

补骨脂盐炙与盐蒸炮制工艺比较研究

李红芳*, 许响, 颜月园(江苏联合职业技术学院连云港中医药分院, 江苏 连云港 222007)

中图分类号 R283 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2017)13-1845-03

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2017.13.33

摘要 目的:比较补骨脂盐炙品和盐蒸品中2种指标性成分的含量,筛选更优的炮制工艺。方法:在固定盐与药材质量比为1:50、加水量为盐的4~5倍、盐水闷润时间为2 h的条件下,分别考察补骨脂在温度150、170、190 ℃下分别炒10、12、14 min的盐炙品和蒸制1、1.5、2、2.5 h后的盐蒸品中指标性成分补骨脂素和异补骨脂素的含量,比较两种炮制工艺的效果。结果:在固定条件下,指标性成分的含量在盐炙品中以150 ℃下炒制12 min者最高,在盐蒸品中以蒸制1 h者最高;盐蒸品中的含量(1.49%)高于盐炙品(1.29%)($P=0.011$)。结论:根据炮制品指标性成分含量的比较,补骨脂盐蒸法优于盐炙法。

关键词 补骨脂;盐炙;盐蒸;炮制工艺;补骨脂素;异补骨脂素;含量比较

Comparative Study on the Processing Technology of *Psoralea corylifolia* by Salt Frying and Salt Steaming

LI Hongfang, XU Xiang, YAN Yueyuan(Lianyungang Traditional Chinese Medicine Branch, Jiangsu Union Technical Institute, Jiangsu Lianyungang 222007, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To compare the contents of 2 index components in salt frying and salt steaming samples of *Psoralea corylifolia*, and select better processing technology. METHODS: Under the conditions that ratio of salt and medicinal materials was 1:50, 4-5 times salt of adding water, brine run time was 2 h, the amounts of psoralen and isopsoralen in salt frying samples after 10, 12, 14 min of frying under 150 ℃, 170 ℃, 190 ℃ and in salt steaming samples after 1, 1.5, 2, 2.5 h of steaming were respectively investigated, and the effects of 2 processing technology were compared. RESULTS: Under fixed condition, the contents of index components was the highest in salt frying samples by fried for 12 min under 150 ℃ and in salt steaming samples by steamed for 1 h; the content in salt steaming samples (1.49%) was higher than that in salt frying samples (1.29%) ($P=0.011$). CONCLUSIONS: According to the comparison of index components' contents in processing samples, salt steaming is superior to salt frying of *P. corylifolia*.

KEYWORDS *Psoralea corylifolia*; Salt frying; Salt steaming; Processing technology; Psoralen; Isopsoralen; Content comparison

补骨脂为豆科植物补骨脂(*Psoralea corylifolia* L.)干燥成熟果实,具有温肾助阳、纳气平喘、温脾止泻的功效^[1]。2015年版《中国药典》(一部)收录的饮片为盐补骨脂,其炮制方法是:“取净补骨脂,照盐炙法(通则0213)炒至微鼓起”^[2]。盐制补骨脂能缓和其辛窜温燥之性,并可引药入肾,增强补肾纳气的作用^[3-4]。补骨脂现代常见的炮制方法有雷公法、清炒法、酒浸炒、盐炙、盐蒸等方法^[5]。目前,补骨脂的炮制工艺以《中国药典》规定的盐炙法为主,但也有部分地区如广州地区常使用盐蒸法进行炮制,且盐蒸法的合理性已有研究并用试验证明^[6-9]。《中国药典》中补骨脂规定的含量测定以补骨脂素和异补骨脂素为指标,此2种成分均是补骨脂中的香豆素代表性成分,故也可将其设为炮制品检测指标^[10-11]。本试验对补骨脂的盐蒸、盐炙2种炮制方法进行研究,并且结合生产实际,对蒸法工艺的考察设计单因素试验,选取时间为因素,取3个水平;而对盐炙工艺的考察则采用控制变量法,选择时间、温度2个因素,每个因素各取3个水平。通过比较2种方法炮制品中的补骨脂素、异

补骨脂素含量选择较优的炮制工艺,为补骨脂的炮制工艺研究提供参考。

1 材料

1.1 仪器

ZGY-0.9型可倾式蒸煮锅(江阴市香山中药机械有限公司);CGY-700B型滚筒式燃油炒药机(江阴市新安粉体设备有限公司);GKC数显智能型恒温水浴锅(上海波洛实验设备有限公司);BL-101-1A型数显智能型恒温鼓风干燥箱(广州沪瑞明仪器有限公司);LC-2030型高效液相色谱(HPLC)仪(日本岛津公司);FA-2004型电子天平(上海右一仪器有限公司);BT-125D型电子天平(德国赛多利斯科学仪器北京有限公司)。

1.2 药材、药品与试剂

补骨脂药材(购自广东茂名市电白区晓钦中药材种植专业合作社,经南通三越中药饮片有限公司质管部鉴定为豆科植物补骨脂的干燥成熟果实,批号:160402);补骨脂素对照品(批号:110739-201416,纯度:99.9%)、异补骨脂素对照品(批号:110738-201313,纯度:99.9%)均购自中国食品药品检定研究院;食盐(江苏省盐业

*讲师,硕士。研究方向:中药学。E-mail:441670177@qq.com

集团,批号:20151124);水为屈臣氏蒸馏水,甲醇为色谱纯。

2 方法与结果

2.1 炮制品的制备

2.1.1 盐炙法 参考文献[2,12]方法进行炮制。取净补骨脂共 135 kg,分 9 批,每批 15 kg,各加入盐水(每 100 kg 净药材用食盐 2 kg,水量为盐的 4~5 倍),搅拌均匀,闷润 2 h,置于炒药机中炒至噼啪有声、微鼓起,取出,晾干即得。炮制条件分别设定 3 个炒药温度(150、170、190 ℃),每个温度分别炒 10、12、14 min,共 9 种炮制条件。晾干方法是平铺于室外阳光下,晾至所含水分符合 2015 年版《中国药典》(一部)中相关规定(低于 7.5%)^[2]。

2.1.2 盐蒸法 参考文献[13]方法进行炮制。取补骨脂 120 kg,分 4 批,每批 30 kg,相关操作按 2005 年版《中国药典》中药材炮制通则(附录 II D)^[14]盐蒸法的方法进行,各加入盐水(每 100 kg 净药材用食盐 2 kg,水量为盐的 4~5 倍),拌匀,闷润 2 h,分别蒸 1、1.5、2、2.5 h,晾干即得。晾干方法为平铺于室外,在阳光下晾晒至所含水分符合低于 7.5%^[2]。

2.2 含量测定

2.2.1 色谱条件与系统适用性试验 色谱柱为 ULTIMATE XB-C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相为甲醇-水(45:55, V/V),流速为 1.0 mL/min;柱温为 35 ℃;检测波长为 246 nm;进样量为 20 μL。取“2.2.4”“2.2.3”项下混合对照品和供试品(1.5 h 盐蒸品)溶液进样分析,结果理论板数按补骨脂素峰计大于 3 000,各峰间分离度均大于 1.5,符合系统适用性要求。色谱图见图 1。

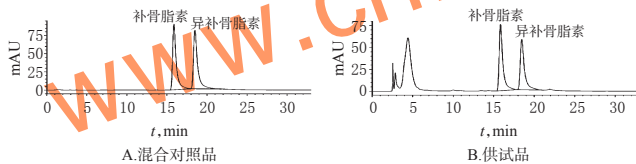


图 1 高效液相色谱图

Fig 1 HPLC chromatograms

2.2.2 对照品溶液的制备 精密称定补骨脂素、异补骨脂素对照品,用甲醇溶解,制成质量浓度分别为 21.9、21.3 μg/mL 的对照品贮备液,备用。

2.2.3 供试品溶液的制备 取炮制品,粉碎(过三号筛),取粉末约 0.5 g,精密称定,置于索氏提取器中,加适量甲醇,加热回流提取 2 h,放冷;转移至 200 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,用 0.45 μm 微孔滤膜过滤,即得。

2.2.4 线性关系的考察 分别精密称取补骨脂素对照品 20.12 mg、异补骨脂素对照品 20.36 mg 置于同一 100 mL 量瓶中,加甲醇溶解,稀释至刻度摇匀,即得混合对照品母液。分别精密量取上述混合对照品母液 2、5、10、25 mL 置于 50 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,

即得混合对照品溶液。精密吸取上述混合对照品溶液及母液各 20 μL,注入液相色谱仪,测定。以对照品质量浓度为横坐标(x)、峰面积为纵坐标(y)绘制标准曲线,计算得补骨脂素的回归方程为 $y=56\ 864x+77.709$ ($r=0.999\ 9$)、异补骨脂素的回归方程为 $y=57\ 544x+101.96$ ($r=0.999\ 9$)。二者检测质量浓度线性范围分别为 8.048~201.2、8.144~203.6 μg/mL。

2.2.5 精密度、稳定性、重复性、准确度试验 按相关方法进行。结果精密度试验中补骨脂素和异补骨脂素峰面积 RSD 分别为 0.49%、0.37% ($n=6$);24 h 稳定性试验中二者峰面积 RSD 分别为 0.61%、0.52% ($n=7$);重复性试验中二者峰面积 RSD 分别为 0.73%、0.84% ($n=6$);准确度试验中二者的回收率分别为 99.93%、100.10% (RSD 分别为 1.38%、0.91%, $n=9$)。

2.2.6 样品含量测定 (1)盐炙品。取各温度和时间点的盐炙品,制备成供试品溶液,平行 2 份,进样测定,以干燥品计算含量,结果见表 1。

表 1 盐炙品含量测定结果

Tab 1 Results of content determination in salt frying samples

炮制温度, ℃	炮制时间, min	水分, %	取样量, g	补骨脂素含量, %	异补骨脂素含量, %	总量, %	平均值, %		
150	10	7.28	0.507 5	0.56	0.46	1.03	1.03		
			0.501 1	0.57	0.46	1.03			
	12	7.30	0.500 6	0.72	0.57	1.29	1.29		
			0.501 2	0.72	0.53	1.30			
			0.502 0	0.64	0.52	1.16	1.17		
			0.501 5	0.67	0.54	1.18			
170	10	6.05	0.505 4	0.70	0.53	1.24	1.23		
			0.505 4	0.69	0.46	1.22			
	12	6.43	0.513 4	0.59	0.45	1.05	1.03		
			0.505 8	0.56	0.36	1.00			
			0.509 6	0.45	0.37	0.81	0.83		
			0.505 5	0.47	0.40	0.85			
190	10	6.74	0.505 3	0.48	0.41	0.88	0.90		
			0.508 8	0.50	0.42	0.91			
	12	6.70	0.504 7	0.54	0.42	0.95	0.95		
			0.514 4	0.52	0.42	0.94			
			14	7.45	0.512 0	0.54	0.43	0.97	0.96
					0.503 2	0.52	0.42	0.94	

由表 1 可知,各个温度、时间点的盐炙品中补骨脂和异补骨脂素含量结果均符合要求,二者总量大于 0.7%,以盐炙温度为 150 ℃ 下炒制 12 min 的盐炙品含量最高。

(2)盐蒸品。取各时间点的盐蒸品,制备成供试品溶液,平行 2 份,进样测定,以干燥品计算含量,结果见表 2。

由表 2 可知,4 个时间点的盐蒸品中补骨脂和异补骨脂素含量结果均符合要求,二者总量大于 0.7%,以盐蒸时间为 1 h 的盐蒸品含量最高。

2.2.7 数据统计分析 采用 SPSS 20.0 软件,对表 1、表 2 数据进行统计学分析。

表2 盐蒸品含量测定结果

Tab 2 Results of content determination in salt steaming samples

炮制时间/h	水分/%	取样量/g	补骨脂含量/%	异补骨脂素含量/%	总量/%	平均值/%
1	6.27	0.529 7	0.83	0.68	1.51	1.49
		0.528 3	0.81	0.66	1.47	
1.5	6.88	0.502 8	0.69	0.55	1.23	1.23
		0.520 7	0.68	0.55	1.22	
2	6.82	0.542 5	0.58	0.47	1.05	1.04
		0.545 7	0.57	0.46	1.03	
2.5	5.98	0.495 7	0.62	0.50	1.12	1.11
		0.525 2	0.62	0.48	1.10	

对盐炙法采用可重复双因素方差分析各组数据间的差异显著性,结果显示温度、时间及二者的交互作用对指标性成分的含量均影响极显著($P<0.01$)。对盐蒸法采用单因素方差分析各组数据间的差异显著性,结果显示盐蒸1 h的含量与其他时间点盐蒸品比较差异有统计学意义($P<0.05$),而盐蒸2 h与2.5 h的含量比较差异无统计学意义($P=0.053$)。

盐炙品中以150℃下炒制12 min的含量最高,盐蒸品中以盐蒸时间为1 h时的含量最高。采用 t 检验比较这2组数据间的差异显著性,结果2种炮制品中的指标成分含量间比较差异具有统计学意义($P=0.011$),以盐蒸时间为1 h的盐蒸品含量最高。

3 讨论

3.1 药材预处理条件的确定

本次试验规定了2种炮制的具体要求和过程,例如盐与药材的质量比为1:50,加水量以恰好可以全部润透药材且能被药材吸收为宜,约为盐的4~5倍,盐水闷润2 h。确定这些条件后,可避免盐水浓度、加入方式、闷润时间等因素对炮制的影响,能得到更准确的试验结果。另外,在2015年版的《中国药典》中,只列出盐炙法,而未列出盐蒸法,后者在2005年版《中国药典》中有列出,故本文盐蒸法炮制方法参考的是2005年版《中国药典》。但两个版本的《中国药典》均未对上述炮制方法的具体条件进行明确说明,只列出了基本的操作方法。

3.2 不同炮制工艺对指标性成分含量的影响

从补骨脂素和异补骨脂素的总量看,当盐蒸时间为1 h的盐蒸品含量最高,随着盐蒸时间延长,含量呈下降趋势;但盐蒸2 h的盐蒸品含量却低于盐蒸2.5 h者,但二者间比较差异无统计学意义($P=0.053$),即盐蒸2 h后,指标成分的含量已无明显变化。结合生产实际,选择盐蒸1 h较优。盐炙时以在150℃下炒制12 min的盐炙品含量最高,除170℃下炒制10 min的盐炙品的含量与其接近外,随着温度的升高、炒制时间延长,含量呈下降趋势。而比较最高含量的盐蒸品和盐炙品,指标性成分含

量以前者更高且二者比较差异有统计学意义。综上,在盐与药材比例为1:50、加水量为盐的4~5倍、盐水闷润时间为2 h的前提下,补骨脂的炮制工艺以盐蒸法优于盐炙法,且盐蒸时间为1 h左右更优。

3.3 不同炮制工艺优化比较的试验思路

本试验在筛选盐蒸法和盐炙法最优工艺的同时,还比较了两法在各自最优工艺条件下的指标性成分含量,得出盐蒸法优于盐炙法的结论。在后续的试验工作中,将会继续采用本文中试验思路,对补骨脂炮制工艺的盐蒸法与雷公法、清炒法及酒浸法等进行比较,为补骨脂的炮制工艺优化提供依据。

参考文献

- [1] 伍晓丽,陈大霞,彭锐,等.补骨脂生育规律和养分吸收特性研究[J].中国药房,2011,22(15):1425-1427.
- [2] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:一部[S].2015年版.北京:中国医药科技出版社,2015:187-188.
- [3] 丁伟安.中药炮制学[M].北京:高等教育出版社,2007:244.
- [4] 刘蓬蓬,张凡,赵远,等.中药盐制研究进展[J].中国药房,2013,24(43):4101-4103.
- [5] 励娜,陈小川,王爱川,等.补骨脂炮制研究探讨[J].重庆中草药研究,2014(1):10-12.
- [6] 杨滨,姚三桃,崔淑莲.补骨脂古今主要炮制方法的比较[J].中国中药杂志,1996,21(9):537-539.
- [7] 董玉珍,李爱群,黄志海,等.盐蒸法炮制补骨脂的合理性[J].广州中医药大学学报,1999,16(3):227-228.
- [8] 张伟,尹震花,彭涛,等.补骨脂生品及炮制品抗氧化活性[J].中国实验方剂学杂志,2013,19(15):250-254.
- [9] 张伟,尹震花,彭涛,等.补骨脂生品及炮制品 α -葡萄糖苷酶抑制活性考察[J].中国实验方剂学杂志,2013,19(9):24-28.
- [10] 李卓清,陈志永,徐小昆,等.补骨脂中活性成分的药代动力学研究进展[J].上海中医药大学学报,2016,30(1):87-90.
- [11] 吴疆,魏巍,袁永兵.补骨脂的化学成分和药理作用研究进展[J].药物评价研究,2011,34(3):217-219.
- [12] 殷放宙,李林,李伟东,等.多指标正交法优选盐制补骨脂饮片的炮制工艺[J].中国中药杂志,2013,38(3):346.
- [13] 方艳夕,谭志静,俞浩,等.不同炮制方法对补骨脂中补骨脂素和异补骨脂素含量的影响[J].中药材,2010,33(7):1062-1064.
- [14] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:一部[S].2005年版.北京:化学工业出版社,2005:附录20.

(收稿日期:2016-08-18 修回日期:2016-10-11)

(编辑:刘 萍)