结果

由测定结果表 2 可见, 在辅料(黄酒)用量为 10%时, 综合评分最高。实验结果符合《中国药典》炮制通则^[1]中酒炙法的用量, 更与《广东省中药饮片炮制规范》2011 版^[2]记载的酒巴戟天炮制方法用量相吻合, 实验结果在一定程度上佐证了中药传统酒炙工艺的合理性。

表 2 不同辅料用量试验炮制样品的含量测定结果

样品	辅料用量 (%)	耐斯糖含量 (%)	水溶性浸出物含量 (%)	综合评分
L1	5	5.2	73.83	92.53
L2	10	6.0	75.03	100
L3	12	5.4	74.64	94.74
L4	15	5.2	74.73	93.13
L5	20	5.4	74.86	94.89

3.2.2 闷润时间单因素试验结果

由测定结果图 4、图 5、表 3 可见, 随着闷润时间逐渐的增加, 指标性成分含量先是升高, 在闷润时间大于 1 h 后, 其指标成分含量呈下降趋势。在闷润时间为 1 h 时, 综合评分最高, 因此设置适当的闷润时间能有效提高指标成分, 节约时间, 提高效率, 降低生产成本。

表 3 不同闷润时间试验炮制样品的含量测定结果

样品	闷润时间 (h)	耐斯糖含量 (%)	水溶性浸出物含量 (%)	综合评分
J1	0.5	5.4	74.62	94.72
J2	1	6.0	75.04	100
J3	1.5	4.9	74.55	90.51
J4	2	4.9	74.53	90.49
J5	4	4.8	74.12	89.39

3.2.3 炒制温度单因素试验结果

将 500 克巴戟天段炒干, 以炒至表面不黏手为度, 需时约为 30 分钟。由测定结果图 4、图 5、表 4 可见, 随着炒制温度的升高, 指标性成分含量先是升高, 然后呈平缓下降趋势, 当炒制温度为 150 °C 时, 综合评分最高。据有关文献^[3], 文火的温度约为 140 °C~150 °C, 应用到实际生产时, 炒制温度应结合生产设备与投料量进行调整以提高生产效率。又因巴戟天含糖类成分高, 黄酒闷润后表面变黏, 容易附着在一起, 炒制温度不宜过高 (<250 °C), 避免药材炒焦导致有效成分流失。

表 4 不同炒制温度试验炮制样品的含量测定结果

样品	炒制温度 (°C)	耐斯糖含量 (%)	水溶性浸出物含量 (%)	综合评分
C1	100	5.4	74.76	94.8
C2	150	6.0	75.06	100
C3	200	5.3	74.68	93.91
C4	250	5.2	74.66	93.07

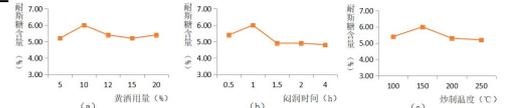


图 4 不同条件单因素试验炮制样品的耐斯糖含量测定结果 (a.不同辅料用量; b.不同闷润时间; c.不同炒制温度)

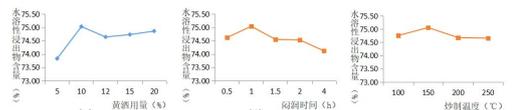


图 5 不同条件单因素试验炮制样品的水溶性浸出物含量测定结果 (e.不同辅料用量; f.不同闷润时间; g.不同炒制温度)

本实验所制备的样品的水分含量<15.0%, 水溶性浸出物含量>50.0%, 耐斯糖含量>2.0%, 均合格, 达到国家规定的标准。

4.讨论

酒巴戟天的炮制工艺可供参考文献欠缺, 但其炮制工艺对其质量的影响尤为突出, 酒巴戟天在炮制中, 因辅料用量、闷润时间、炒制温度的不同, 导致炮制品的耐斯糖和水溶性浸出物的含量有较大差异, 故酒巴戟天炮制工艺对关键工艺参数要求严格, 因此建立具有科学依据的系统性炮制工艺极为重要。最终确定酒巴戟天的最佳炮制参数为: 辅料(黄酒)用量为 10%, 闷润时间为 1 h, 炒制锅温为 150 °C。该研究不但为岭南特色饮片酒巴戟天的炮制方法提供比较客观的数据基础, 也为企业生产提供参考依据。

参考文献

- [1]国家药典委员会. 中华人民共和国药典 2020 年版 ■ 一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020: 83-84.
- [2]王孝涛, 叶定江. 历代中药炮制法汇典(古代部分)[M]. 南昌: 江西科学技术出版社, 1998: 42-43
- [3]伍淳操, 吴文辉, 刘霞, 等. 巴戟天酒制炮制方法研究[J]. 中华中医药杂志, 2018, 33(1): 97-99.
- [4]河南省食品药品监督管理局. 河南省中药饮片炮制规范 2005 年版[S]. 郑州: 河南人民出版社, 2005: 30-31.
- [5]广东省食品药品监督管理局. 广东省中药饮片炮制规范 第一册[S]. 广州: 广东科技出版社, 2011: 48-51.
- [6]福建省食品药品监督管理局. 福建省中药饮片炮制规范 2012 年版[S]. 福州: 福建科学技术出版社, 2013: 39-40.
- [7]周灿. 巴戟天加工炮制方法及工艺的研究[D]. 湖南中医药大学, 2011.
- [8]钟成, 许晓峰. 炮制方法对巴戟天萜醌类成分指纹的影响研究[J]. 中药材, 2012, 35(7): 1049-1053.
- [9]吴祎, 陈地灵, 林励, 等. 常用炮制方法对巴戟天中游离氨基酸成分的影响[J]. 食品工业科技, 2012, 33(19): 105-108.
- [10]陈敏, 陈红, 杨成梓. 不同炮制方法对巴戟天中总萜醌含量的影响[J]. 亚太传统医药, 2013, 9(1): 38-39.
- [11]张成中, 万赫, 蒋益萍, 等. 星点设计-效应面法优化酒制巴戟天的炮制工艺[J]. 药学实践杂志, 2020, 38(5): 447-450.
- [12]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: 232.

[基金项目] 国家重点研发计划“中医药现代化研究”重点专项(2017YFC1701100)、广东省重点领域研发计划“岭南中医药现代化”重点专项(2020B1111120002)

[第一作者] 刘劲涛, 主管中药师, 从事中药品种鉴定与质量评价

[通讯作者]*周劲松, 高级工程师, 从事中药质量研究