

· 中药农业 ·

浙麦冬产地加工不同干燥方法研究[△]李振丰¹, 徐建中^{2*}, 王治¹, 陈建钢³, 孙乙铭², 俞旭平²

(1. 正大青春宝药业有限公司, 浙江 杭州 310023;

2. 浙江省中药研究所, 浙江 杭州 310023;

3. 宁波金瑞农业发展有限公司, 浙江 宁波 315300)

[摘要] 目的: 科学研究浙麦冬产地适宜的加工和干燥方法。方法: 通过不同温度直接烘干、类似传统的烘后回潮再烘的干燥方式、微波杀青、100 ℃ 高温杀青、去须根干燥以及传统的加工干燥等方式加工浙麦冬, 并测定其总皂苷、总黄酮和总多糖等三类成分的含量。结果与结论: 浙麦冬产地加工以 60 ℃ 直接烘干, 其总皂苷、总黄酮含量与传统加工方式相似, 总多糖含量高于传统加工, 可以代替传统的加工方式; 100 ℃ 高温杀青、微波杀青或去须根等方式干燥, 对总多糖含量影响较大。

[关键词] 麦冬; 产地加工; 总皂苷; 总黄酮; 总多糖

Studies on Different Drying Methods of Habitat Processing of *Ophiopogon japonicus* in ZhejiangLI Zhenfeng¹, XU Jianzhong^{2*}, WANG Zhi¹, CHENG Jiangang³, SUN Yiming², YU Xuping²

(1. ChiaTai Qingchunbao Pharmaceutical Co., Ltd., Hangzhou 310023, china;

2. Zhejiang Research Institute of Traditional Chinese Medicine, Hangzhou 310023, china;

3. Ningbo Jinrui Agricultural Development Co., Ltd., Ningbo 315300, china)

[Abstract] Objective: To study a suitable processing method for *Ophiopogon japonicus* in producing area. Methods: The *O. japonicus* were dried at different temperature, dried similar to traditional processing, wrapped by microwave at 100 ℃, dried by removing fibrous root, and compared with the traditional process. And the total saponins, polysaccharide and flavonoids were determined. Results and Conclusion: The results show that contents of total saponins and total flavonoids in *O. japonicus* dried at 60 ℃ were similar to the traditional processing, the total polysaccharides was higher than traditional processing, and the method of dried at 60 ℃ can replace the traditional processing. The total polysaccharides was lower in *O. japonicus* wrapped by microwave, high temperatures (100 ℃), or dried by removing fibrous root.

[Keywords] *Ophiopogon japonicus*; habitat processing; total saponins; total flavonoids; total polysaccharides

doi:10.13313/j.issn.1673-4890.2016.12.020

麦冬 *Ophiopogon japonicus* (L. f) Ker-Gawl. 属百合科沿阶草属药用植物, 以块根入药, 始载于《神农本草经》, 具有润肺养阴、益胃生津、清心除烦之功^[1], 临床应用广泛, 是我国重要的常用大宗中药材品种, 也是地道药材“浙八味”之一。麦冬主要栽培于浙江和四川两省, 在四川, 麦冬以移栽后一年收获, 俗称“川麦冬”; 在浙江以栽后三年收

获^[2], 俗称“浙麦冬”。浙麦冬目前主要产于浙江慈溪等地域, 具有形状短壮饱满, 色泽黄亮、滋粘糯性、味甘气清香、优质地道。麦冬中除皂苷外, 还含有大量的多糖、黄酮类等有效成分, 现代临床和药理研究表明, 多糖是麦冬类药材的重要活性成分之一, 具有抗心肌缺血、抗缺氧、免疫活性、降低血糖、平喘和抗过敏等药理作用^[3]; 而黄酮类尤

[△] [基金项目] 工信部 2012 年中药材生产扶持项目; 科技部“十二五”科技支撑计划“华南区中药材规范化种植及大宗中药材综合开发技术研究”(2011BAI04B06); 宁波市科技计划项目(2015C10001); 浙江省“十二五”农业新品种选育 2012C12912

* [通信作者] 徐建中, 高级工程师, 研究方向: 中药种植与中药资源; Tel: (0571) 85241074, E-mail: 332113059@qq.com

其是麦冬高异黄酮类组分在抗炎、抗应激、抗组胺、心血管保护和磷酸化抑制中的生理活性倍受关注^[4]。

传统浙麦冬的加工主要采用晒干的方式,先晒 3 d,在须根变硬时堆放在框里,在室内堆闷至须根变软时再晾晒至须根干,再堆闷,如此反复三次直至麦冬块根干燥。可见,传统的麦冬加工周期过长,而且由于南方五六月份雨水多,因此麦冬不易干燥,易发霉,致使药材质量下降。而且随着规模化种植,麦冬多集中采收、加工,因此急需人工干燥方法,以提高干燥效率和药材质量。本文主要研究不同干燥加工方式对浙麦冬中总皂苷、总黄酮和总多糖 3 类成分含量的影响,以确定浙麦冬适宜的产地加工干燥方法。

1 材料与仪器

Lambda 20 紫外-可见分光光度计(perkinElmer); AB204-S 型电子天平(Mettler); Agilent1200 高效液相色谱仪。浙麦冬产于浙江慈溪,由浙江省中药研究所中药材资源研究室俞旭平教授级高级工程师鉴定为浙麦冬 *Ophiopogon japonicus* (L. f) Ker-Gawl.。鲁斯可皂苷元对照品(成都曼思特生物科技有限公司,批号:11081807;芦丁对照品(中国药品生物制品检定所,批号:100080-200707);果糖对照品(成都曼思特生物科技有限公司,批号:11072803)。所用试剂均为分析纯,水为去离子水。

2 方法与结果

2.1 材料

选择本地三年生栽培麦冬的带须鲜块根作为材料,分别设在不同温度(50、60、70 和 80 ℃)下直接烘干、采用类似传统的加工方法,用日晒夜回潮的方法进行干燥、高温(100 ℃)杀青、微波干燥、鲜块根去须根后干燥以及传统的加工等处理,考察不同的产地加工方法对麦冬中三种有效成分含量的影响。

2.2 浙麦冬总皂苷含量的测定

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取 120 ℃干燥至恒重的鲁斯可皂苷元对照品 0.005 g,用甲醇溶解,转移入 100 mL 容量瓶中,用甲醇定容,摇匀,配成浓度为 53.8 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的鲁斯可皂苷元对照品溶液。

2.2.2 标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 0.5、1、2、3、4、5、6 mL,分别置具塞试管中,于水浴中挥干溶剂,精密加入高氯酸 10 mL,摇匀,置热

水浴中保温 15 min,取出,冰水冷却,以相应的试剂为空白,在 397 nm 波长处测定吸光度,以吸光度为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线,得标准曲线方程为:回归方程为: $Y=0.0028X-0.064$ 相关系数 $r=0.9996$,线性范围:26.9~322.8 μg 。

2.2.3 供试品溶液的制备 取麦冬粉末 1.5 g,精密称定,精密加入甲醇 50 mL,称定重量,加热回流 2 h,放冷,再称定重量,用甲醇补足失重,摇匀,滤过,精密量取续滤液 25 mL,回收溶剂至干,残渣加水 10 mL 使溶解,用水饱和正丁醇振摇提取 5 次,每次 10 mL,合并正丁醇液,用氨试液洗涤 2 次,每次 5 mL,弃去氨液,正丁醇蒸干。残渣用 80% 甲醇溶解,转移至 25 mL 容量瓶中,加 80% 甲醇至刻度,摇匀。精密量取供试品溶液 3 mL,置 10 mL 具塞试管中,按照 2.1.2 方法测定吸光度,计算,即得。

2.2.4 精密度试验 取标准品 5 份,按含量测定方法测定总皂苷的含量, $\text{RSD}=0.88\%$ ($n=5$),表明精密度良好。

2.2.5 稳定性试验 取同一供试品溶液,每隔 10 min 测定一次吸光度, $\text{RSD}=0.63\%$ ($n=7$),表明供试品溶液 60 min 内稳定。

2.2.6 重复性试验 精密称取同一供试品浙麦冬 6 份。按含量测定方法,重复测定总皂苷的含量,结果 $\text{RSD}=1.72\%$ ($n=6$),表明实验重复性良好。

2.2.7 加样回收率试验 取已知含量的浙麦冬样品 6 份,加入鲁斯可皂苷元标准品溶液后,按 2.2.3 项下方法处理,测的平均回收率为 95.1%, $\text{RSD}=4.96\%$ 。

2.3 浙麦冬总黄酮含量的测定

2.3.1 对照品溶液的制备 精密称取 120 ℃干燥至恒重的芦丁对照品 0.0996 g,用甲醇溶解,转移入 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容,摇匀。精密吸取 5 mL 至 50 mL 容量瓶中,甲醇定容,配成浓度为 0.1992 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的芦丁对照品溶液。

2.3.2 标准曲线的制备 精密吸取该芦丁对照品溶液 0、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0、3.5 mL,分别置 10 mL 容量瓶中,加甲醇至 3.5 mL,分别加入 5% 亚硝酸钠溶液 0.5 mL,摇匀,放置 6 min 后分别加 10% 硝酸铝溶液 0.5 mL,摇匀,放置 6 min,再分别加 1% 氢氧化钠溶液 5 mL,摇匀,用水定容至刻度,放置 12 min 后,以空白溶液为参比,在波长 510 nm 处测吸光度,得回归方程 $C=98.565A+0.7173$

($r=0.999\ 2$)。线性范围 $0.019\ 9\sim0.069\ 6\ \text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。

2.3.3 供试品溶液的制备 取麦冬粉末 $1.5\ \text{g}$ ，精密称定，精密加入 70% 乙醇 $50\ \text{mL}$ ，称定重量，加热回流 $2\ \text{h}$ ，放冷，再称定重量，用 70% 乙醇补足失重，摇匀，滤过，精密量取续滤液 $3.5\ \text{mL}$ ，分别加入 5% 亚硝酸钠溶液 $0.5\ \text{mL}$ ，摇匀，放置 $6\ \text{min}$ 后分别加 10% 硝酸铝溶液 $0.5\ \text{mL}$ ，摇匀，放置 $6\ \text{min}$ ，再分别加 1% 氢氧化钠溶液 $5\ \text{mL}$ ，摇匀，用水定容至刻度，放置 $12\ \text{min}$ 后，以空白溶液为参比，在波长 $510\ \text{nm}$ 处测吸光度。

2.3.4 精密度试验 取标准品 5 份，按含量测定方法测定总黄酮的含量， $\text{RSD}=2.74\%\ (n=5)$ ，表明精密度良好。

2.3.5 稳定性试验 取同一供试品溶液，每隔 $10\ \text{min}$ 测定一次吸光度， $\text{RSD}=0.99\%\ (n=6)$ ，表明供试品溶液 $60\ \text{min}$ 内稳定。

2.3.6 重复性试验 精密称取同一供试品浙麦冬 6 份。按含量测定方法，重复测定总黄酮的含量，结果 $\text{RSD}=2.72\%\ (n=6)$ ，表明实验重复性良好。

2.3.7 加样回收率试验 取已知含量的浙麦冬样品 6 份，加入芦丁标准品溶液后，按 2.2.3 项下方法处理，平均回收率为 100.63% ， $\text{RSD}=1.96\%$ 。

2.4 浙麦冬总多糖含量的测定

2.4.1 对照品溶液的制备 精密称取 $120\ ^\circ\text{C}$ 干燥至恒重的果糖对照品 $0.009\ 2\ \text{g}$ ，用水溶解，转移入 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中，用水定容，摇匀。配成浓度为 $0.092\ \text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的果糖对照品溶液。

2.4.2 标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 0.2 、 0.4 、 0.6 、 0.8 、 1.0 、 $1.2\ \text{mL}$ ，分别置具塞试管中，加水至 $2\ \text{mL}$ ，精密加入新鲜配置 0.2% 硫酸-萘酮溶液 $8\ \text{mL}$ ，摇匀，置沸水浴中加热 $15\ \text{min}$ ，取出，冰水冷却 $15\ \text{min}$ ，以相应的试剂为空白，在 $625\ \text{nm}$ 波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线，得标准曲线方程为：回归方程为： $Y=5.018\ 6X-0.003\ 3$ 相关系数 $r=0.999\ 8$ ，线性范围： $0.018\ 4\sim0.110\ 4\ \text{mg}$ 。

2.4.3 供试品溶液的制备 取麦冬粉末 $0.3\ \text{g}$ ，精密称定，加入 80% 乙醇 $30\ \text{mL}$ ，加热回流 $1\ \text{h}$ ，趁热过滤，滤渣与滤器用热 80% 乙醇 $30\ \text{mL}$ 分次洗涤，滤渣连同滤纸置烧瓶中，加水 $50\ \text{mL}$ ，加热回流 $2\ \text{h}$ 。趁热过滤，用少量热水洗涤滤器，合并滤液与洗液，放冷，移至 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇

匀，精密吸取 $1\ \text{mL}$ ，置 $10\ \text{mL}$ 容量瓶中，加水稀释至刻度。吸取稀释后的溶液 $2\ \text{mL}$ 置 $10\ \text{mL}$ 具塞试管中，精密加入新鲜配置 0.2% 硫酸-萘酮溶液 $8\ \text{mL}$ ，摇匀，置沸水浴中加热 $15\ \text{min}$ ，取出，冰水冷却 $15\ \text{min}$ ，以相应的试剂为空白，在 $625\ \text{nm}$ 波长处测定吸光度，计算，即得。

2.4.4 精密度试验 取标准品 6 份，按含量测定方法测定总多糖的含量， $\text{RSD}=1.84\%\ (n=6)$ ，表明精密度良好。

2.4.5 稳定性试验 取同一供试品溶液，每隔 $10\ \text{min}$ 测定一次吸光度， $\text{RSD}=0.38\%\ (n=7)$ ，表明供试品溶液 $60\ \text{min}$ 内稳定。

2.4.6 重复性试验 精密称取同一供试品浙麦冬 6 份。按含量测定方法，重复测定总皂苷的含量，结果 $\text{RSD}=2.05\%\ (n=6)$ ，表明实验重复性良好。

2.4.7 加样回收率试验 取已知含量的浙麦冬样品 6 份，加入果糖标准品溶液后，按 2.3.3 项下方法处理，测的平均回收率为 97.2% ， $\text{RSD}=2.56\%$ 。

2.5 不同加工方法浙麦冬总皂苷、总黄酮和总多糖含量情况

从表 1 可知，在不同温度下直接烘干，与传统相比，总皂苷含量差异不大；总黄酮含量除 $60\ ^\circ\text{C}$ 直接烘干与传统相同外，其余处理均有所增加，其中以 $80\ ^\circ\text{C}$ 直接烘干最高，为 0.28% ，较传统增加 27.27% ；总多糖含量均较传统加工方式高，其中以 $60\ ^\circ\text{C}$ 直接烘干效果较好，较传统加工增加 27.61% ，随着温度的升高，总多糖含量逐渐下降。

表 1 不同加工方法浙麦冬总皂苷、总黄酮和总多糖含量比较情况($n=3$,%)

加工方法	总皂苷 RSD			总黄酮 RSD			总多糖 RSD		
50 $^\circ\text{C}$ 直接烘干	0.21	1.56	0.23	1.05	19.28	1.68			
60 $^\circ\text{C}$ 直接烘干	0.23	1.79	0.22	2.12	21.16	2.52			
70 $^\circ\text{C}$ 直接烘干	0.21	0.25	0.25	1.08	20.95	1.89			
80 $^\circ\text{C}$ 直接烘干	0.21	2.70	0.28	0.92	19.17	0.96			
50 $^\circ\text{C}$ 回潮再烘干	0.24	0.87	0.22	2.46	19.34	3.04			
60 $^\circ\text{C}$ 回潮再烘干	0.21	1.93	0.18	2.12	21.04	2.27			
70 $^\circ\text{C}$ 回潮再烘干	0.20	1.34	0.24	2.59	20.22	2.26			
80 $^\circ\text{C}$ 回潮再烘干	0.22	1.09	0.28	3.04	19.31	1.96			
微波杀青后(100 s)60 $^\circ\text{C}$ 烘干	0.20	2.84	0.30	1.76	12.94	3.15			
100 $^\circ\text{C}$ 杀青 15 min 后 60 $^\circ\text{C}$ 烘干	0.20	0.91	0.24	1.80	12.04	3.23			
剪去须根后微波杀青后 70 $^\circ\text{C}$ 烘干	0.21	1.37	0.24	2.37	12.01	2.08			
鲜块根 70 $^\circ\text{C}$ 烘干(去须根)	0.24	2.68	0.28	1.39	12.16	2.07			
传统加工	0.22	1.57	0.22	2.37	16.59	2.28			

在不同温度下烘后回潮再烘干的干燥方式中,与传统加工相比,60℃回潮再烘干和70℃回潮再烘干两个处理总皂苷含量较传统稍低,80℃回潮再烘干与传统相同,以50℃处理最高,增加9.09%;而总黄酮含量除60℃回潮再烘干较传统低(降低18.18%)外,50℃回潮再烘干和70℃回潮再烘干两个处理与传统差异不大,以80℃回潮再烘干最高,较传统增加27.27%。从总多糖含量看,各处理与传统相比,均有不同程度的增加,也以60℃回潮烘干效果较好,较传统增加27.61%,随着温度的升高,总多糖含量也下降。

从微波杀青、100℃杀青及去须根干燥方式的结果可知,总皂苷含量与前述不同温度下烘干方式差异不大,也与传统差异不明显;与传统加工相比,总黄酮含量有不同程度的增加,其中,以微波杀青(100 s)后60℃烘干最高,增加36.36%,其次是鲜块根70℃烘干(去须根),增加27.27%,其余两个均增加了9.09%。与传统加工相比,上述四个处理的总多糖含量较前述不同温度下烘干均下降了约22%。

3 分析与讨论

与传统加工相比,不同加工方式的浙麦冬块根中总皂苷含量变化不大,差异不明显,说明温度对浙麦冬总皂苷含量影响不明显。

与传统加工相比,总黄酮含量一般均有所增加,增加程度不一,其中以微波杀青(100 s)后60℃烘干最高,其次是80℃回潮再烘干、80℃直接烘干和鲜块根70℃烘干(去须根)等三个处理。

与传统加工相比,不同温度直接烘干或回潮后烘干的总多糖含量均有不同程度的增加,处理温度均以60℃时含量为最高,增加了27.61%,随着温度的升高,总多糖含量呈现下降趋势。100℃杀青

15 min后60℃烘干、微波杀青后(100 s)60℃烘干、鲜块根70℃烘干(去须根)和剪去须根后微波杀青后70℃烘干等四个处理的多糖含量均低于传统加工,这可能是高温破坏了多糖结构。如肉从蓉加工温度在60℃以上随着温度升高多糖含量也下降^[5]。

综合考虑麦冬中有效成分总皂苷、总黄酮和总多糖含量因素,我们认为麦冬加工以60℃直接烘干为优,在产地可以代替传统加工的繁琐过程,减少加工周期,减少人力和物力的消耗。

分析测定多糖含量一般均用葡萄糖作为对照品,本研究采用果糖作为对照品,是因为在190~1000 nm区域扫描果糖、葡萄糖对照品及麦冬样品溶液吸收曲线发现,果糖和麦冬样品溶液最大吸收波长比较接近,均在625 nm附近,而葡萄糖最大吸收波长与麦冬样品溶液的最大吸收波长相差较大,同时参考文献报道^[6-7],最终选择果糖作为对照品,测定的最大吸收波长确定为625 nm。

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,2010:289.
- [2] 冯耀南,刘明,刘俭,等. 中药商品规格质量鉴别[M]. 广州:暨南大学出版社,1995:93-96.
- [3] 田友清,余伯阳,寇俊萍. 麦冬药理研究进展[J]. 中国医学生物技术应用杂志,2002,78(5):1-5.
- [4] 陈屏,徐东铭,雷军. 麦冬化学成分及药理作用的研究现状[J]. 长春中医学院学报,2004,20(1):35-36.
- [5] 王丽楠,陈君,杨美华,等. 不同初加工温度对肉从蓉有效成分含量的影响. 中国药房[J],2007,18(21):1620-1623.
- [6] 冯怡,韩宁,徐德生. 麦冬多糖含量测定方法的研究[J]. 中成药,2006,28(5):705-707.
- [7] 王远,秦民坚,戚进,等. 不同采收期及加工条件对川麦冬多糖含量的影响[J]. 现代中药研究与实践,2009,23(2):3-6.

(收稿日期 2016-03-11)