

正交试验优选无名异的炮制工艺

陈新梅*

(山东中医药大学药学院, 济南 250355)

[摘要] 目的: 优选无名异的炮制工艺。方法: 以 MnO_2 含量为指标, 通过正交试验考察煅制温度、米醋用量、煅制时间对无名异炮制工艺的影响, 考察炮制工艺对 MnO_2 含量及药材显微形态的影响。结果: 最佳炮制工艺为煅制温度 $700\text{ }^\circ\text{C}$, 米醋用量 20% , 煅制时间 40 min ; 生品和炮制品中 MnO_2 质量分数 ($\bar{x} \pm s, n = 3$) 分别为 $(6.13 \pm 0.50)\%$, $(7.35 \pm 3.27)\%$; 与生品相比, 无名异经煅制醋淬后, 在光学显微镜下观察到透明晶体的数量增加, 在偏光显微镜下观察到有色晶体的数量增加, 晶体的外型均呈块状或肾状。结论: 优选的无名异炮制工艺稳定可行, 为无名异的炮制工艺规范提供参考。

[关键词] 无名异; 炮制工艺; 正交试验; 二氧化锰; 显微形态

[中图分类号] R283.3 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2014)08-0019-03

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2014080019

Optimization of Processing Technology of Pyrolusitum by Orthogonal Design

CHEN Xin-mei*

(College of Pharmacy, Shandong University of Traditional Chinese Medicine, Ji'nan 250355, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize processing technology of pyrolusitum. **Method:** Taking the content of MnO_2 as index, orthogonal test was designed to optimize processing technology of pyrolusitum with processing temperature, the amount of vinegar and processing time as factors. Effects of processing technology on the content of MnO_2 and microscopic morphology of pyrolusitum before and after processed were investigated. **Result:** The best processing technology of pyrolusitum were identified as calcining for forty min under temperature of $700\text{ }^\circ\text{C}$ with vinegar amount of 20% ; Under these conditions, the mass fraction of MnO_2 in crude and processed products were $(6.13 \pm 0.50)\%$ and $(7.35 \pm 3.27)\%$, respectively; Compared with crude products, after vinegar quenched of pyrolusitum, its transparent crystals number increased which could be observed under an optical microscope, appearance of crytals showed a lump or kidney shaped. **Conclusion:** This optimized technology was stable and feasible, which could provide a reference for criterion of processing technology of pyrolusitum.

[Key words] pyrolusitum; processing technology; orthogonal design; MnO_2 ; microscopic morphology

无名异为氧化物类矿物软锰矿矿石, 主产于广西、广东、四川等地, 主要成分为二氧化锰 (MnO_2), 尚含铁、钴、镍等成分^[1], 具有祛瘀止痛、消肿生肌之功效, 临床用于治疗跌打损伤和骨折^[2]。无名异的炮制方式历代多采用“经煅醋淬”^[3], 但炮制方式对无名异中有效成分的影响尚未见报道。本实验采用正交试验优选无名异的醋制工艺, 并考察该工艺

对无名异中 MnO_2 含量和显微形态的影响, 为规范该药材的炮制工艺提供参考。

1 材料

SX-4-10 型箱式电阻炉控制箱 (天津市泰斯特仪器有限公司), DM2500 型数码摄像正置万能显微镜 (德国 Leica), FA1604N 型 1/万电子分析天平 (上海精密科学仪器有限公司)。

无名异购自亳州国医堂药业有限公司或安国市蔺氏药材, 产地广西, 经山东中医药大学药学院生药系周凤琴教授鉴定为 Pyrolusitum; 山西陈醋 (山西紫林醋业股份有限公司, 总酸 $\geq 0.04\text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$), 硫酸亚铁铵对照溶液 (天津市恒兴化学试剂制造有限公

[收稿日期] 20130729(013)
[基金项目] 《山东省中药炮制规范》2012 年版修订项目
[通讯作者] * 陈新梅, 博士, 副教授, 从事药剂学研究, Tel: 0531-89628081, E-mail: xinmeichen@126.com

司,批号 20130109),二苯胺磺酸钠(天津市光复精细化工研究所),试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 MnO₂ 的含量测定^[4-5] 精密称取无名异粉末 0.05 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加磷酸 7.5 mL 和 30% 过氧化氢 2.5 mL,瓶口插一短颈小漏斗,于红外炉上溶解,待冒白烟后 2 min,取下冷却;加热水 50 mL,2% 硝酸银溶液 2.5 mL 和 30% 过硫酸铵溶液 7.5 mL,煮沸至大气泡后持续 2 min,记录溶液颜色,取下放冷;用 0.1 mol·L⁻¹ 的硫酸亚铁铵对照溶液滴定至浅红色,加 0.2% 二苯胺磺酸钠指示液 3 滴后溶液变为紫红色,继续滴定至紫红色消失,记录消耗的硫酸亚铁铵对照溶液体积(*V*),按公式 $W = 0.2 \times CV \times 86.94 / m_x \times 100\%$ (*W* 为 MnO₂ 质量分数,*m_x* 为取样量,*C* 为硫酸亚铁铵对照溶液的摩尔浓度)计算 MnO₂ 含量。

2.2 醋制工艺优选 在预试验基础上,选择煅制温度、米醋用量、煅制时间为考察因素,以 MnO₂ 质量分数为评价指标,采用 L₉(3⁴) 正交表安排试验,因素水平见表 1。取无名异,除杂,洗净,置捣筒内捣碎至直径均 <0.3 cm 的碎块。称取无名异 10 g 置坩埚内,置马福炉内,按相应参数进行煅制醋淬,测定 9 批炮制品中 MnO₂ 含量,试验安排及结果见表 2,方差分析见表 3。

表 1 无名异醋制工艺正交试验因素水平

水平	A 煅制温度/℃	B 米醋用量/%	C 煅制时间/min
1	300	20	20
2	500	30	30
3	700	40	40

由直观分析可知,各因素对 MnO₂ 含量的影响顺序为 *A* > *C* > *B*。方差分析表明各因素对 MnO₂ 含量的影响无显著性差异,确定最佳醋制工艺为 A₃B₁C₃,即米醋用量 20%,煅制温度 700 ℃,煅制时间 40 min。

2.3 醋制工艺对 MnO₂ 含量的影响 采用优选的醋制工艺炮制无名异,按 2.1 项下方法测定炮制品和生品中 MnO₂ 质量分数 ($\bar{x} \pm s, n = 3$) 分别为 (24.25 ± 1.44)%, (19.75 ± 0.30)%,经统计学检验,与生品相比,炮制品中 MnO₂ 含量显著提高。

2.4 验证试验 另取一批不同厂家的无名异,按优选的工艺条件进行醋制,按 2.1 项下方法测定生品和炮制品中 MnO₂ 质量分数 ($\bar{x} \pm s, n = 3$) 分别为 (6.13 ± 0.50)%, (7.35 ± 3.27)%,经统计学检验,生品与炮制品的 MnO₂ 含量具有显著性差异。

表 2 无名异醋制工艺正交试验安排及直观分析

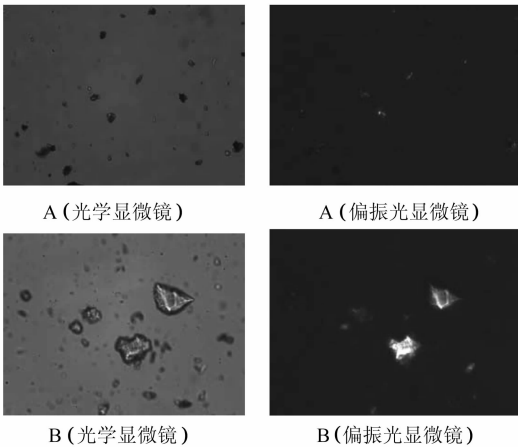
No.	A	B	C	D(空白)	MnO ₂ 质量分数/%
1	1	1	1	1	21.45
2	1	2	2	2	22.02
3	1	3	3	3	22.27
4	2	1	2	3	24.34
5	2	2	3	1	23.76
6	2	3	1	2	23.57
7	3	1	3	2	24.25
8	3	2	1	3	24.25
9	3	3	2	1	23.30
K ₁	21.91	23.35	23.09	22.84	
K ₂	23.89	23.34	23.22	23.28	
K ₃	23.93	23.05	23.43	23.62	
R	2.02	0.30	0.34	0.78	

表 3 醋制工艺方差分析

方差来源	SS	<i>f</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P</i>
A	9.71	2	2.67	6.99	>0.05
B	0.64	2	0.06	0.46	>0.05
C	0.64	2	0.06	0.45	>0.05
D(方差)	1.39	2	0.31		

注: $F_{0.05}(2,2) = 19$ 。

2.5 炮制对无名异显微形态的影响^[6] 将无名异的生品和醋制品粉碎,过八号筛,样品甘油装片,分别在光学显微镜和偏振光显微镜下观察(图 1),与生品相比,无名异经煅制醋淬后,在光学显微镜下观察到透明晶体的数量增加;在偏光显微镜下观察到有色晶体的数量增加;晶体的外形均呈块状或肾状。



A. 生品;B. 醋制品

图 1 无名异显微形态观察(×10)

棉酚的大孔吸附树脂纯化工艺优选

吴汉夔¹, 杨伟华^{2*}, 司庆贺¹

(1. 安阳师范学院, 河南 安阳 455000; 2. 中国农业科学院棉花研究所, 河南 安阳 455000)

〔摘要〕 目的: 优选从棉子中分离棉酚的大孔吸附树脂纯化工艺。方法: 采用静态吸附-洗脱与动态吸附-洗脱试验筛选大孔树脂型号, 通过单因素试验优选洗脱流速, 利用正交试验考察上样液质量浓度、洗脱剂乙醇体积分数、上样液 pH 及洗脱液中乙醇体积分数对棉酚纯化工艺的影响。结果: 选用 H103 型大孔吸附树脂, 最佳纯化工艺为上样液中棉酚质量浓度 90 mg·L⁻¹, 上样液 pH 7, 上样液中乙醇体积分数 40%, 洗脱剂为 80% 乙醇; 棉酚纯度由提取液的 6.2% 提高至洗脱液中 83.6%, 转移率 76.7%。结论: 优选的工艺稳定可行, H103 型大孔树脂适用于棉酚的纯化。

〔关键词〕 大孔吸附树脂; 棉子; 棉酚; 纯化工艺; 正交试验; 单因素试验

〔中图分类号〕 R283.6; R284.2 〔文献标识码〕 A 〔文章编号〕 1005-9903(2014)08-0021-04

〔doi〕 10.13422/j.cnki.syfjx.2014080021

〔网络出版地址〕 <http://www.cnki.net/kcms/doi/10.13422/j.cnki.syfjx.000033.html>

〔网络出版时间〕 2014-02-07 15:16

Optimization of Purification Process for Gossypol from *Gossypium herbaceum* by Macroporous Adsorption Resin

WU Han-kui¹, YANG Wei-hua^{2*}, SI Qing-he¹

〔收稿日期〕 20131129(020)

〔基金项目〕 国家科技支撑计划项目(2012BAD36B01-02); 国家棉花产业技术体系项目(CARS-18-24)

〔第一作者〕 吴汉夔, 博士, 副教授, 从事天然药物化学研究, Tel: 15137238927, E-mail: hkwu@aynu.edu.cn

〔通讯作者〕 * 杨伟华, 研究员, 从事棉花品质监督与检验研究, Tel: 0372-2525389, E-mail: cottontest@126.com

3 讨论

无名异煅制的主要目的是使其酥脆, 醋淬的主要目的在于使药物中有效成分易于溶出。按最佳醋制工艺制备的炮制品中 MnO₂ 含量较生品显著性增加, 验证试验结果亦证明了这一点。与生品相比, 无名异经过煅制醋淬后, 晶体数量大大增加, 原因可能是因为经煅制醋淬后, 药材酥脆, 去除尘土后, 使晶体暴露所致。

无名异中主要成分为 MnO₂, 锰的质量分数占 63.1%^[1], 故选择 MnO₂ 含量作为评价指标。该药材来源于矿石, 含有一定的汞、砷等成分, 经煅制醋淬后这些成分的含量变化还有待确认, 但这些变化的综合因素可能会起到“减毒增效”的作用^[7-8]。

〔参考文献〕

〔责任编辑 仝燕〕

药杂志, 2011, 27(8): 555.

[2] 柴林巧, 孙燕萍, 王科钦, 等. 无名异药学研究概况[J]. 辽宁中医药大学学报, 2012, 14(6): 59.

[3] 冉懋雄, 郭建民. 现代中药炮制手册[M]. 北京: 中国中医药出版社, 2002: 901.

[4] 孙文基, 谢世昌. 天然药物成分定量分析[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2003: 293.

[5] 陈新梅. 无名异的质量控制[J]. 中国实验方剂学杂志, 2013, 19(17): 107.

[6] 陈新梅. 矿物药无名异的显微观察[J]. 齐鲁药事, 2012, 31(9): 524.

[7] 张扬. 我国药用矿物学的发展困境及其对策选择[J]. 资源与产业, 2010, 12(S1): 117.

[8] 柴林巧, 孙燕萍, 王科钦, 等. 无名异药学研究概况[J]. 辽宁中医药大学学报, 2012, 14(6): 59.

〔1〕 高小恒, 陈达艳, 薛进. 无名异本草考证[J]. 实用中医