

传统及趁鲜加工工艺对荆芥饮片质量的影响

刘雨晴¹,许凤清^{1,2},吴德玲^{1,2},廖延武¹,张伟^{1,2},赵宏苏¹

(1. 安徽中医药大学药学院,安徽 合肥 230012;

2. 中药饮片制造新技术安徽省重点实验室,安徽 合肥 230012)

[摘要]目的 建立荆芥药材及饮片内在质量综合评价体系,比较趁鲜加工饮片与传统加工饮片的质量差异,探讨荆芥趁鲜加工的可行性,为荆芥饮片的生产提供依据。**方法** 以挥发油、胡薄荷酮、总黄酮和橙皮苷为指标,通过综合评分法建立荆芥药材及其饮片的质量评价标准,并利用正交偏最小二乘判别分析比较传统加工与趁鲜加工方式对荆芥饮片质量的影响。**结果** 趁鲜加工制得的饮片中挥发油、胡薄荷酮、总黄酮及橙皮苷的含量均高于传统加工所得饮片,正交偏最小二乘判别分析结果显示挥发油是影响荆芥饮片质量最主要的成分。**结论** 趁鲜加工工艺在荆芥饮片生产上具有可行性,能有效提高荆芥饮片的质量,方便后续饮片加工。

[关键词]荆芥;趁鲜加工;总黄酮;橙皮苷

[中图分类号]R282 **[DOI]**10.3969/j.issn.2095-7246.2020.06.019

荆芥始载于《神农本草经》,来源于唇形科植物荆芥 *Schizonepeta tenuifolia* Briq. 的干燥地上部分^[1],是临床常用辛温解表药。其性温、味辛,以全草入药,具有解表散风、透疹、消疮之功效,主治风寒感冒、咽喉肿痛及多种皮肤病^[2-3]。荆芥主要含有挥发油、黄酮、单萜苷类、甾体等化学成分^[4-5]。现代药理研究^[6-7]表明,荆芥在抗感染和抗病毒方面具有较好的疗效。

传统荆芥饮片生产加工过程中涉及清洗、软化工序,与水较长时间接触,一方面会导致荆芥中亲水性有效成分流失,另一方面软化切制后的二次干燥也会使荆芥中挥发性成分丢失,从而影响荆芥饮片的质量^[8]。因此,荆芥作为一种富含挥发油类成分的全草类药材,其饮片的切制加工工艺对保证其质量优劣起决定性作用。有研究^[9]表明,新鲜药材在产地采收后就趁鲜加工成饮片,对于提高中药饮片的质量具有十分重要的意义。2015年版《中华人民共和国药典》以挥发油和胡薄荷酮作为荆芥质量控制的主要指标。现有研究^[10-11]表明,荆芥中黄酮类成分之一的橙皮苷具有抗感染、抗病毒、抗氧化等多种药理活性,荆芥总黄酮亦具有抗肿瘤等作用^[12-13]。因此,本研究以荆芥饮片挥发油、胡薄荷酮、橙皮苷及总黄酮含量作为指标,通过综合评分法建立荆芥药材及饮片的质量评价标准,并利用正交

偏最小二乘判别分析(orthogonal partial least squares discriminant analysis, OPLS-DA)比较传统加工与趁鲜加工方式对荆芥饮片质量的影响,旨在探讨趁鲜加工的合理性与可行性。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 水分测定装置:湘潭市三星仪器有限公司;挥发油测定器:湘潭市三星仪器有限公司;岛津 LC-2030C 3D 型高效液相色谱仪:日本岛津公司;ME204E 电子天平:梅特勒·托利多仪器有限公司;TU-1810 紫外可见分光光度计:北京普析通用仪器有限公司;RHP-100 型高速多功能粉碎机:浙江永康市荣浩工贸有限公司;HH-6 型数显恒温水浴锅:常州普天仪器制造有限公司;KQ-500DE 型数控超声波清洗器:昆山市超声仪器有限公司。

1.2 试剂 胡薄荷酮对照品(批号 YBF18052406,纯度 $\geq 98\%$)、橙皮苷对照品(批号 YBF18052412,纯度 $\geq 98\%$):购于南京元宝峰医药科技有限公司;芦丁标准品(批号 100080-201610,纯度 $\geq 92.6\%$):购于中国食品药品检定研究院;甲醇、乙腈为色谱纯;德国默克公司;水为纯净水;其他试剂均为分析纯。

荆芥药材于2018年9月13日采自国家中药标准化荆芥种植基地——安徽省亳州市十八里荆芥种植基地,经安徽中医药大学刘守金教授鉴定为唇形科植物荆芥 *Schizonepeta tenuifolia* Briq. 新鲜地上部分。将原药材割取荆芥地上部分,除去杂质,晒干。传统加工饮片:将原药材喷淋清水,洗净润透,于50℃烘1h,切段,阴干干燥后即得。趁鲜加工饮片:将荆芥新鲜植株除去杂质,经过自然干燥至五成干,切段,阴干干燥即得。

基金项目:国家中药标准化项目(ZYBZH-C-AH-02);安徽省高校科研创新平台-中药饮片产地加工与炮制一体化关键技术研究创新团队项目(皖教社科[2015]49号)

作者简介:刘雨晴(1996-),女,硕士研究生

通信作者:吴德玲(1973-),男,教授,dlwu7375@sina.com

2 方法与结果

2.1 挥发油及胡薄荷酮含量测定 依照2015年版《中华人民共和国药典》，分别取荆芥原药材、传统加工饮片、趁鲜加工饮片对挥发油及胡薄荷酮进行含量测定^[3]，结果见表1。

2.2 总黄酮的含量测定

2.2.1 对照品溶液的制备 取芦丁对照品适量，置于50 mL量瓶中，加甲醇溶解，配制成每1 mL含228.84 μg的对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备 取荆芥饮片粉末(过2号筛)0.5 g，精密称定。置于100 mL具塞磨口三角瓶中，加入甲醇25 mL，密塞，称定质量。水浴加热回流30 min，放置室温，加甲醇补足减失的质量，滤过，取续滤液，即得。

2.2.3 测定方法 取芦丁对照品溶液或供试品溶液，置于25 mL量瓶中，加水至10 mL，加5%亚硝酸钠溶液1 mL，摇匀，放置6 min，再加10%硝酸铝溶液1 mL，摇匀，放置6 min，续加4%氢氧化钠溶

液10 mL，加水定容至刻线，摇匀，放置15 min^[13]，以相应试剂为空白，进行全波长扫描，结果表明供试品溶液的最大吸收在500 nm处，且阴性对照品无干扰。在该条件下测定吸收度A，计算总黄酮的含量，结果见表1。

2.2.4 线性关系的考察 精密吸取“2.2.1”项下的对照品溶液2、3、4、5、6、7 mL，自“置于25 mL量瓶中”起，按“2.2.3”方法制备系列浓度的芦丁对照品溶液，以浓度(ρ)为横坐标，吸光度(A)为纵坐标，绘制标准曲线，标准曲线为 $A=0.0116\rho+0.0129$ ， $r=0.9999$ ，线性范围为18.307~64.075 μg/mL。

2.3 橙皮苷含量的测定

2.3.1 色谱条件 色谱柱：SinoChrom ODS-BP(4.6 mm×250 mm, 5 μm)。流动相采用乙腈-0.05%磷酸水梯度洗脱程序：0~19 min, 20%乙腈；19~20 min, 20%→85%乙腈；检测波长为283 nm，柱温30℃，流速为1.0 mL/min。色谱图见图1。

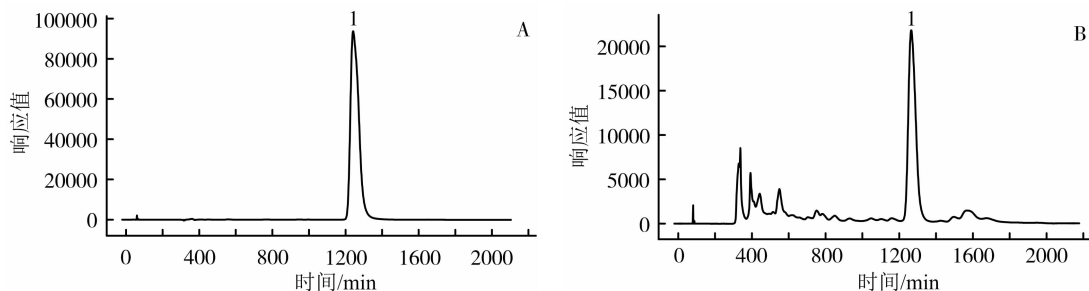


图1 橙皮苷标准品(A)及荆芥样品(B)的高效液相色谱图(1代表橙皮苷)

2.3.2 对照品溶液的制备 精密称取橙皮苷对照品适量，加甲醇制成每1 mL含121.48 μg的对照品溶液。

2.3.3 供试品溶液的制备 精密称取荆芥饮片样品粉末(过2号筛)0.5 g，置于三角锥形瓶中，加甲醇25 mL，密塞，称定质量，回流30 min，放冷，称定质量，加相应溶剂补足减失的质量，摇匀，经0.45 μm滤膜滤过，取续滤液制成供试品溶液。

2.3.4 线性关系的考察 精密吸取橙皮苷对照品

溶液，以甲醇稀释成不同浓度按“2.3.1”项下色谱条件进样10 μL，以橙皮苷进样浓度(ρ)为横坐标，以峰面积(A)为纵坐标，进行线性回归分析，得线性方程 $A=19.11\rho+17.328$ ， $r=0.9999$ ($n=6$)，表明橙皮苷在3.80~121.48 μg/mL的范围内线性关系良好。

2.3.5 含量测定 取18批荆芥样品，按照“2.3.3”项下方法制备供试品溶液，按照“2.3.1”项下色谱条件进行测定，计算样品中橙皮苷的含量，结果见表1。

表1 不同加工方式荆芥饮片及药材挥发油、胡薄荷酮、总黄酮、橙皮苷含量($\bar{x} \pm s$, $n=6$)

样品	挥发油含量/%	胡薄荷酮含量/%	总黄酮含量/%	橙皮苷含量/%
传统加工饮片	0.82±0.03	0.51±0.10	1.55±0.24	0.22±0.04
趁鲜加工饮片	0.97±0.07	0.61±0.10	2.62±0.38	0.26±0.01
原药材	1.06±0.05	0.72±0.02	3.04±0.22	0.29±0.03

注： n 为样品批次

2.4 综合评分法分析 将上述各组样品的挥发油、胡薄荷酮、总黄酮及橙皮苷含量测定结果进行加权综合评分。以各指标的最大值为参照，对各组数据进行归一化处理，再按各指标的重要性，给出权重系

数。以挥发油含量(A, %，权重系数0.3)、胡薄荷酮含量(B, %，权重系数0.3)、总黄酮含量(C, %，权重系数0.2)、橙皮苷含量(D, %，权重系数0.2)为综合考察指标，计算各组样品综合评分值，结果见表

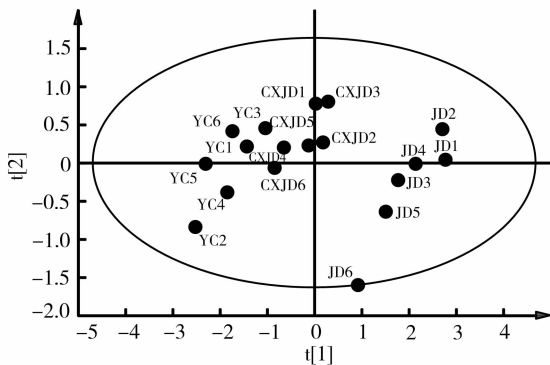
2. 由表中结果可知,原药材综合评分最高,趁鲜加工次之,最后是传统加工,表明不同加工方式的荆芥质量存在一定的差异。

表2 不同加工方式荆芥饮片及药材
各指标综合评分平均结果

样品	A/%	B/%	C/%	D/%	Y(综合评分)/%
传统加工饮片	72.93	67.73	48.70	66.10	65.16
趁鲜加工饮片	86.17	81.33	82.45	72.05	81.15
原药材	94.8	95.63	95.70	84.80	93.23

注: $p(Y) = [p(A) \times 0.3 + p(B) \times 0.3 + p(C) \times 0.2 + p(D) \times 0.2] \times 100\%$

2.5 OPLS-DA 将归一化处理后的各组数据,采用 SIMCA 14.1 软件进行 OPLS-DA 研究,散点得分图见图 2。图中趁鲜加工饮片与原药材聚为一类,传统加工饮片单独聚为一类,说明相比传统加工工艺而言,趁鲜加工饮片与原药材的质量更为接近,更大程度上保留了药材中有效成分。此外,对模型中变量重要性投影(variable importance projection, VIP)参数进行分析,发现挥发油、总黄酮、橙皮苷 3 个指标 VIP 值均大于 1,说明 3 种成分是形成荆芥各组样品间差异的主要因素,且贡献率大小依次为总黄酮、橙皮苷、挥发油,表明荆芥中黄酮类成分在加工过程中变化较为显著。见图 3



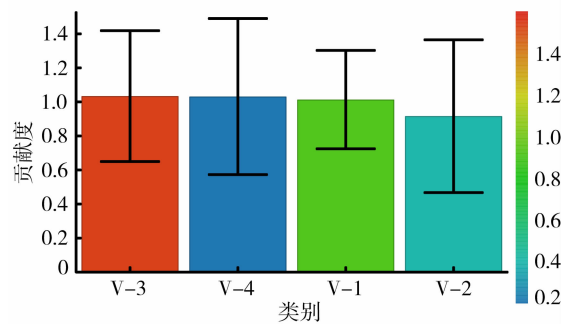
注: JD: 传统加工饮片; CXJD: 趁鲜加工饮片; YC: 原药材

图2 荆芥原药材、传统加工饮片与
趁鲜加工饮片 OPLS-DA 得分图

3 讨论

本实验考察了趁鲜加工与传统加工工艺对荆芥中挥发油、胡薄荷酮、总黄酮和橙皮苷含量的影响,利用综合评分法对各样品质量进行评价。荆芥原药材总体质量最好,其次是趁鲜加工饮片,最后是传统加工饮片。

比较传统加工与趁鲜加工结果可以发现,两种工艺所制得的饮片中挥发油和胡薄荷酮含量均符合《中华人民共和国药典》的要求,趁鲜加工饮片各指标成分的含量和综合评分均高于传统加工饮片,



注: V-1. 挥发油; V-2. 胡薄荷酮; V-3. 总黄酮; V-4. 橙皮苷

图3 OPLS-DA 模型 VIP 值条形图

说明趁鲜加工饮片总体质量优于传统加工饮片;利用 OPLS-DA 法对数据分析可以得知,趁鲜加工饮片质量更接近原药材质量,而传统加工饮片质量橙皮苷、总黄酮、挥发油等多种成分均有显著差异,与原药材质量差距较大,模型中的 VIP 参数表明加工过程中橙皮苷和总黄酮在区分三者中起到重要作用。

上述结果表明,荆芥饮片趁鲜加工在保证饮片质量上具有较高的可行性。综合生产成本、生产效率及不同指标的质量评价结果,荆芥趁鲜加工工艺可行性最高。后期应利用现代分析检测技术和统计分析方法,在继承传统经验鉴别指标的基础上,引入表征荆芥内在品质的指标,还需对趁鲜加工的加工干燥方式,产地趁鲜加工工艺条件开展进一步研究进一步优化,对干燥方法等方面进一步开展深入研究,完善并规范趁鲜加工荆芥饮片生产工艺流程,保障荆芥饮片质量均一、稳定、可控,从而进一步完善荆芥药材趁鲜加工工艺流程,以期为荆芥饮片趁鲜加工生产提供理论依据。

参考文献:

- [1] 吴普. 神农本草经[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1963: 77.
- [2] 赵立子, 魏建和. 中药荆芥最新研究进展[J]. 中国农学通报, 2013, 29(4): 39-43.
- [3] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 一部[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 232.
- [4] LEE I K, KIM M A, LEE S Y, et al. Phytochemical constituents of *Schizonepeta tenuifolia* Briquet[J]. Nat Prod Sci, 2008, 14(2): 100-106.
- [5] HUANG X H, SHAO J H, ZHAO C C, et al. Two new phenolic compounds from *Schizonepeta tenuifolia* (Benth.) Briq[J]. Rec Nat Prod, 2016, 10(5): 604-608.
- [6] SHAN M Q, QIAN Y, YU S, et al. Anti-inflammatory effect of volatile oil from *Schizonepeta tenuifolia* on carrageenin-induced pleurisy in rats and its application to study of appropriate harvesting time coupled with

- multi-attribute comprehensive index method[J]. *J Ethnopharmacol*, 2016, 194:580-586.
- [7] CHEN S G, CHENG M L, CHEN K H, et al. Antiviral activities of *Schizonepeta tenuifolia* Briq. against enterovirus 71 *in vitro* and *in vivo* [J]. *Scientific Reports*, 2017(1):935-949.
- [8] 钱岩, 于生, 单鸣秋, 等. 基于化学成分和药理效应的荆芥传统分段加工与一体化加工工艺比较[J]. *中国中药杂志*, 2016, 41(11):2081-2086.
- [9] 郭双庚, 周超凡. 中药材趁鲜切制的探讨[J]. *中国中药杂志*, 1990, 15(5):3-5.
- [10] HUANG R, ZHANG Y, SHEN S Y, et al. Antioxidant and pancreatic lipase inhibitory effects of flavonoids from different citrus peel extracts: an *in vitro* study [J]. *Food Chem*, 2020; 126785[2020-11-06]. <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/32438224>. DOI: 10. 1016/j. foodchem. 2020. 126785.
- [11] CORCIOVA A, CIOBANU C, POIATA A, et al. Antibacterial and antioxidant properties of hesperidin: β -cyclodextrin complexes obtained by different techniques[J]. *J Incl Phenom Macrocycl Chem*, 2015, 81(1-2):71-84.
- [12] 马聪, 王帅, 孟宪生, 等. 基于灰色关联度分析的荆芥抗 Caco-2 细胞总黄酮纯化工艺研究[J]. *中草药*, 2015, 46(11):1615-1619.
- [13] 樊佳新, 包永睿, 孟宪生, 等. 基于细胞凋亡和细胞周期研究荆芥总黄酮对 Caco-2 细胞的影响[J]. *中药材*, 2016, 39(8):1876-1878.
- [14] 包贝华, 张丽, 丁安伟. 分光光度法测定荆芥炭中总黄酮的含量[J]. *时珍国医国药*, 2004, 15(5):264.
- (收稿日期:2020-06-12;编辑:曹健)

Effect of Traditional Processing Versus Fresh Processing on the Quality of Fine-leaf *Schizonepeta* Herb Decoction Pieces

LIU Yu-qing¹, XU Feng-qing^{1,2}, WU De-ling^{1,2}, LIAO Yan-wu¹, ZHANG Wei^{1,2}, ZHAO Hong-su¹

(1. School of Pharmacy, Anhui University of Chinese Medicine, Anhui Hefei 230012, China; 2. Anhui Provincial Key Laboratory of New Manufacturing Technology for Traditional Chinese Medicine Decoction Pieces, Anhui Hefei 230012, China)

[Abstract] Objective To establish a comprehensive evaluation system for the internal quality of the medicinal material and decoction pieces of fineleaf *Schizonepeta* herb, to investigate the difference in quality between the decoction pieces with traditional processing and those with fresh processing and the feasibility of fresh processing of fineleaf *Schizonepeta* herb, and to provide a basis for the production of fineleaf *Schizonepeta* herb decoction pieces. **Methods** With the observation indices of volatile oil, pulegone, total flavonoids, and hesperidin, a comprehensive scoring system was used to establish the quality assessment criteria for the medicinal material and decoction pieces of fineleaf *Schizonepeta* herb, and an orthogonal partial least squares-discriminant analysis was used to investigate the effect of traditional processing versus fresh processing on the quality of fineleaf *Schizonepeta* herb decoction pieces. **Results** The decoction pieces obtained by fresh processing had significantly higher content of volatile oil, pulegone, total flavonoids, and hesperidin than those obtained by traditional processing. The orthogonal partial least squares-discriminant analysis showed that volatile oil was the most important constituent affecting the quality of fineleaf *Schizonepeta* herb decoction pieces. **Conclusion** Fresh processing is feasible in the production of fineleaf *Schizonepeta* herb decoction pieces and can effectively improve the quality of fineleaf *Schizonepeta* herb decoction pieces, which is convenient for subsequent processing.

[Key words] Fineleaf *Schizonepeta* herb; Fresh processing; Total flavonoids; Hesperidin