

· 中药农业 ·

茜草饮片趁鲜切制工艺及与传统切制比较[△]

张娟^{1,2}, 张振凌^{1*}, 孟冉¹, 夏云岭¹

(1. 河南中医药大学, 河南 郑州 450046;

2. 呼吸疾病诊疗与新药研发河南省协同创新中心, 河南 郑州 450046)

[摘要] 目的: 优选茜草饮片趁鲜切制工艺并与传统切制饮片进行比较, 为茜草产地加工炮制一体化研究提供理论依据和参考。方法: 以大叶茜草素、茜草素的含量为指标, 通过正交试验考察含水量、切片厚度、干燥温度对茜草趁鲜切制饮片的影响, 并与传统切制饮片进行大叶茜草素和茜草素的含量对比。结果: 优选出茜草饮片趁鲜切制工艺为干燥至含水量为25%、切5 mm段、70℃烘干; 趁鲜切制饮片大叶茜草素的含量是传统切制饮片的1.4倍左右, 茜草素含量是传统切制饮片的1.2倍左右。结论: 优选出来的趁鲜切制工艺简单、可行, 趁鲜切制饮片质量高于传统炮制饮片。

[关键词] 茜草; 趁鲜切制; 传统切制; 大叶茜草素; 茜草素

Comparative Study on Fresh-cut Process and Traditional-cut Process for *Rubiacordifolia* L.

ZHANG Juan^{1,2}, ZHANG Zhenling^{1*}, MENG Ran¹, XIA Yunlin¹

(1. He Nan University of Traditional Chinese Medicine, Zhengzhou 450046, China;

2. Collaborative Innovation Center for Respiratory Disease Diagnosis and Treatment Chinese Medicine Development of He Nan Province, Zhengzhou 450046, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize the fresh-cutting technology of *Rubia cordifolia* L. and compare it with the traditional-cutting technology, with the purpose of providing the theoretical basis and reference for the research on the habitat processing integration. **Methods:** The content of rubimaillin and alizarin index, an orthogonal test was applied to investigate water content drying temperature and slice thickness influenced on the fresh cutting process of madder and compared with the traditional slice. **Results:** Optimized the process of madder fresh cutting was follows; drying to water content 25%, cutting to 5 mm, drying with 70 degrees. The content of rubimaillin of fresh-cutting slice was about 1.4 times of traditional-cutting slice and the content of alizarin of fresh-cutting slice was about 1.2 times of traditional-cutting slice. **Conclusion:** It is simple and feasible to take advantage of the fresh cut process and the quality of the fresh-cut madder pieces is better than that of the traditional processing of madder pieces.

[Keywords] *Rubia cordifolia* L.; fresh-cutting process; traditional-cutting process; rubimaillin; alizarin

doi:10.13313/j.issn.1673-4890.2017.4.016

中药茜草为茜草科植物茜草 *Rubia Cordifolia* L. 的干燥根及根茎, 性寒, 味苦, 归肝经, 为临床常用中药^[1]。茜草资源分布广泛, 大多为野生资源, 随着人们对茜草资源认识的提高, 使其价值和市场需求也随之增大, 致使其野生资源日趋减少, 近几年河南、陕西等地不断开展对茜草的人工栽培^[2]。茜草的炮制始载于《雷公炮炙论》中“凡使茜根,

用铜刀于槐砧上挫, 日干, 勿犯铁并铅”^[3]。经过历代发展, 现行的加工炮制过程是采集茜草根及根茎晒干后作为药材, 饮片生产企业再将干燥的茜草药材“除去杂质, 洗净, 润透, 切厚片或段, 干燥”^[1], 这种加工炮制方法存在“二次加工”, 不仅增加成本, 加大劳动量, 而且茜草黏附泥土沙石干燥后很难洗掉, 长时间浸泡造成茜草中蒽醌及其苷

[△] [基金项目] 科技基础性工作专项分项目(2014FY111100-7); 呼吸疾病诊疗与新药研发河南省协同创新中心研究生科研创新基金项目(教科技[2013]638号)

* [通信作者] 张振凌, 教授, 研究方向: 中药炮制学教学与研究; E-mail: zhangzl6758@163.com

类化合物、萘醌类等易溶于水的有效成分流失,降低饮片的质量^[4]。本实验在建立方法并多次预试的基础上,采用正交试验设计法,以大叶茜草素、茜草素的含量为指标,考察不同的含水量、切片厚度、干燥温度对茜草饮片质量的影响,确定趁鲜切制茜草饮片的主要工艺参数,并与传统的加工炮制方法进行比较,为茜草产地加工炮制一体化提供可行性依据。

1 材料

1.1 仪器

QRZG-300 往复式切药机(杭春制药设备有限公司); DHG-9076A 电热恒温鼓风干燥箱(上海精宏实验设备有限公司); FZ102 微型植物试样粉碎机(北京中兴伟业仪器有限公司); BSA224S-CW、BT25S 电子天平(德国赛多利斯集团科学仪器北京有限公司); Waters 1525 高效液相色谱仪、Waters2489 紫外检测器(美国 Waters 公司)。

1.2 试剂

甲醇、乙腈为色谱纯;超纯水(自制);甲醇、95%乙醇、磷酸、三乙胺、盐酸均为分析纯;大叶茜草素对照品(中国食品药品检定研究院,批号:110884-200604,供含量测定用);茜草素对照品(Sigma-Aldrich Co. USA,批号:122777,纯度:≥97%)。

1.3 药材

茜草于2016年5月采集于河南嵩县,并由河南中医药大学生药学科陈随清教授鉴定为茜草科植物茜草 *Rubia cordifolia* L. 的干燥根和根茎。

2 方法与结果

2.1 茜草趁鲜切制工艺及样品制备

2.1.1 正交表选择及因素水平设计 根据预试验结果,选取含水量、切片厚度、干燥温度为茜草趁鲜切制工艺的主要影响因素,每个因素取3个水平,选用 $L_9(3^4)$ 正交试验进行设计,见表1。

表1 茜草趁鲜切制正交试验因素水平表

水平	因素		
	A 含水量(%)	B 切片厚度/mm	C 干燥温度/℃
1	35	4	60
2	30	5	70
3	25	6	80

2.1.2 趁鲜切制工艺样品制备 鲜茜草除去泥沙和地上部分并进行分档,取直径为0.5~0.8 cm的茜草根,枪水淋洗干净,称取9份样品,每份50 g,按 $L_9(3^4)$ 正交试验表工艺进行切片,放入烘箱中进行干燥,饮片编号为1~9。

2.1.3 传统切制样品制备 参照《中华人民共和国药典》2015版一部茜草的炮制方法:除去杂质,洗净,润透,切5 mm段,70℃干燥。

2.2 大叶茜草素、茜素含量测定

2.2.1 色谱条件 色谱柱:Waters Symmetry C_{18} 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相:甲醇-乙腈-0.2%磷酸溶液(25:50:25);流速:1 mL·min⁻¹;检测波长:250 nm;柱温:30℃。该色谱条件使各主要成分达到较好的分离,周围没有杂峰干扰且出峰时间较早。

2.2.2 对照品溶液的制备 精密称定大叶茜草素对照品3.50 mg、茜草素对照品0.27 mg分别置10 mL容量瓶中,加甲醇分别制成浓度为0.35 mg·mL⁻¹、0.027 mg·mL⁻¹的对照品溶液。

2.2.3 供试品溶液的制备 取精密称定茜草样品粉末(过二号筛)0.5 g,置于具塞锥形瓶中,精密加入甲醇100 mL,密塞,称定重量,放置过夜,超声处理30 min,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液50 mL,蒸干,残渣加甲醇-25%盐酸(4:1)混合溶液20 mL溶解,置水浴中加热水解30 min,立即冷却,加入三乙胺3 mL,混匀,转移至25 mL量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.2.4 线性关系考察 分别精密吸取大叶茜草素、茜草素对照品溶液1、3、5、7、9 μL分别进样,以峰面积积分为纵坐标,标准品含量(μg)为横坐标,对峰面积积分值回归计算,得大叶茜草素对照品的线性回归方程为 $Y = 5\ 000\ 000X - 224\ 514.9$, $r = 0.999\ 95$;茜草素对照品的线性回归方程为 $Y = 265\ 032X - 763\ 33$, $r = 0.999\ 70$ 。结果表明大叶茜草素对照品溶液的进样量与峰面积积分值在0.35~3.15 μg范围内线性关系良好、茜草素对照品溶液的进样量与峰面积积分值在0.027~0.243 μg范围内线性关系良好。

2.2.5 精密度试验 精密吸取供试品溶液20 μL,在上述色谱条件下连续进样5次,测定大叶茜草素、茜草素峰面积的RSD值分别为1.97%、1.56%,表

明仪器精密度良好。

2.2.6 稳定性试验 精密吸取供试品溶液 20 μL ，在上述色谱条件下分别在 0、2、4、6、8、12 h 进样，测定大叶茜草素、茜草素峰面积 RSD 值分别为 1.42%、1.22%，表明该样品溶液在 12 h 内稳定。

2.2.7 重复性试验 取同一茜草粉末 5 份，按照“2.2.3 供试品溶液的制备”项下供试品溶液的制备方法制得供试品溶液，精密吸取供试品溶液 20 μL ，在上述色谱条件下分别进样，测定大叶茜草素、茜草素峰面积 RSD 值分别为 1.28%、0.95%，表明实

验仪器重复性良好。

2.2.8 加样回收试验 精密称取趁鲜加工炮制粗根的已知大叶茜草素和茜草素含量样品 6 份，每份 0.5 g，分别向 6 份样品中加入大叶茜草素对照品 2.49 mg 和茜草素对照品 0.44 mg，采用“2.2.3 项下供试品溶液的制备”制得供试品溶液，精密吸取供试品溶液 20 μL ，在上述色谱条件下进样，得出峰面积积分值，计算其回收率。计算得大叶茜草素平均回收率为 98.65%，RSD 值为 1.11%；茜草素平均回收率为 98.79%，RSD 值为 1.60%。结果见表 2。

表 2 大叶茜草素、茜草素加样回收率实验

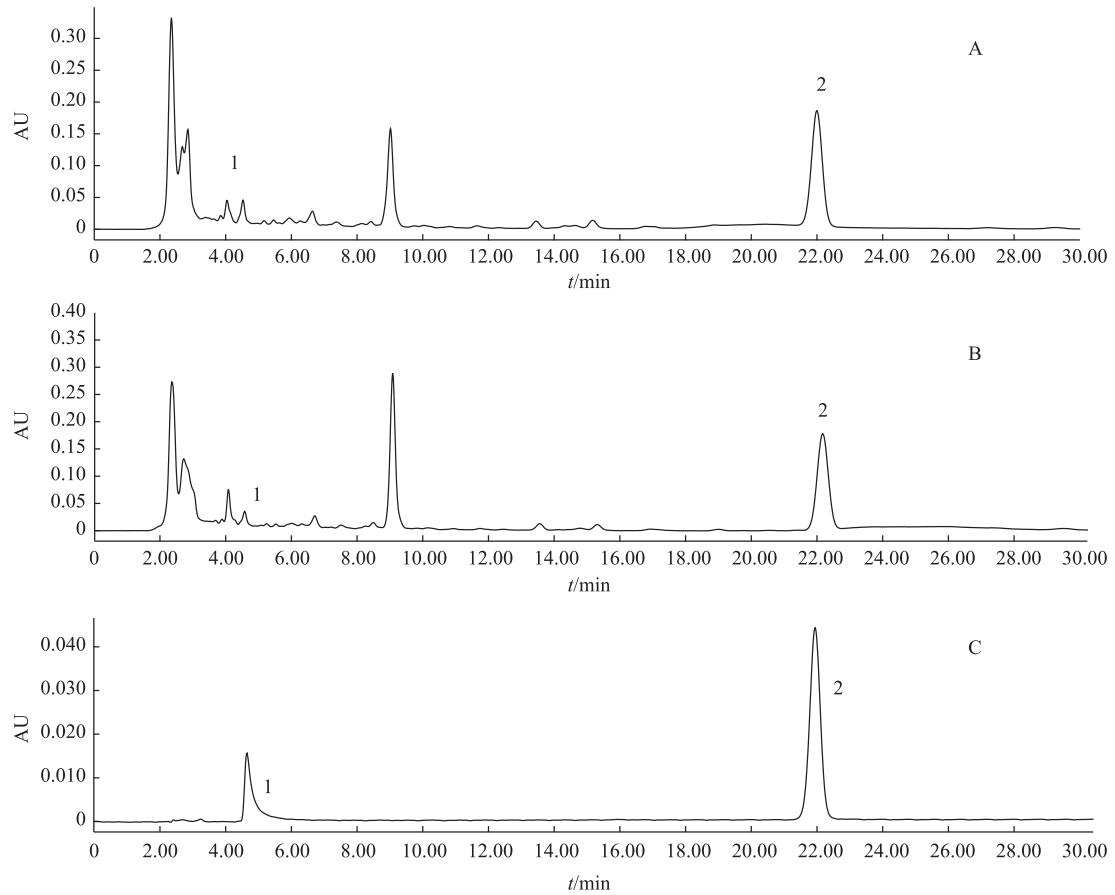
成分	称样量/g	样品中量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
大叶茜草素	0.500 2	2.490 4	2.49	4.955 7	99.01	98.65	1.11
	0.500 8	2.493 4	2.49	4.930 9	97.89		
	0.500 1	2.489 9	2.49	4.980 1	100.01		
	0.500 2	2.490 4	2.49	4.933 6	98.12		
	0.500 5	2.491 9	2.49	4.911 7	97.18		
	0.500 6	2.492 4	2.49	4.974 2	99.67		
茜草素	0.500 7	0.441 1	0.44	0.873 0	98.16	98.79	1.60
	0.500 1	0.440 5	0.44	0.880 4	99.98		
	0.500 0	0.440 5	0.44	0.865 4	96.56		
	0.500 3	0.440 7	0.44	0.884 5	100.87		
	0.500 5	0.440 9	0.44	0.878 2	99.38		
	0.500 9	0.441 2	0.44	0.871 4	97.77		

2.2.9 茜草趁鲜切制工艺不同样品中大叶茜草素、茜草素含量测定 取上述 9 份样品按“2.2.3”项下供试品溶液制备，供试品溶液分别进样 20 μL ，按“2.2.1”项下条件进行检测，结果见表 3，高效液相色谱图见图 1。

表 3 茜草趁鲜切制工艺样品中大叶茜草素、茜草素含量测定结果($n=2$)

试验号	大叶茜草素(%)	茜草素(%)
1	0.673 2	0.071 2
2	0.683 8	0.074 2
3	0.669 9	0.070 3
4	0.728 1	0.082 1
5	0.702 2	0.080 2
6	0.713 3	0.079 8
7	0.710 1	0.079 2
8	0.740 2	0.084 0
9	0.732 2	0.082 9

2.2.10 茜草趁鲜切制工艺正交试验结果 从表 3 中各样品含量测定结果可以看出，大叶茜草素和茜草素的含量相差较大，为了计算方便及数据具有可比性和准确性，因此将正交试验中茜草素含量放大为实测值的 10 倍，大叶茜草素含量为实测值，计算结果见表 4。由茜草趁鲜切制工艺正交试验结果可知： $\text{III}_A > \text{II}_A > \text{I}_A$ ，III 为 A 因素的最优水平，表明因素 A 取 A_3 时大叶茜草素和茜草素含量最高，用同样的方法比较其他二个因素水平的好坏，得出 B_2C_2 ，又有极差 $R_A > R_C > R_B$ ，可知因素 A 为影响含量的主要因素。由表 5 方差分析可知因素 A 具有显著性，优选结果与因素水平的分析结果一致。综上分析优选出茜草趁鲜切制化工艺为 $A_3B_2C_2$ ，即含水量为 25%，切成 5 mm 段，70 $^{\circ}\text{C}$ 温度干燥。



注: A. 趁鲜切制样品图; B. 传统切制样品图; C. 对照品图; 1. 茜草素; 2. 大叶茜草素。

图1 高效液相色谱图

表4 茜草趁鲜切制工艺正交试验结果

试验号	因素			实验结果	
	A 含水量 (%)	B 切制厚度/mm	C 干燥温度/℃	I 大叶茜草素含量 (%)	II 茜草素含量 (×10%)
1	35	4	60	0.6732	0.712
2	35	5	70	0.6838	0.742
3	35	6	80	0.6699	0.703
4	30	4	70	0.7281	0.821
5	30	5	80	0.7022	0.802
6	30	6	60	0.7133	0.798
7	25	4	80	0.7101	0.792
8	25	5	60	0.7402	0.840
9	25	6	70	0.7322	0.829
K I ₁	2.03	2.11	2.13		
K I ₂	2.14	2.13	2.14		
K I ₃	2.18	2.12	2.08		
R I	13.466	13.453	13.455		
K II ₁	2.16	2.33	2.35		
K II ₂	2.42	2.38	2.39		
K II ₃	2.46	2.33	2.30		
R II	16.57	16.51	16.52		

表5 方差分析表

	方差来源	偏差平方和	自由度	方差	F值	显著性
大叶茜草素 (%)	A	0.004	2	0.002	20.734	**
	B	0.000	2	0.000	0.185	
	C	0.001	2	0.000	3.222	
	误差	0.000	2			
茜草素 (%)	A	0.018	2	0.009	103.22	**
	B	0.001	2	0.000	4.049	
	C	0.002	2	0.001	8.574	
	误差	0.000	2			

2.3 验证试验

取同批次相同规格的茜草鲜药材,按优选出的茜草趁鲜切制工艺制备4份样品,按传统炮制茜草饮片制备4份样品。按“2.2.3”项下供试品溶液制备,供试品溶液分别进样20 μL,按“2.2.1”项下条件进行检测。结果趁鲜切制饮片中大叶茜草素、茜素的含量均高于传统炮制饮片。结果见表6。

表6 茜草趁鲜切制饮片和传统切制饮片中大叶茜草素、茜草素含量测定结果(n=2)

	批号	大叶茜草素含量(%)	茜草素含量(%)
趁鲜切制饮片	1	0.697 9	0.088 1
	2	0.683 8	0.085 9
	3	0.786 2	0.090 8
	4	0.691 5	0.086 2
传统切制饮片	1	0.475 6	0.064 6
	2	0.513 7	0.074 0
	3	0.562 3	0.076 7
	4	0.431 1	0.066 1

3 讨论

由于新鲜茜草含水量较高直接切制成饮片时皮部易脱离且断面不平整,所以本实验考察了不同含水量对茜草切片的影响,发现当含水量高于35%时切片皮部易脱离、饮片断面不平整,含水量低于12%时切片较困难,含水量在25%左右时饮片断面平整且皮部不脱落,这和文献^[5]报道一致。又考察了干燥方式对切片的影响,发现自然晾晒和低温烘制对其有效成分含量影响差别不大,所以当采收期遇到阴雨天气时产地趁鲜切制前干燥可采用烘箱低温烘制方式。

大叶茜草素为茜草中萘醌类化合物的主要有效成分之一,茜草素为茜草中蒽醌类化合物主要有效成分之一^[6]。药理实验研究证明茜草中蒽醌和萘醌类化合物均具有较好的抗肿瘤、抗炎免疫、解热镇痛、抗血小板凝聚等药理作用^[7-9]。本文以大叶茜草素、茜草素的含量为指标,通过正交试验考察含水

量、切片厚度、干燥温度对茜草趁鲜切制饮片的影响,并与传统切片工艺进行比较,结果趁鲜切制的茜草饮片中大叶茜草素和茜素的含量均高于传统切制的茜草饮片,分析其原因可能是传统炮制软化过程中有效成分随水流失,造成了有效成分的损失。此外茜草在产地趁鲜加工成饮片还可以减少药材储存、运输等中间环节,缩短生产周期,降低成本。因此建议中药饮片生产企业可以开展茜草由产地直接加工成饮片,以保证茜草饮片的质量。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典:一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2015:234.
- [2] 雷俊勇,杜一新. 扩大茜草初始资源的技术思路[J]. 上海农业科技,2015,12(6):101-102
- [3] 南北朝·雷敦. 雷公炮炙论[M]. 安徽:安徽科学技术出版社,1991:39.
- [4] 杨俊杰,张振凌. 中药材产地加工与中药饮片炮制一体化的探讨[J]. 时珍国医国药,2005,19(9):817-818.
- [5] 李丽,张村,肖永庆,等. 川芎产地加工可行性探索[J]. 中国实验方剂学杂志,2010,3(16):24-26.
- [6] 王春兰,周婷,祁宇. 茜草根中蒽醌成分超声提取的工艺研究[J]. 湖南农业科学,2014,21(3):57-58.
- [7] 陈维宁,许兰芝,冯秀香,等. 茜草总蒽醌的抗炎免疫作用[J]. 廊坊医学院学报,2002,16(24):8-10.
- [8] 冯秀香,许兰芝,高尔,等. 茜草总蒽醌的解热镇痛作用[J]. 廊坊医学院学报,2002,16(24):6-7.
- [9] Jeong G S, Lee D S, Kim D C, et al. Neuroprotective and anti-inflammatory effects of mollugin via up-regulation of heme oxygenase-1 in mouse hippocampal and microglial cells[J]. Eur J Pharmacol,2011,654(3):226.

(收稿日期 2016-09-20)

(上接第542页)

- [3] 王惠利,张海波. 金银花扦插繁殖技术研究[J]. 山西农业科学,2012,40(3):241-242.
- [4] 王家容,周其宣. 金银花高产栽培关键技术[J]. 安徽农学通报,2014,20(16):48-49.
- [5] 王慧莉,江小红. 灰毡毛忍冬(金银花)的组织培养研究[J]. 安徽农业科学,2013,41(30):11952-11953.
- [6] 贺再新,易稳凯,王长安,等. 茶乙酸对金银花扦插苗根系生理特性的影响[J]. 现代农业科技,2013(5):102-104.
- [7] 张国杰,翟春峰. 药剂处理对金银花扦插繁殖的影响[J]. 经济林研究,2005,23(2):54-55.
- [8] 廖建良,梁艳菊,宋冠华. 植物生长调节剂及基质对蜜宝火龙果扦插繁殖的影响[J]. 惠州学院学报(自然科学版),2014,34(6):13-17.
- [9] 廖林正,周友兵,吴涤,等. 生长调节物质及木质化程度对金银花扦插繁育的影响[J]. 中草药,2012,(04):161-163.
- [10] 彭少兵,孟颖光,何西凤. 不同药剂处理对金叶接骨木扦插生根的影响[J]. 西北林学院学报,2010,25(1):95-96.

(收稿日期 2016-09-28)