

doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2021.06.007

正交试验优选疏风退热方后下药物煎煮工艺

黄建明, 罗伟良, 吴 利

(广东省佛山市中医院, 广东 佛山 528000)

摘要:目的 研究疏风退热方中薄荷、荆芥穗的最优煎煮工艺。方法 以薄荷挥发油和荆芥穗挥发油的溶出率为考察指标,以浸泡时间(A)、煎煮时间(B)、煎煮压力(C)、煎煮温度(D)为考察因素,采用 $L_9(3^4)$ 正交试验优化薄荷、荆芥穗煎煮工艺,并进行验证。结果 优选的薄荷、荆芥穗最优煎煮工艺为 100 kPa 下,药材用水浸泡 20 min 后,薄荷加入方中前下药物的煎煮液,100 ℃ 煎煮 5 min 后,加入荆芥穗再煎煮 5 min。所得薄荷挥发油平均溶出率为 11.34% ($RSD = 0.25\%$),荆芥穗挥发油平均溶出率为 12.32% ($RSD = 0.25\%$)。结论 该煎煮工艺操作简便、稳定可靠,可用于疏风退热方中后下药物的煎煮。

关键词:疏风退热方;薄荷;荆芥穗;挥发油;正交试验;煎煮工艺

中图分类号:R932;R283;TQ460.6

文献标志码:A

文章编号:1006-4931(2021)06-0025-03

Optimization of the Decoction Process of Later Decocted Medicinal Materials in Shufeng Tuire Decoction by Orthogonal Test

HUANG Jianming, LUO Weiliang, WU Li

(Foshan Hospital of Traditional Chinese Medicine, Foshan, Guangdong, China 528000)

Abstract: Objective To optimize the decoction process of *Mentha haplocalyx* and *Spica Schizonepetae tenuifoliae* in Shufeng Tuire Decoction. Methods The decoction process of *Mentha haplocalyx* and *Spica Schizonepetae tenuifoliae* was optimized and verified by $L_9(3^4)$ orthogonal test with the dissolution rate of *Mentha haplocalyx* and *Spica Schizonepetae tenuifoliae* as the index, and with the immersion time (A), decoction time (B), construction pressure (C) and decoction temperature (D) as the factors. Results The optimal decoction process of *Mentha haplocalyx* and *Spica Schizonepetae tenuifoliae* was as follows: under 100 kPa, the immersion time of medicinal materials was 20 min, *Mentha haplocalyx* was added into the decoction of the first decocted medicinal materials and decocted at 100 ℃ for 5 min, and then the *Spica Schizonepetae tenuifoliae* was added and decocted for 5 min. The average dissolution rate of volatile oil from *Mentha haplocalyx* was 11.34% ($RSD = 0.25\%$) and that from *Spica Schizonepetae tenuifoliae* was 12.32% ($RSD = 0.25\%$). Conclusion The decoction process is simple, stable and reliable, which can be used for the decoction of the middle and later decocted medicinal materials in Shufeng Tuire Decoction.

Key words: Shufeng Tuire Decoction; *Mentha haplocalyx*; *Spica Schizonepetae tenuifoliae*; volatile oil; orthogonal test; decoction process

疏风退热方有疏散风热、透疹利咽功效,由蝉蜕、甘草、薄荷、荆芥穗等 10 味药材组方,方中薄荷、荆芥穗是后下药,两者所含挥发油与方剂功效有直接关系,故其煎煮方法对疏风退热方疗效有重要影响。薄荷和荆芥穗挥发油的提取率与煎煮前药材浸泡时间相关^[1-2],煎煮温度影响挥发油的提取速率^[3],煎煮压力影响挥发油提取率^[4]。本研究中以薄荷和荆芥穗挥发油的含量为考察指标,对疏风退热方中薄荷和荆芥穗的煎煮工艺进行优化。现报道如下。

1 仪器与药材

1.1 仪器

挥发油测定仪(上海玻璃仪器厂);ES-J120 型电

子分析天平(沈阳龙腾电子称量仪器有限公司,精度为 0.1 mg);KDM 型调温电热套(山东省鄄城永兴仪器厂)。

1.2 药材

蝉蜕(批号为 170601)、甘草(批号为 170701)、薄荷(批号为 170801)、荆芥穗(批号为 170801)、桔梗(批号为 191201)、浙贝母(批号为 191101)、防风(批号为 190901)、黄芩(批号为 191001)、玄参(批号为 191201)、天花粉(批号为 191101)等药材饮片均购自广州至信药业股份有限公司。

2 方法与结果

2.1 薄荷煎煮工艺优选

挥发油含量测定:由于薄荷和荆芥穗挥发油的相对

第一作者:黄建明,男,主管中药师,研究方向为中药学,(电子信箱)2621643890@qq.com。

[27] 岑志富,陈玉华,崔凯军. 新型口服抗凝剂出血并发症的治疗[J]. 华西医学,2017,32(6):931-935.

[28] 刘宴林,郑锦坤,徐晓梅,等. 盐酸替罗非班氯化钠注射液治疗急性冠脉综合征的临床疗效[J]. 今日药学,2018,28(7):473-475.

[29] SAKUMA I, UCHIYAMA S, ATARASHI H, et al. Clinical risk factors of stroke and major bleeding in patients with non-valvular atrial fibrillation under rivaroxaban: the EXPAND Study sub-analysis[J]. Heart Vessels, 2019, 34(11):1839-1851.

(收稿日期:2020-04-03;修回日期:2020-10-26)

密度小于 1, 适合采用 2015 年版《中国药典(四部)》通则 2204 挥发油测定法的甲法测定。具体步骤如下, 量取供试品溶液各 10 mL, 置烧瓶中, 加适量水及玻璃珠数粒, 振摇混合, 连接挥发油测定器与回流冷凝管; 加水入冷凝管上端至挥发油测定器的刻度部分并流入烧瓶为止; 置电热套中加热至沸, 保持微沸状态至油量不再增加, 停止加热并放置片刻, 将水缓缓从下端的活塞放出至油层上端到 0 线上 5 mm 处; 放置 1 h, 开启活塞至油层上端与 0 线平齐, 读取挥发油量, 并计算疏风退热方中挥发油的含量^[5]。

正交试验: 以浸泡时间(A)、煎煮时间(B)、煎煮压力(C)、煎煮温度(D)为考察因素, 以薄荷挥发油的溶出率为考察指标, 采用 $L_9(3^4)$ 正交试验设计疏风退热方中薄荷的煎煮工艺。因素水平见表 1, $L_9(3^4)$ 正交试验设计与结果见表 2, 方差分析结果见表 3。由表 2、表 3 可知, 对薄荷挥发油溶出的影响强弱顺序为煎煮时间 > 浸泡时间 > 煎煮压力 > 煎煮温度, 最佳组合为 $A_2B_2C_1D_1$, 即浸泡 20 min 后, 在 100 kPa、100 °C 下煎煮 10 min。

2.2 荆芥穗煎煮工艺优选

以浸泡时间(A)、煎煮时间(B)、煎煮压力(C)、煎煮温度(D)为考察因素, 以荆芥穗挥发油的溶出率为考察指标, 采用 $L_9(3^4)$ 正交试验设计优选疏风退热方中荆芥穗的煎煮工艺。因素水平见表 1, $L_9(3^4)$ 正交试验设计与

表 1 薄荷、荆芥穗煎煮工艺因素水平

Tab. 1 Factors and levels of *Mentha haplocalyx* and *Spica Schizonepetae tenuifoliae*

水平	因素 A(min)	因素 B(min)	因素 C(kPa)	因素 D(°C)
1	10	5	100	100
2	20	10	110	110
3	30	20	120	120

表 2 薄荷煎煮工艺 $L_9(3^4)$ 正交试验设计与结果

Tab. 2 Design and results of the $L_9(3^4)$ orthogonal test of decoction process of *Mentha haplocalyx*

序号	因素 A	因素 B	因素 C	因素 D	薄荷挥发油溶出率(%)
1	1	1	1	1	7.31
2	1	2	2	2	8.91
3	1	3	3	3	5.93
4	2	1	2	3	8.98
5	2	2	3	1	11.35
6	2	3	1	2	6.87
7	3	1	3	2	8.61
8	3	2	1	3	10.63
9	3	3	2	1	6.37
K_1	22.15	24.90	24.81	25.03	
K_2	27.20	30.89	24.26	24.39	$\Sigma = 74.96$
K_3	25.61	19.17	25.89	25.54	
R	1.68	3.91	0.54	0.38	

表 3 薄荷煎煮工艺方差分析结果

Tab. 3 Results of the variance analysis of decoction process of *Mentha haplocalyx*

方差来源	离差平方和	自由度	均方	F 值	P
A	4.44	2	2.22	20.08	<0.05
B	22.90	2	11.45	103.44	<0.01
C	0.46	2	0.23	2.07	>0.05
D	0.22	2	0.11	1.00	>0.05

注: $F_{0.01}(1,2) = 99.00$, $F_{0.05}(1,2) = 19.00$ 。表 5 同。

Note: $F_{0.01}(1,2) = 99.00$, $F_{0.05}(1,2) = 19.00$, as well as Tab. 5.

表 4 荆芥穗煎煮工艺 $L_9(3^4)$ 正交试验设计与结果

Tab. 4 Design and results of the $L_9(3^4)$ orthogonal test of decoction process of *Spica Schizonepetae tenuifoliae*

序号	A	B	C	D	荆芥穗挥发油溶出率(%)
1	1	1	1	1	7.63
2	1	2	2	2	6.11
3	1	3	3	3	3.02
4	2	1	2	3	12.21
5	2	2	3	1	8.84
6	2	3	1	2	6.15
7	3	1	3	2	11.56
8	3	2	1	3	8.57
9	3	3	2	1	6.07
K'_1	16.76	31.40	22.35	22.54	
K'_2	27.20	23.52	24.39	23.82	$\Sigma = 70.16$
K'_3	26.20	15.24	23.42	23.80	
R'	3.48	5.39	0.68	0.43	

表 5 荆芥穗煎煮工艺方差分析结果

Tab. 5 Results of the variance analysis of decoction process of *Spica Schizonepetae tenuifoliae*

方差来源	离差平方和	自由度	均方	F 值	P
A	22.12	2	11.06	61.71	<0.05
B	43.53	2	21.77	121.44	<0.01
C	0.69	2	0.35	1.94	>0.05
D	0.36	2	0.18	1.00	>0.05

结果见表 4, 方差分析结果见表 5。由表 4、表 5 可知, 对荆芥穗挥发油溶出影响强弱顺序为煎煮时间 > 浸泡时间 > 煎煮压力 > 煎煮温度, 最佳组合为 $A_2B_1C_1D_1$, 即浸泡 20 min, 在 100 kPa、100 °C 下, 煎煮 5 min。

2.3 工艺确定

综合分析, 疏风退热方的最佳煎煮工艺为浸泡疏风退热方药材饮片(除薄荷和荆芥穗外)30 min, 煎煮至水开后再煎煮 30 min, 后加入已浸泡 20 min 的薄荷, 煎煮 5 min, 再加入浸泡 20 min 的荆芥穗, 再煎煮 5 min, 煎煮过程均在 100 °C 及 100 kPa 气压下完成。

2.4 验证试验

分别取 5 份薄荷或荆芥穗药材饮片, 分别按 2.1 项

下、2.2项下方法煎煮,测定薄荷、荆芥穗挥发油含量。并计算溶出率。结果,薄荷挥发油平均溶出率为11.34%、RSD为0.25% ($n=5$),荆芥穗挥发油平均溶出率为12.32%、RSD为0.25% ($n=5$)。证实了疏风退热方中薄荷挥发油和荆芥穗挥发油的最佳煎煮工艺稳定可靠。详见表6。

表6 验证试验结果($n=5$)

Tab. 6 Results of verification tests($n=5$)

指标	1	2	3	4	5	$\bar{X}$	RSD(%)
薄荷挥发油溶出率(%)	11.35	11.36	11.31	11.38	11.32	11.34	0.25
荆芥穗挥发油溶出率(%)	12.31	12.28	12.36	12.34	12.31	12.32	0.25

3 讨论

3.1 影响因素

药物煎煮时间对药物煎煮效果影响很大^[6],对质地疏松的花叶类药材的影响更甚^[7]。由于花类和叶类不像根类药物质地坚硬,且均分布有气孔^[8],即使药物不加热煎煮,挥发油也会不断通过气孔不停散发^[9],在药液的煎煮中能快速达到溶出平衡,故花叶类药物的煎煮时间不宜过长^[10],以免挥发油大量散失。薄荷和荆芥穗作为常用解表剂,组织中密布各种不同的气孔^[11],极易散失挥发油,故两者的煎煮时间需比一般的后下药物短^[12],煎煮过久会降低挥发油含量,影响疗效^[13]。且荆芥穗属花类,相对更易散失挥发油,提取时间应比薄荷短。

药物浸泡对药液质量的影响也很大^[14]。充分浸泡使植物细胞膨胀,易破裂,有效成分易渗透溶出^[15]。热水浸泡易引起植物细胞中的蛋白质凝固^[16],细胞不易破裂,有效成分难以溶出^[17],故宜冷水浸泡。本研究中薄荷和荆芥穗浸泡后挥发油的煎出时间要比未浸泡的药材缩短,含量更高^[18]。不同的浸泡时间还会影响挥发油溶出度,充分浸泡的药物药液中挥发油含量高,可能与药材中挥发油散发出来的通道被变性的淀粉堵塞有关。煎煮温度对薄荷和荆芥穗的挥发油也有一定影响,但由于挥发油在常温下已开始挥发,故温度的提升虽也加速了提取,但未达到重要影响的程度。

3.2 不足

本研究中发现,按疏风退热方的最佳工艺煎煮条件煎煮,所得药液中含有的薄荷挥发油和荆芥穗挥发油均比各自单一煎煮所得挥发油少。深入探究发现,其中原因之一是挥发油间的密度不同,体积自然不同,混合后的薄荷和荆芥穗挥发油的体积相比于单一成分挥发油的体积有所改变^[19]。还因为薄荷挥发油中的成分和荆芥穗挥发油中的成分发生了反应,生成了新物质^[20],减少了挥发油的体积,但上述影响因素尚未在本研究中考

虑,留待后续深入研究。

综上所述,该煎煮工艺操作简便、稳定可靠,可用于疏风退热方中后下药物的煎煮。

参考文献

- [1] 雷凯君,郑芳昊,李子鸿,等. 正交实验设计优选薄荷芳香水的提取工艺[J]. 北方园艺,2019(1):133-138.
- [2] 黄晓巍,杨明慧,刘玥欣,等. 煎煮时间对荆芥中胡薄荷酮含量的影响[J]. 吉林中医药,2017,37(9):949-951.
- [3] 邢丹. 中药汤剂煎煮技术文献研究[D]. 北京:北京中医药大学,2014.
- [4] 李睿,翟华强,田伟兰,等. 基于煎药机参数分析的中药煎煮规范化思考[J]. 山东中医杂志,2016,35(9):826-828.
- [5] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(四部)[M]. 北京:中国医药科技出版社,2015:203-204.
- [6] 朱美云,顾蔚,陈颖园,等. 中药煎煮之常规与特殊一二[J]. 中医临床研究,2017,9(13):48-49.
- [7] 刘桂兰. 浅谈对中药煎煮的认识[J]. 世界最新医学信息文摘,2016,16(32):164-168.
- [8] 周文菊,豆小文,杨美华,等. 薄荷及其饮片质量控制研究进展[J]. 中国中药杂志,2016,41(9):1569-1577.
- [9] 蒲华. 浅谈中药饮片储存过程中的常见问题与养护方法[J]. 世界最新医学信息文摘,2017,17(11):7-8.
- [10] 刘兆全. 对部分中药特殊煎煮法的新认识[J]. 北方药学,2017,14(6):173-174.
- [11] 赵则阔,李春晖,杨具洁,等. 论方剂的分类[J]. 广州中医药大学学报,2019,36(5):746-751.
- [12] 聂安政,高梅梅,朱春胜,等. 中药特殊煎法的探讨与思考(二):后下[J]. 中草药,2018,49(13):3153-3161.
- [13] 罗伟良,梁晓燕,吴利. 健脾汤中木香和砂仁药对的煎煮工艺优化[J]. 中国药业,2018,27(5):4-7.
- [14] 刘颖新,张可卓,陈智妍,等. 株洲市中药代煎质量影响因素分析[J]. 亚太传统医药,2017,13(19):164-165.
- [15] 赵玉清,庄志宏. 再谈中药煎服法[J]. 首都食品和医药,2016,23(12):68-69.
- [16] 罗伟良,梁晓燕,吴利. 健脾祛风汤中羌活挥发油的煎煮工艺优化[J]. 中国药物经济学,2015,4(10):18-19.
- [17] 罗伟良,梁晓燕,吴利. 行气祛瘀汤煎煮工艺研究[J]. 中国药业,2020,29(5):92-95.
- [18] 戴丽莉,聂继红,赵翡翠. 煎药机煎煮对汤剂质量影响因素的研究进展[J]. 中医药导报,2016,22(12):98-101.
- [19] 束雅春,段煜,陈亚军,等. 薄荷-荆芥药对与单味药挥发成分分析及体外抑菌作用比较[J]. 中国实验方剂学杂志,2019,25(7):6-13.
- [20] 段松冷,曾蔚欣,孙路路. 薄荷-荆芥穗药对挥发油成分的GC-MS分析[J]. 中国实验方剂学杂志,2015,21(11):50-54.

(收稿日期:2020-06-27)