

起的茎痕;味苦,嚼之有粘性。

2 显微鉴别

2.1 冰球子:粉末水装片观察。

2.1.1 表皮细胞淡黄棕色,表面观细胞呈多角形,直径38~52 μm ,垂周壁平直,略呈连球状增厚,微木化,平周壁可见稀疏的扁圆形纹孔。下皮细胞呈长多角形,直径可达78 μm ,长可达138 μm ,壁亦呈连球状增厚,可见稀疏的扁长形壁孔。

2.1.2 薄壁细胞大,含粘液质,单个或已破碎,呈类圆形或近椭圆形,直径180~390 μm ,细胞中充满细小的颗粒状粘液质。

2.1.3 草酸钙针晶较多,存在于粘液细胞或薄壁细胞中,有时散在。针晶细小,长18~67 μm 。

2.1.4 导管细小,多为环纹,极少数为小网纹,成束或单个散在,直径13~34 μm ,壁微木化。

2.1.5 木薄壁细胞成块片状,细胞呈长条形,直径13~20 μm ,可见稀疏的扁圆形壁孔。

2.2 小白及:粉末水装片观察。

2.2.1 表皮细胞表面观垂周壁状弯曲,孔沟明显,木化。

2.2.2 草酸钙针晶束存在于大的类圆形粘液细胞中,或随处散在,针晶长20~88 μm 。

2.2.3 纤维成束,呈梭形,直径约11~32 μm ,壁木化,具人字形或椭圆形纹孔。

2.2.4 导管为梯纹、具缘纹孔及螺旋,直径10~30 μm 。

2.2.5 淀粉粒众多,均已糊化呈团块无色。

3 理化鉴别

取两种粉末各2g,加水20mL,在沸水浴中热浸30min,滤

过。取滤液1mL,加入新配制的碱性酒石酸铜试剂5滴,在沸水浴中加热,约20s,均产生棕红色沉淀,继续沸水浴加热,同时慢慢滴加碱性酒石酸铜试剂,冰球子溶液由棕红色转为淡黄色,沉淀变为黄棕色胶团状;白及溶液由棕红色转为淡兰色,沉淀变为棕紫色胶团状。

4 讨论

4.1 冰球子:性味归经:甘微辛、凉。归肝、脾经。功效主治:清热解毒,消肿散结,化痰。用于痈疽疔肿,瘰疬痰核,淋巴结核,蛇虫、狂犬咬伤。

4.2 小白及:性味归经:苦、甘、涩、微寒。归肺、肝、胃经。功效主治:收敛止血,消肿生肌。用于咳血衄血,外伤出血,痈疮肿毒,皮肤皲裂,肺结核出血,溃疡病出血,水火灼伤。

4.3 上文所述两药性状、显微与理化鉴别不同,性味、归经与功效主治各异,使用掺有小白及的冰球子后,将会加重病情,耽误治病良机,造成医疗事故。采购、验收、经营中药的有关人员选购、验收、出库药材时,须严把质量关。对药材掺杂部分,尤须反复查验,稍有疑虑,拒绝入、出库,抽样送药检部门予以鉴定,以免造成质量事故。

参考文献

- [1] 中国药典一部. 2000年版. 2000. 76.
- [2] 高万山,刘松明. 中药材理化鉴别手册. 南京大学出版社, 1993. 199.
- [3] 张继,陈德昌,林惠蓉,等. 中国中药材真伪鉴别图鉴,第二册. 广东科技出版社,1997. 24. 71.

收稿日期:2003-10-20

正交试验优选当归水提取工艺条件的研究

沈亮,徐方成*,蓝云才,洪金庆(厦门大学化学工程与生物工程系,福建 厦门 361005)

当归为多年生伞形科草本植物,主产于甘肃、云南、四川等地,根部入药,功能主治补血活血,调经止痛,润肠通便,其主要有效成分为阿魏酸。阿魏酸的化学名称为4-羟基-3-甲氧基肉桂酸,有顺式和反式两种,顺式为黄色油状物,反式为白色至微黄色结晶物,一般系指反式,分子量194.19,熔点174 $^{\circ}\text{C}$,微溶于冷水,可溶于热水。阿魏酸具有很强的抗氧化活性和抗菌活性,除了医药,在食品、化妆品、液晶、饲料添加剂等行业都有很广泛的用途^[1]。

中药的浸取是溶剂进入药材,将有效成分从固相转移到液相的过程。一般认为,有效成分在药材中的扩散是决定浸出速率的主要步骤。影响浸出的因素主要有溶剂、温度、压力、固体药材粒度与液体的流动状态等^[2]。本文用正交试验法确定用水作溶剂从生药当归中提取有效成分阿魏酸的优

化工艺条件,具有一定的现实意义。

1 仪器与试剂

仪器:UNICAM UV300型紫外-可见光分析仪(英国UNICAM),BS110S型电子天平(德国SARTORIUS),TDL-40B型台式离心机(上海安亭科学仪器厂),R-205型旋蒸仪(瑞士BUCHI),W202B型恒温水浴锅(上海申胜生物技术有限公司),SHB-III A型循环水式多用真空泵(郑州长城科工贸有限公司),针筒膜过滤器($\Phi 0.22\mu\text{m}$)。

试剂:当归(中国泉州海峡药业有限公司)、阿魏酸(标准品,中国药品生物制品检定所,0773-9910)。

2 正交设计

2.1 因素-水平的确定

在当归的水提取中,重点考察浸取温度、时间,加水倍量

* 通讯作者:徐方成,福建厦门大学1103信箱,361005。邮件地址:fexu@xmu.edu.cn

(水和当归的质量比)3个因素,每个因素选择3个水平。列因素-水平^[3]如表1。

表1 正交试验的因素和水平

水平	因素		
	A 温度(°C)	B 时间(min)	C 加水倍量
1	50	30	6
2	80	60	8
3	100	90	10

表2 正交试验实施方案及计算结果

实验号	A	B	C	D	阿魏酸的浓度(ppm)
1	1	1	3	2	226.7994
2	2	1	1	1	414.7768
3	3	1	2	3	303.1966
4	1	2	2	1	228.8098
5	2	2	3	3	398.6932
6	3	2	1	2	443.9284
7	1	3	1	3	331.3430
8	2	3	2	2	426.8396
9	3	3	3	1	318.2750
M ₁	786.9522	944.7728	1190.0480	961.8617	
M ₂	1240.3100	1071.4310	958.8460	1097.5670	
M ₃	1065.4000	1076.4580	943.7676	1033.2330	
R	453.3575	131.6848	246.2807	135.7057	

3 实验方法

3.1 样品的制备

取当归适量粉碎,用电子天平精密称取10g,按表2中的正交设计方案加入纯净水,室温下冷浸20min,再水浴浸取,完成水提后过滤,将滤液减压浓缩到原来体积的三分之一左右,用高速离心机和针筒膜过滤器分离提纯当归水提液的浓缩液。依次重复操作得1-9号样品液。

3.2 阿魏酸的测定

3.2.1 检测波长的确定 用电子天平准确称取5mg阿魏酸标准品,置50mL的棕色容量瓶中加水定容到刻度线,制备得100ppm的阿魏酸标准液,在波长250~400nm范围内全扫描,结果在波长315nm处有最大吸收峰,由此确定检测波长为315nm。

3.2.2 标准曲线的制备 精密量取阿魏酸标准液4,6,8,10,12,15mL,分别置于100mL量瓶中,稀释至刻度,摇匀。在315nm波长处测定吸光度。以浓度(C)对吸光度(A)进行线性回归,得回归方程 $C = 20.05547 A + 0.0548$ ($r = 0.99878$)。

3.2.3 样品含量测定 取1~9号样品液,在315nm波长处测定吸光度,按标准曲线计算出样品含量,结果见表2。

4 结果分析

4.1 极差分析

根据极差R,各因素影响大小顺序为A>C>B。各因素

2.2 正交设计表

本项研究不考虑各因素间的交互作用,选择L₉(3⁴)正交表,见表2,空列D作为误差列。

水平变化时阿魏酸含量变化如图1,由图1看出最好的因素水平搭配是A₂C₁B₃,即温度80°C,加生药质量6倍的水,提取时间90min为宜。

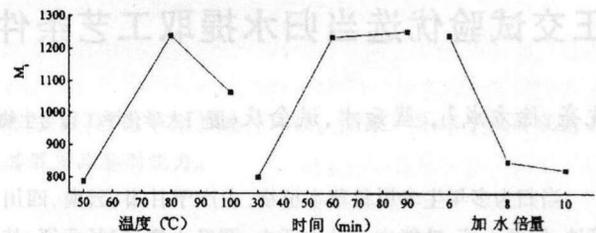


图1 水平变化时指标趋势图

4.2 方差分析

由表3看出影响最大的因素是A(提取温度),因素B和C在实验范围内作用均不显著,因此一味味的增加浸取时间没有很大意义,而从经济角度出发也应选择最小的加水倍量。

表3 方差分析表

方差来源	离差平方和 S _j	自由度 f _j	均方 (S)	F 值	显著性 P
A	34851.06	2	17425.53	11.34442	P < 0.1
B	3712.06	2	1856.03	1.208318	
C	12704	2	6352	4.135297	
误差	3072.089	2	1536.044		

4.3 工艺验证

由于优化工艺条件 $A_2C_1B_3$ 不在表 2 项中,需另作实验。经验证此条件下水提液中阿魏酸浓度 552.5000ppm,确实为最大。

5 结论与讨论

正交试验得出当归水提取阿魏酸的最佳工艺条件为加生药 6 倍量的水,80℃水浴浸取,时间 90min。

试验结果表明温度是影响提取效果最主要的因素,需重点控制。根据阿魏酸微溶于冷水,可溶于热水的性质,本文选择的浸取温度范围是 50~100℃,结果在 80℃水平上阿魏酸浸出效果最好,说明提取温度并非越高越好,分析原因可能是高温引起蛋白质等高分子物质糊化,堵塞孔道,阻碍有效成分从细胞中扩散出。

提取时间和加水量对所得阿魏酸含量的影响不大,选择较小的加水量可以节约成本,便于后续的浓缩,离心分离等

纯化操作。理论上讲,当有效成分在生药及药液中的浓度达到平衡后,便不再向药液中扩散,时间因素就不起作用了,因而并非提取时间越长越好。本文选择的最佳提取时间 90min 有最好的提取效果,且足够长,工业生产可参考此数据作为水提取时间上限。

参考文献

- [1] 许仁溥,许大申.阿魏酸应用开发[J].粮食与油脂,2000,(6):7.
- [2] 吕阳成,骆广生,戴猷元.中药提取工艺研究进展[J].中国医药工业杂志,2001,32(5),232.
- [3] 韩芝隆.概率论与数理统计[M].北京:化学工业出版社,2000.

收稿日期:2004-07-18

1) 铁皮箱贮藏中药饮片的利弊

吕王珍(浙江省永康市医药材总公司,浙江永康 321300)

中药饮片的贮藏和养护是保证中药饮片质量的一个重要环节。目前,很多药店与医院药房(库),对中药饮片用铁皮箱贮藏。改善了过去用破木箱、纸箱、篓筐、麻袋的贮藏条件。实践证明用铁皮箱贮藏中药饮片有经久耐、防鼠害利,但弊端也不少如:

1 铁皮箱透气性能差,贮藏中药饮片易产生质变

铁皮箱具有密闭、传热快、不透气等性能。夏秋季节铁皮箱内温度最高可达 35℃以上,霉雨季节容易“出汗”,铁皮箱内中药饮片含水量可达 15%以上。在这种温湿度的情况下,害虫和霉菌及其它腐生菌就会繁殖,中药饮片在贮藏中容易发生变质。加上有的中药饮片经干燥或炮制后,没有摊凉就立即装入铁皮箱,箱内温度就产生骤升骤降的不良现象。铁皮箱内温度在 25℃以上时,就很容易发霉、生虫、泛油、变色等,使中药饮片变质。

2 应当根据中药饮片的不同性质选择不同容器贮藏中药饮片,并采取综合措施

根据中药饮片种类性质的不同,容易虫蛀、霉变、泛油、分解、变色、鼠咬的饮片,选择适宜的容器和贮藏方法。例如:

2.1 水分

中药饮片都含有一定的合理安全水分。在南方,一般含水量在 8~12%之间为妥,北方可略高一点。如超过或低于应有的水分,中药饮片都容易发生变质。对含水量多的中药饮片均不宜用铁皮箱贮藏。中药饮片必须干燥摊凉后,才可

贮藏。

2.2 成分

中药含有各种不同成分,性质各异。某些不稳定成分,易受自然因素和外界因素的影响而发生各种变异。对富含脂肪或挥发油的饮片,可用木箱或外木内铁皮衬胆盖箱或有透气孔的铁皮箱贮藏为宜。因铁皮箱密闭不透气,水汽不能蒸发,使油脂发生氧化分解和酸败,即“泛油”或发霉生虫。如:杏仁、桃仁、柏子仁、当归、党参、蛤蟆油、鹿筋皮。

含有粘液质、糖类的饮片,经受闷热和受潮后,易膨胀发热,分解、变色,并易发霉生虫。如麦冬、枸杞子、熟地、制黄精等。宜用瓦罐(缸)贮藏。

含有色素的饮片,受闷热和受潮后,色素易分解、褪色、变黑等现象。如:玫瑰花、红花、月季花等。经查白色的银耳经铁皮箱密闭受热,两周即变黄色。应用避光保存或外木内衬铁皮胆、木盖箱或箱内加生石灰贮藏。

对易被鼠咬的种子(不易泛油)、果实类,宜用铁皮箱贮藏为好。

2.3 综合措施

2.3.1 中药饮片含水量应当控制在安全范围,如果用铁皮箱贮藏中药饮片应用木板盖;

2.3.2 改善中药饮片库房内通风、温湿度控制、光照等条件,加强养护和适时检查。

收稿日期:2004-07-16