

白芍药材和饮片一体化加工工艺的优化

王海丽, 曹雨诞, 钱岩, 季敏君, 丁安伟, 张丽*

(南京中医药大学, 江苏省中药资源产业化过程协同创新中心, 中药资源产业化与方剂创新药物国家地方联合工程研究中心, 江苏南京 210023)

摘要: 目的 优化白芍 *Paeoniae Radix Alba* 药材和饮片的一体化加工工艺。方法 UPLC 法测定没食子酸、儿茶素、氧化芍药苷、芍药内酯苷、芍药苷、苯甲酰芍药苷含量, 并以其为指标, 煮制时间、干燥温度及干燥时间为因素, 正交试验法优化加工工艺。结果 最佳条件为煮制时间 15 min, 干燥温度 50 ℃, 干燥时间 6 h。结论 该工艺保证白芍药材和饮片质量, 降低生产成本, 并提高生产效率。

关键词: 白芍; 药材; 饮片; 一体化加工工艺; UPLC; 正交试验

中图分类号: R284.1

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2016)08-1787-06

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2016.08.026

Optimization of the integrated processing technology of *Paeoniae Radix Alba* medicinal material and prepared drug in pieces

WANG Hai-li, CAO Yu-dan, QIAN Yan, JI Min-jun, DING An-wei, ZHANG Li*

(Jiangsu Provincial Collaborative Innovation Center of Chinese Medicinal Resources Industrialization, National and Local Collaborative Engineering Center of Chinese Medicinal Resources Industrialization and Formulae Innovative Medicine, Nanjing University of Chinese Medicine, Nanjing 210023, China)

ABSTRACT: AIM To optimize the integrated processing technology of *Paeoniae Radix Alba* medicinal material and prepared drug in pieces. **METHODS** The contents of gallic acid, catechin, oxypaeoniflorin, albiflorin, paeoniflorin and benzoylpaeoniflorin were determined by UPLC. Then they were taken as indices, together with boiling time, drying temperature and drying time as factors, the processing technology was optimized by orthogonal test. **RESULTS** The best conditions were 15 min for boiling time, 50 ℃ for drying temperature, and 6 h for drying time. **CONCLUSION** This technology guarantees the qualities of *Paeoniae Radix Alba* medicinal material and prepared drug in pieces, decreases the cost of production, and increases the efficiency of production.

KEY WORDS: *Paeoniae Radix Alba*; medicinal material; prepared drug in pieces; integrated processing technology; orthogonal test

白芍为毛茛科植物芍药 *Paeonia lactiflora* Pall. 的干燥根^[1], 其味苦、酸, 性微寒, 具有养血调经、敛阴止汗、柔肝止痛、平抑肝阳之功效^[2], 用于血虚萎黄、月经不调、自汗、盗汗、胁痛、四肢挛痛、头痛眩晕^[3]。《中国药典》2010 版一部规定, 白芍药材的产地加工方法为夏秋季采挖, 洗净, 除去头尾和细根, 置沸水中煮制, 除去外皮或

去皮后再煮, 晒干, 然后洗净, 润透, 切薄片, 干燥制成白芍饮片^[1], 其将产地加工^[4-7]和饮片炮制分开处理, 存在着重复干燥和中间贮存过程现象, 而且经常会出现硫磺反复熏制等情况^[8], 导致有效成分流失^[9]。

白芍一体化加工工艺即从白芍新鲜药材直接到白芍药材饮片的加工工艺, 此工艺将传统的分段式

收稿日期: 2016-02-14

基金项目: 2011 江苏省中药资源产业化过程协同创新中心建设首批重点项目 (ZDXM-1-3); 江苏高校优势学科建设工程资助项目 (ysxk-2014); 江苏高校品牌专业建设工程资助项目 (PPZY2015A070)

作者简介: 王海丽 (1989—), 女, 硕士生, 从事中药质量标准与创新药物研究。Tel: 15861815259

* 通信作者: 张丽 (1971—), 女, 教授, 博士生导师, 从事中药炮制与质量控制研究。Tel: (025) 85811509, E-mail: zhangligu-anxiong@163.com

产地加工与饮片炮制结合为一体。为降低白芍加工生产成本,保证有效成分含量,本实验拟以没食子酸、儿茶素、氧化芍药苷、芍药内酯苷、芍药苷、苯甲酰芍药苷为指标,采用正交试验法优化白芍药材和饮片一体化加工工艺,以保证饮片品质,降低生产成本,提高生产效率。

1 仪器与材料

Waters ACQUITY UPLC 色谱仪,配置二元超高压溶剂管理系统、样品管理系统自动进样器、柱温箱、二极管阵列检测器、真空脱气机、Empower 色谱工作站(美国 Waters 公司);AY220 型电子天平(0.1 mg,日本岛津公司);BP211D 型电子天平(0.01 mg,赛多利斯科学仪器北京有限公司);万能粉碎机(天津泰斯特仪器有限公司);KQ-500 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);DHG-9240 型鼓风干燥箱(杭州蓝天化验仪器厂);EPED 超纯水系统(南京易普达易科技发展有限公司)。

芍药苷(批号 110736-201337)、儿茶素(批号 110877-201203)、没食子酸(批号 110831-201204)对照品均购自中国食品药品检定研究院;芍药内酯苷、氧化芍药苷、苯甲酰芍药苷对照品均购自森贝伽生物科技有限公司(含量 $\geq 98\%$)。乙腈为色谱纯(美国 Tedia 公司);磷酸为优级纯(国药集团化学试剂有限公司);甲醇为色谱纯(江苏汉邦科技发展有限公司);无水乙醇为分析纯(无锡市亚盛化工有限公司)。

鲜白芍于 2014 年 9 月购自安徽省亳州市十九里镇,经南京中医药大学乐巍副教授鉴定为毛茛科植物芍药 *Paeonia lactiflora* Pall. 的鲜根。

2 方法与结果

2.1 含量测定

2.1.1 色谱条件 ACQUITY UPLC C₁₈ 色谱柱(2.1 mm × 100 mm, 1.7 μm);流动相 0.02% 磷酸水(A)-乙腈(B),梯度洗脱(程序见表 1);体积流量 0.6 mL/min;进样量 1 μL;检测波长 230 nm(芍药苷、芍药内酯苷、苯甲酰芍药苷)、258 nm(氧化芍药苷)、280 nm(儿茶素、没食子酸)。HPLC 色谱图见图 1。

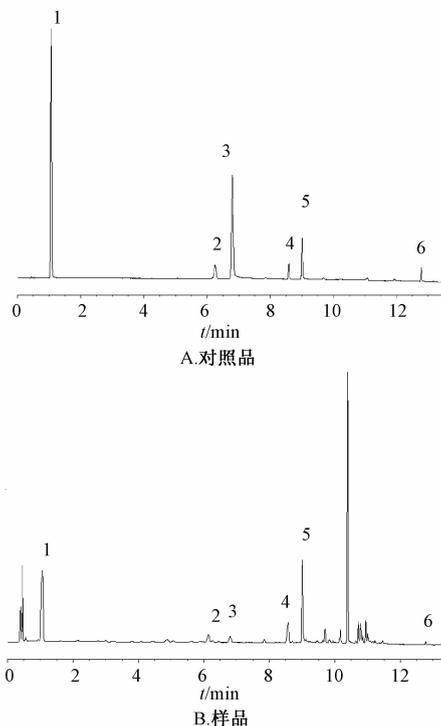
2.1.2 对照品溶液的制备 精密称取干燥至恒重的对照品适量,加甲醇制成一定质量浓度的对照品贮备液,适当稀释后制成含没食子酸(99.96 μg/mL)、儿茶素(42.24 μg/mL)、氧化芍药苷(4.24 μg/mL)、芍药内酯苷

(254.96 μg/mL)、芍药苷(1 018.42 μg/mL)、苯甲酰芍药苷(13.28 μg/mL)的对照品溶液。

表 1 梯度洗脱程序

Tab. 1 Gradient elution programs

时间/min	A 0.02% 磷酸-水/%	B 乙腈/%
0	98	2
2	98	2
7	92	8
8	88	12
10	80	20
13	65	35
15	60	40
16	98	2
17	98	2



1. 没食子酸 2. 儿茶素 3. 氧化芍药苷 4. 芍药内酯苷
5. 芍药苷 6. 苯甲酰芍药苷

1. gallic acid 2. catechin 3. oxypaeoniflorin 4. albilflorin
5. paeoniflorin 6. benzoylpaeoniflorin

图 1 UPLC 色谱图

Fig. 1 UPLC chromatograms

2.1.3 供试品溶液的制备 精密称取样品粉末 1 g,置于 50 mL 量瓶中,加稀乙醇 40 mL,超声提取(40 kHz、600 W) 30 min,取出,放冷,加稀乙醇至刻度,摇匀,上清液经 0.22 μm 微孔滤膜滤过,取续滤液,即得。

2.1.4 线性关系考察 分别精密量取对照品贮备液 0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.0 mL,置于 1 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,制得系列

对照品溶液,在“2.1.1”项色谱条件下测定。以对照品溶液质量浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标(X),峰面积为纵坐标(Y)绘制标准曲线,得回归方程没食子酸 $Y = 3\ 039.7X + 58.925$ (10.00 ~ 99.96 $\mu\text{g}/\text{mL}$, $r = 0.999\ 8$)、儿茶素 $Y = 1\ 373.8X - 13.429$ (4.22 ~ 42.24 $\mu\text{g}/\text{mL}$, $r = 1.000\ 0$)、氧化芍药苷 $Y = 3\ 579.0X + 1\ 047.7$ (0.42 ~ 4.24 $\mu\text{g}/\text{mL}$, $r = 0.999\ 6$)、芍药内酯苷 $Y = 1\ 719.4X + 15\ 222$ (25.50 ~ 254.96 $\mu\text{g}/\text{mL}$, $r = 0.999\ 6$)、芍药苷 $Y = 2\ 268.3X + 71\ 178$ (101.84 ~ 1\ 018.42 $\mu\text{g}/\text{mL}$, $r = 0.999\ 6$)、苯甲酰芍药苷 $Y = 3\ 431.3X + 2\ 173.1$ (1.33 ~ 13.28 $\mu\text{g}/\text{mL}$, $r = 0.999\ 5$),在各自范围内均呈良好的线性关系。

2.1.5 精密度试验 精密吸取对照品贮备液1 μL ,重复进样6次,测得没食子酸、儿茶素、芍药苷、芍药内酯苷、氧化芍药苷、苯甲酰芍药苷峰面积RSD值分别为0.45%、1.24%、0.13%、0.32%、1.47%、0.21%,表明仪器精密度良好。

2.1.6 稳定性试验 取4号样品适量,按“2.1.3”项下方法制备供试品溶液,于0、2、4、6、8、12 h进样1 μL ,测得没食子酸、儿茶素、芍药苷、芍药内酯苷、氧化芍药苷、苯甲酰芍药苷峰面积RSD值分别为1.43%、1.28%、1.33%、1.53%、1.47%、0.52%,表明供试品溶液在12 h内稳定性良好。

2.1.7 重复性试验 精密称取4号样品6份,每份1.0 g,按“2.1.3”项下方法制备供试品溶液,测得没食子酸、儿茶素、芍药苷、芍药内酯苷、氧化芍药苷、苯甲酰芍药苷含有量RSD值分别为0.36%、0.72%、0.37%、0.57%、2.7%、2.7%,表明该方法重复性良好。

2.1.8 加样回收率试验 精密称取4号样品6份,每份0.5 g,精密加入混合对照品溶液(没食子酸445.32 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、儿茶素155.12 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、芍药苷15.14 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、芍药内酯苷980.24 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、氧化芍药苷3 601.45 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、苯甲酰芍药苷47.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$)2 mL,按“2.1.3”项下方法制备供试品溶液,测得没食子酸、儿茶素、芍药苷、芍药内酯苷、氧化芍药苷、苯甲酰芍药苷的平均回收率($n = 6$)分别为97.45%、98.67%、97.89%、100.41%、99.50%、97.84%,RSD分别为1.37%、1.56%、1.45%、1.66%、1.35%、2.00%。

2.2 正交试验

2.2.1 试验设计 根据《中国药典》对白芍加工

炮制的要求及预试验,确定影响白芍饮片质量的主要因素为煮制时间(A)、干燥温度(B)和干燥时间(C),以没食子酸、儿茶素、芍药苷、芍药内酯苷、氧化芍药苷、苯甲酰芍药苷含有量为评价指标,正交试验法进行优化,共3因素3水平9种工艺,分别为 $A_1B_1C_1$ (编号1)、 $A_1B_2C_2$ (编号2)、 $A_1B_3C_3$ (编号3)、 $A_2B_1C_2$ (编号4)、 $A_2B_2C_3$ (编号5)、 $A_2B_3C_1$ (编号6)、 $A_3B_1C_3$ (编号7)、 $A_3B_2C_1$ (编号8)、 $A_3B_3C_2$ (编号9),具体见表2。

表2 因素水平

Tab.2 Factors and levels

水平	因素		
	A 煮制时间/min	B 干燥温度/ $^{\circ}\text{C}$	C 干燥时间/h
1	10	50	4
2	15	60	6
3	20	70	8

2.2.2 性状、含有量及方差分析 白芍9种工艺(表2)所得饮片外观均平坦,无白心,但表面、切面颜色存在差异,具体见表3。

表3 饮片性状

Tab.3 Characters of prepared drugs in pieces

编号	性状
1	饮片平坦,无白心,表面类白色,切面类白色
2	饮片平坦,无白心,表面类白色,切面类白色
3	饮片平坦,无白心,表面类白色,切面类白色
4	饮片平坦,无白心,表面类白色,切面形成层环处微棕红色
5	饮片平坦,无白心,表面类白色,切面形成层环处微棕红色
6	饮片平坦,无白心,表面类白色,切面形成层环处微棕红色
7	饮片平坦,无白心,表面浅棕红色,切面棕红色
8	饮片平坦,无白心,表面浅棕红色,切面棕红色
9	饮片平坦,无白心,表面浅棕红色,切面棕红色

采用层次分析法^[10]对6个指标成分进行两两比较及重要性评判,确定没食子酸、儿茶素、氧化芍药苷、芍药内酯苷、芍药苷、苯甲酰芍药苷的权重系数分别为0.059 6、0.035 3、0.103 9、0.290 8、0.366 3、0.144 1。再计算9种工艺综合评分,发现其综合评分值顺序为 $4 > 7 > 6 > 2 > 3 > 9 > 8 > 1 > 5$,具体见表4。

表5和表6显示,干燥时间、煮制时间、干燥温度对实验结果均无显著性影响($P > 0.05$),因素A的各水平顺序为 $K_2 > K_3 > K_1$,因素B为 $K_1 > K_3 > K_2$,因素C为 $K_2 > K_3 > K_1$,最终得到最佳工艺条件为 $A_2B_1C_2$,即鲜白芍洗净,除去头尾与细根,置沸水中煮15 min,趁热去除外皮,切1 ~ 2 mm薄片,50 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥6 h。

表4 含有量测定结果 (n=2)

Tab. 4 Results of content determination (n=2)

编号	没食子酸		儿茶素		氧化芍药苷		芍药内酯苷		芍药苷		苯甲酰芍药苷		综合评分
	含有量/%	评分											
1	0.134 3	0.036 6	0.039 7	0.022 7	0.005 6	0.088 1	0.361 3	0.267 8	1.339 2	0.329 9	0.015 2	0.115 1	0.860 4
2	0.135 2	0.036 9	0.050 0	0.028 6	0.006 6	0.103 9	0.346 5	0.256 9	1.431 2	0.352 6	0.018 7	0.142 3	0.921 1
3	0.134 5	0.036 7	0.047 1	0.027 0	0.006 5	0.102 5	0.328 9	0.243 8	1.393 9	0.343 4	0.017 9	0.135 9	0.889 2
4	0.179 2	0.048 8	0.061 6	0.035 3	0.006 1	0.095 1	0.392 3	0.290 8	1.395 0	0.343 7	0.019 0	0.144 1	0.957 8
5	0.167 6	0.045 7	0.039 9	0.022 9	0.005 4	0.085 5	0.281 0	0.208 3	1.446 3	0.356 3	0.017 7	0.134 4	0.853 0
6	0.190 2	0.051 8	0.038 3	0.022 0	0.005 5	0.085 6	0.371 4	0.275 3	1.451 7	0.357 6	0.018 5	0.140 6	0.933 0
7	0.208 8	0.056 9	0.043 1	0.024 7	0.005 9	0.092 9	0.372 2	0.275 9	1.486 9	0.366 3	0.018 5	0.140 8	0.957 4
8	0.207 9	0.056 7	0.034 8	0.019 9	0.005 0	0.079 1	0.370 4	0.274 6	1.323 2	0.326 0	0.016 5	0.125 6	0.882 0
9	0.218 6	0.059 6	0.041 9	0.024 0	0.005 8	0.090 5	0.336 1	0.249 1	1.380 5	0.340 1	0.015 8	0.119 8	0.883 2

注: 综合评分=没食子酸评分+儿茶素评分+氧化芍药苷评分+芍药内酯苷评分+芍药苷评分+苯甲酰芍药苷评分, 指标评分=(指标含有量/最大指标含有量)×权重系数

表5 正交试验结果

Tab. 5 Results of orthogonal tests

编号	因素			试验结果		合计
	A	B	C	y_{i1}	y_{i2}	
1	1	1	1	0.842 6	0.867 8	1.710 4
2	1	2	2	0.929 0	0.901 2	1.830 2
3	1	3	3	0.928 9	0.837 6	1.766 6
4	2	1	2	0.941 9	0.962 7	1.904 6
5	2	2	3	0.857 3	0.838 4	1.695 7
6	2	3	1	0.914 6	0.940 5	1.855 1
7	3	1	3	0.942 0	0.961 3	1.903 3
8	3	2	1	0.875 7	0.878 3	1.754 0
9	3	3	2	0.889 6	0.866 0	1.755 6
I_j	5.307 1	5.518 3	5.319 6	$G = \sum y_i = 16.175 6$		
II_j	5.455 5	5.279 9	5.490 4	$CT = G^2/18 = 14.536 1$		
III_j	5.413 0	5.377 4	5.365 6	$S_{\text{总}} = \sum \sum y_{jk}^2 - CT = 0.030 9$		
I_j^2	28.165 8	30.451 5	28.297 7	$SS_{\text{总}1} = 1/2 \sum y_i^2 - CT = 0.024 8$		
II_j^2	29.761 9	27.877 8	30.144 8	$f_{\text{总}1} = 8$		
III_j^2	29.300 4	28.915 9	28.789 5	$SS_{e2} = SS_{\text{总}} - SS_{\text{总}1} = 0.006 1$		
$R_j = I_j^2 + II_j^2 - III_j^2$	87.228 1	87.245 2	87.232 1	$f_{e2} = 9$		
$S_j = 1/6 R_j - CT$	0.001 9	0.004 8	0.002 6			

注: y_{i1} 为第1次正交试验综合评分, y_{i2} 为第2次正交试验综合评分, y_i 为2次正交试验综合评分总和

表6 方差分析

Tab. 6 Analysis of variance

方差来源	离均差平方和	自由度	方差	F值	临界值
A	0.001 9	2	0.001 0	1.4	$F_{0.05(2,9)} = 4.26$
B	0.004 8	2	0.002 4	3.5	$F_{0.01(2,9)} = 8.02$
C	0.002 6	2	0.001 3	1.9	—
误差	0.006 1	9	0.000 7	—	—

2.3 验证试验 取同一批白芍, 按照上述最佳一体化工艺加工制成饮片, 并与同批次按传统分段加工方法制得的饮片比较, 结果见表7。

3 讨论

3.1 含有量测定 本实验建立了UPLC法同时测定白芍中6种成分的含有量, 节省了分析时间。经PDA检测器全波长(190~400 nm)扫描发现, 芍药苷、芍药内酯苷、苯甲酰芍药苷在230 nm、氧

表7 性状与化学成分比较 (n=3)

Tab. 7 Comparisons of characters and chemical constituents (n=3)

工艺	一体化工艺	传统工艺
性状	类圆形薄片, 饮片平坦, 类圆形薄片, 表面类无白心, 表面类白色, 切白色, 平滑, 切面微带面形成层环处微棕红色	棕红色
没食子酸/%	0.178 4	0.171 4
儿茶素/%	0.062 0	0.036 2
氧化芍药苷/%	0.006 1	0.005 2
芍药内酯苷/%	0.394 6	0.223 9
芍药苷/%	1.430 0	1.346 6
苯甲酰芍药苷/%	0.018 9	0.014 7

化芍药苷在258 nm、儿茶素、没食子酸在280 nm波长处有最大吸收, 故选择230 nm作为芍药苷、芍药内酯苷、苯甲酰芍药苷检测波长, 258 nm作

为氧化芍药苷检测波长, 280 nm 作为儿茶素、没食子酸检测波长。

然后, 考察了乙腈-水、乙腈-0.1% 甲酸水、乙腈-0.1% 三氟乙酸水、乙腈-0.1% 磷酸水、乙腈-0.02% 磷酸水流动相系统。结果, 以乙腈-0.02% 磷酸水为流动相时, 色谱图基线平稳, 峰形与6个化合物的分离效果均较好, 故选择其作为流动相。

3.2 白芍煮制时间、干燥时间、干燥温度的考察
白芍煮制5 min后, 尚有白心; 煮制25 min以上, 存在断片、裂片严重的情况; 煮制30 min后, 有效成分综合得分低。根据片形及有效成分综合得分, 选择10、15、20 min作为煮制时间的3个水平。

干燥时间在4~8 h时, 综合得分在0.90以上; 干燥时间在10 h以上时, 综合得分小于0.90, 故选择4、6、8 h作为干燥时间的3个水平。

干燥温度在50~70 ℃时, 白芍中有效成分含量维持在较高水平, 故选取50、60、70 ℃作为干燥温度的3个水平。

3.3 权重系数的合理性 白芍是中医常用补血药, 含有单萜及其苷类、三萜、黄酮、鞣质、多糖等化学成分, 其中以芍药苷、芍药内酯苷、苯甲酰芍药苷、氧化芍药苷等为代表的白芍总苷为主要活性成分, 具有较强的抗炎、镇痛、抗氧化、保肝等药理作用^[11-12]。由于白芍水煮过程中鞣质可水解成没食子酸、儿茶素^[13], 故本实验选取上述6个化合物作为指标性成分。

《中国药典》以芍药苷为白芍质量控制标准, 而其与芍药内酯苷均具有较强的补血作用, 并且芍药内酯苷补血活性更强^[14]; 没食子酸具有抗氧化、增强免疫与抗炎作用^[15-16]; 儿茶素具有增强机体免疫的作用, 但效果远不及白芍总苷^[17]。上述6种成分含量依次为芍药苷>芍药内酯苷>没食子酸>儿茶素>苯甲酰芍药苷>氧化芍药苷, 结合其药理作用强弱以及含量高低, 根据美国运筹学家T. L. Saaty教授提出的1~9标度法(层次分析法)^[10], 对指标成分进行两两重要性比较, 并计算各指标权重系数, 测得权重系数一致性检验CI为0.064 0 (<0.1), 表明该权重系数合理有效。

3.4 一体化工艺的合理性 《中国药典》2015版规定, 白芍饮片中芍药苷不得少于1.20%。本实验一体化工艺中其含量为1.43%, 而传统工艺为1.35%, 一体化工艺产品中其他5个成分的含量也均高于传统工艺产品, 推测白芍含有较多苷类成分, 而且水溶性较大, 在炮制过程中极易损失^[18],

而一体化工艺煮制后再去皮, 在外皮保护下可有效避免有效成分大量损失, 并且煮制亦可增加白芍药材含水量, 使外皮更易去除, 可保证片型良好。

50 ℃下干燥6 h可避免传统工艺两次水处理与两次干燥所导致的有效成分损失, 确保白芍有效成分含量较高。但两种工艺所得饮片中其他化学成分以及药效学方面是否存在差异, 尚有待后期作进一步研究。

4 结论

一体化工艺不仅可以避免白芍有效成分的损耗, 而且可以省略中间储存和重复干燥过程, 使其不受天气因素影响。该工艺方便快捷, 在保证饮片质量的同时, 还可降低生产成本, 提高生产效率。

参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2010年版一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 96.
- [2] 徐宗佩, 郭伟. 白芍的药理作用及临床应用[J]. 天津中医, 1997, 14(1): 46-48.
- [3] 李强, 周荣, 杨伟鹏, 等. 赤芍、白芍补血作用比较研究[J]. 中医药信息, 2010, 27(6): 11-13.
- [4] 冯鑫. 亳白芍产地加工与产业化生产技术研究[D]. 济南: 山东大学, 2008.
- [5] 张云. 白芍药材产地加工工艺初探[J]. 中国中药杂志, 2007, 32(10): 993-995.
- [6] 周冬英, 余琪, 钱冬伟, 等. 白芍药材产地加工方法研究[J]. 中国现代应用药学杂志, 2009, 26(9): 727-729.
- [7] 成丹. 不同产地加工方法对白芍药材质量的影响[J]. 北方药学, 2014, 11(3): 4-5.
- [8] 金传山, 蔡一杰, 吴德玲. 硫磺熏制对白芍中芍药苷含量的影响[J]. 南京中医药大学学报, 2011, 27(2): 161-164.
- [9] 王巧, 刘荣霞, 郭洪祝, 等. 加工炮制对白芍化学成分的影响[J]. 中国中药杂志, 2006, 31(17): 1418-142.
- [10] Abdullah L, Najib L. A new type-2 fuzzy set of linguistic variables for the fuzzy analytic hierarchy process[J]. *Expert Syst Appl*, 2014, 41(7): 3297-3305.
- [11] 李岩. 白芍及其化学成分的药理研究进展[J]. 职业与健康, 2015, 31(15): 2153-2156.
- [12] 张利. 白芍的药理作用及现代研究进展[J]. 中医临床研究, 2014, 6(29): 25-26.
- [13] 孔铭, 白映佳, 徐金娣, 等. 白芍初加工方法和质量控制研究进展[J]. 世界科学技术: 中医药现代化, 2014, 16(10): 2248-2254.
- [14] 张建军, 黄银峰, 王丽丽, 等. 白芍、赤芍及芍药苷、芍药内酯苷对综合放血法致血虚小鼠补血作用的比较研究[J]. 中国中药杂志, 2013, 38(19): 3358-3362.
- [15] 巩向丹, 张叶, 刘宏明. 白芍的研究概况[J]. 药学研究, 2014, 33(9): 531-534.
- [16] 周若龙. 白芍、赤芍化学成分与其生物效应的比较研究

- [D]. 广州: 广州中医药大学, 2013.
- [17] 任默莲, 白芍的化学成分与生物活性研究[D]. 沈阳: 沈阳药科大学, 2009.
- [18] 金传山, 李素亮, 吴德玲, 等. 白芍饮片趁鲜切制产业化生产工艺研究[J]. 中国中药杂志, 2011, 36(24): 3444-3447.

UPLC-Q-TOF/MS 法分析对叶百部蜜炙前后化学成分的变化

董巍¹, 郝修洁², 王超众², 郭丽娜¹, 潘虹¹, 林宇¹, 李晓明¹, 崔涛¹

(1. 齐齐哈尔医学院, 黑龙江 齐齐哈尔 161006; 2. 齐齐哈尔市食品药品监督管理局, 黑龙江 齐齐哈尔 161006)

摘要: 目的 采用超高效液相-飞行时间质谱联用技术(UPLC-Q-TOF/MS)法分析对叶百部 *Stemona tuberosa* Lour. 蜜炙前后化学成分的变化。方法 分析采用 Acquity UPLC BEH C₁₈ 色谱柱; 以 0.1% 甲酸水-0.1% 甲酸乙腈为流动相, 梯度洗脱; 正离子模式下采集数据。主成分分析(PCA)法和正交偏最小二乘判别分析(OPLS-DA)法进行数据处理。结果 蜜炙后, 百部宁、oxystemoninine、百部碱、N-氧-对叶百部碱及其同分异构体、对叶百部碱 H 含量减少。结论 对叶百部蜜炙前后化学成分差异显著, 可能是该植物增效减毒的物质基础。

关键词: 对叶百部; 蜜炙; UPLC-Q-TOF/MS; PCA; OPLS-DA

中图分类号: R284.1

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2016)08-1792-05

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2016.08.027

Variations of chemical constituents in *Stemona tuberosa* before and after stir-frying with honey by UPLC/Q-TOF/MS

DONG Wei¹, HAO Xiu-jie², WANG Chao-zhong², GUO Li-na¹, PAN Hong¹, LIN Yu¹, LI Xiao-ming¹, CUI Tao¹

(1. Qiqihar Medical University, Qiqihar 161006, China; 2. Qiqihaer Municipal Institute for Food and Drug Control, Qiqihar 161006, China)

ABSTRACT: **AIM** To analyze the variations of chemical constituents in *Stemona tuberosa* Lour. before and after stir-frying with honey by ultra-performance liquid chromatography/quadrupole time-of-flight mass spectrometry (UPLC/Q-TOF/MS). **METHODS** The analysis was performed on an Acquity UPLC BEH C₁₈ column, mobile phase was 0.1% formic acid in H₂O-0.1% formic acid in acetonitrile for gradient elution, and data were collected in positive ion mode. Principal component analysis (PCA) and orthogonal partial least-squared discriminant analysis (OPLS-DA) were adopted in the data processing. **RESULTS** After stir-frying with honey, the contents of stemnine, oxystemoninine, stemonine, N-oxytuberostemonine (including its isomer) and tuberostemonine H were decreased. **CONCLUSION** There are significant differences in chemical constituents in *S. tuberosa* before and after stir-frying with honey, which may be the material base for efficacy enhancing and toxicity reducing functions of this plant.

KEY WORDS: *Stemona tuberosa* Lour.; stir-frying with honey; UPLC-Q-TOF/MS; PCA; OPLS-DA

百部为百部科植物直立百部 *Stemona sessilifolia* (Miq.) Miq.、蔓生百部 *Stemona japonica* (BL.)

Miq.、对叶百部 *Stemona tuberosa* Lour. 的干燥块根^[1], 具有润肺下气止咳, 杀虫的功效, 其炮制

收稿日期: 2015-12-24

基金项目: 黑龙江省教育厅面上项目(12541925)

作者简介: 董巍(1983—), 女, 博士, 讲师, 研究方向为中药药效物质基础。Tel: (0452) 2663381, E-mail: pingguoweimeiwei@