

引用:谢谊,陈娟,肖德华,周金霖. 桑枝酒蒸工艺的研究[J]. 湖南中医杂志,2020,36(4):147-149.

## 桑枝酒蒸工艺的研究

谢 谊,陈 娟,肖德华,周金霖

(湖南省中医药研究院,湖南 长沙,410006)

**[摘要]** 目的:通过正交试验设计,优选出桑枝酒蒸的最佳炮制工艺。方法:选择黄酒量、蒸制时间、烘烤温度为考察因素,以桑皮苷 A 和氧化白藜芦醇的含量和 95% 乙醇浸出物为考察指标,选用  $L_9(3^4)$  正交表进行实验,优选桑枝的最佳酒蒸炮制工艺。结果:桑枝的最佳酒蒸工艺参数为加药材 20% 的黄酒,蒸制 5 h,在 50 ℃ 下烘烤 2 h。结论:本研究优选的桑枝酒蒸工艺合理可行,为酒桑枝饮片质量标准的研究提供了实验依据。

**[关键词]** 桑枝;酒蒸工艺;正交试验

**[中图分类号]** R283.3 **[文献标识码]** A **DOI:**10.16808/j.cnki.issn1003-7705.2020.04.058

### A study of the wine steaming process for mulberry twig

XIE Yi, CHEN Juan, XIAO Dehua, ZHOU Jinlin

(Hunan Academy of Chinese Medicine, Changsha 410006, Hunan, China)

**[Abstract]** Objective: To investigate the optimal wine steaming process for mulberry twig based on an orthogonal test. Methods: With the amount of yellow rice wine, steaming time, and baking temperature as the observation factors and the content of mulberroside A and oxyresveratrol and 95% alcohol extract as the observation indices, the  $L_9(3^4)$  orthogonal array was used for the experiment to screen out the optimal wine steaming process for mulberry twig. Results: The parameters of the optimal wine steaming process for mulberry twig were a yellow rice wine/medicinal material ratio of 20%, a steaming time of 5 hours, and a baking temperature of 50 ℃ for 2 hours. Conclusion: The wine steaming process for mulberry twig screened out in this study is reasonable and feasible and can provide an experimental basis for the research on the quality standard for mulberry twig decoction pieces.

**[Keywords]** mulberry twig; wine steaming process; orthogonal test

桑枝为桑科植物桑(*Morus alba* L.)的干燥嫩枝。春末夏初采收,去叶,晒干,或趁鲜切片,晒干,具有祛风湿、利关节的功效,用于风湿痹病或肩臂、关节酸痛麻木的治疗<sup>[1]</sup>。桑枝的化学成分主要有黄酮类化合物、多糖类化合物、生物碱和氨基酸、果胶、木质素和植物甾醇等多种化合物<sup>[2]</sup>,其中桑皮苷 A 和氧化白藜芦醇为二羟基芪类化合物,具有镇咳平喘、抗炎镇痛、抗氧化等活性<sup>[3]</sup>。本实验以桑皮苷和氧化白藜芦醇的含量和 95% 乙醇浸出物为考察指标,优选桑枝的最佳酒蒸炮制工艺,为酒桑枝的炮制和质量控制提供实验依据。

#### 1 仪器与试药

Agilent 1200 型高效液相色谱仪。乙腈(美国 ACS 公司)为色谱纯,水为怡宝纯净水,其他试剂为分析纯。黄酒(杭州九滴久酒业有限公司)。桑皮苷 A、氧化白藜芦醇标

准品(HPLC >98%,四川省维克奇生物科技有限公司)。桑枝饮片(购于湖南省自然堂中药饮片有限公司,产地为湖南),经鉴定为桑科植物桑树(*Morus alba* L.)的干燥嫩枝切片而成的厚片(厚度为 0.2~0.5 cm)。

#### 2 方法与结果

**2.1 酒桑枝的制备** 根据酒蒸工艺,本实验选择加黄酒用量(A)、蒸制时间(B)、烘烤温度(C)3 个因素,每个因素各设 3 个水平,实验因素水平表见表 1。以桑皮苷 A 和氧化白藜芦醇的含量和 95% 乙醇浸出物为考察指标,选用  $L_9(3^4)$  正交表进行实验,正交表见表 2。

称取桑枝饮片 9 份,每份 100 g,分别加入不同量的黄酒拌匀,闷润至黄酒吸尽后置蒸锅中,蒸制不同的时间,在不同温度下烘烤 2 h,放凉并粉碎成粗粉备用。

**基金项目:**湖南省科技厅社会发展领域重点研发项目(2017sk2121)

**第一作者:**谢谊,女,副研究员,研究方向:制剂分析与新药研发

**通讯作者:**肖德华,男,主任药师,研究方向:创新中药研究, E-mail:1195513800@qq.com

陈娟,女,主治医师,研究方向:中医内科学、中药学, E-mail:806508632@qq.com

表 1 正交因素水平表

| 水平 | A(%) | B(h) | C(℃) |
|----|------|------|------|
| 1  | 10   | 3    | 40   |
| 2  | 20   | 5    | 50   |
| 3  | 30   | 7    | 60   |

表 2  $L_9(3^4)$  正交表

| 实验号 | A | B | C |
|-----|---|---|---|
| 1   | 1 | 1 | 1 |
| 2   | 1 | 2 | 2 |
| 2   | 1 | 3 | 3 |
| 4   | 2 | 1 | 2 |
| 5   | 2 | 2 | 3 |
| 6   | 2 | 3 | 1 |
| 7   | 3 | 1 | 2 |
| 8   | 3 | 2 | 3 |
| 9   | 3 | 3 | 1 |

2.2 乙醇浸出物含量测定 取上述 9 份酒蒸桑枝样品,称取约 2g,精密称定,置 100 ml 的锥形瓶中,精密加 95% 乙醇 50 ml,密塞,称定重量,静置 1 h 后,连接回流冷凝管,加热至沸腾,并保持微沸 1 h。放冷后,取下锥形瓶,密塞,再称定重量,用 95% 乙醇补足减失的重量,摇匀,用干燥滤器滤过,精

密度取滤液 25 ml,置已干燥至恒重的蒸发皿中,在水浴上蒸干后,于 105 ℃ 干燥 3 h,置干燥器中冷却 30 min,迅速精密称定重量。除另有规定外,以干燥品计算供试品中 95% 乙醇浸出物的含量(%),结果见表 3。

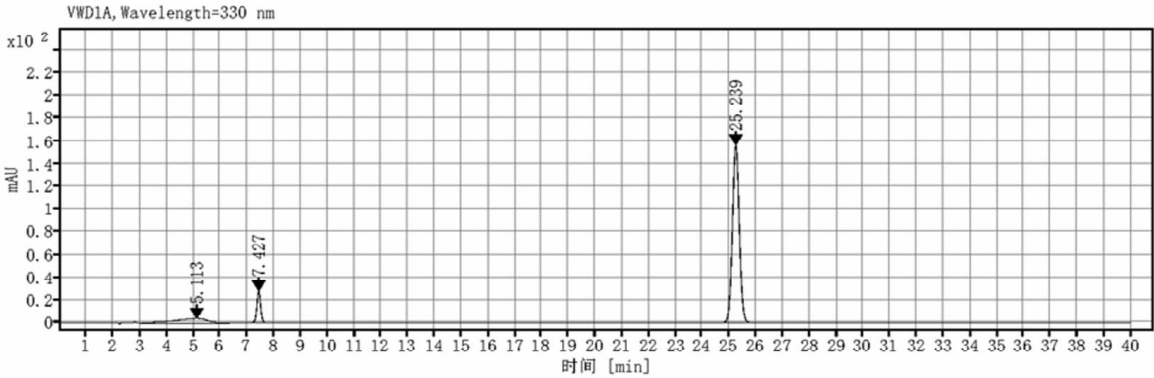
2.3 桑皮苷 A 和氧化白藜芦醇含量测定 参照文献[4]测定。

2.3.1 色谱条件 采用月旭 Wclchrom® C<sub>18</sub> (200 mm × 4.6 mm,5 μm) 色谱柱,柱温为 30 ℃。以 0.2% 磷酸溶液为流动相 A,以乙腈-0.2% 磷酸溶液(80:20)为流动相 B。梯度洗脱(0 min,87.5% A;20 min,75% A;40 min,65% A),流速 1.0 ml/min,检测波长:330 nm,进样量 20 μl。

2.3.2 对照品溶液的制备 取桑皮苷 A 对照品、氧化白藜芦醇对照品适量,精密称定,加 60% 甲醇溶液制成每 1 ml 含桑皮苷 A 48 μg、氧化白藜芦醇 25 μg 的混合溶液,即得。

2.3.3 供试品溶液的制备 称取上述 9 份酒蒸桑枝粗粉样品,每份约 0.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 60% 甲醇 50 ml,密塞,称定重量,加热回流处理 40 min,放冷,用 60% 甲醇补足重量,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,取续滤液,作供试品溶液。

2.3.4 含量测定 分别精密吸取上述对照品溶液与供试品溶液各 10 μl,注入液相色谱仪,测定,即得。色谱图见图 1、图 2,结果见表 3。



注:1—桑皮苷; 2—氧化白藜芦醇

图 1 桑皮苷、氧化白藜芦醇混合对照品溶液 HPLC 色谱图

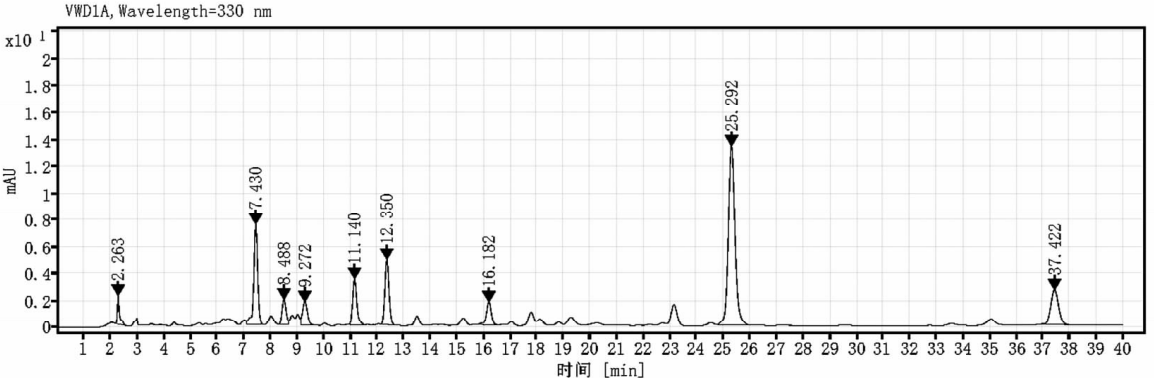


图 2 酒蒸桑枝供试品溶液 HPLC 色谱图

| 表3 含量测定结果(%) |       |              |
|--------------|-------|--------------|
| 实验号          | 乙醇浸出物 | 桑皮苷 A、氧化白藜芦醇 |
| 1            | 2.36  | 0.090        |
| 2            | 1.87  | 0.104        |
| 3            | 2.03  | 0.048        |
| 4            | 4.12  | 0.402        |
| 5            | 4.84  | 0.361        |
| 6            | 3.76  | 0.329        |
| 7            | 3.29  | 0.257        |
| 8            | 2.13  | 0.163        |
| 9            | 2.88  | 0.108        |

2.4 方差分析 从桑枝的95%乙醇浸出物和桑皮苷 A、氧化白藜芦醇含量的方差分析结果显示,黄酒用量的影响较大,差异有统计学意义,而蒸制时间和烘烤温度对两者的影响较小,因此最佳酒蒸工艺为加药材 20% 的黄酒,蒸制 5 h,在 50 ℃下烘烤 2 h。(见表 4)

表4 桑枝 95% 乙醇浸出物及桑枝桑皮苷 A、氧化白藜芦醇含量的方差分析

| 因素   | 桑枝 95% 乙醇浸出物 |     |      |     | 桑枝桑皮苷 A、氧化白藜芦醇含量 |     |      |     |
|------|--------------|-----|------|-----|------------------|-----|------|-----|
|      | 偏差平方和        | 自由度 | F 比  | 临界值 | 偏差平方和            | 自由度 | F 比  | 临界值 |
| 黄酒用量 | 7.2700       | 2   | 13.1 | 9   | 0.1247           | 2   | 43.2 | 9   |
| 蒸制时间 | 0.2338       | 2   | 0.42 | 9   | 0.0116           | 2   | 4.0  | 9   |
| 烘烤温度 | 0.6330       | 2   | 1.14 | 9   | 0.0012           | 2   | 0.4  | 9   |
| 误差   | 0.5550       | 2   |      |     | 0.0029           | 2   |      |     |

3 讨 论

实验中对桑枝的桑皮苷 A 和氧化白藜芦醇的提取方法进行了考察,由于黄酮类的成分极性偏大,提取溶剂按相似相溶的原则,选择 60% 的甲醇做提取溶剂,并对提取方式和提取溶剂的体积也进行了考察,最后确定采用加热回流的

方式,加 10 倍量 60% 的甲醇,提取时间为 40 min,提取较完全。

对桑枝的桑皮苷 A 和氧化白藜芦醇的含量测定进行方法学考察,如线性关系、精密度、稳定性、重复性和回收率,均符合要求。对桑枝的桑皮苷 A 和氧化白藜芦醇的含量进行了测定,结果含量为 0.246% ( $n=2$ ),而酒蒸后为 0.361% ( $n=2$ ),表明酒蒸后含量升高,经过酒蒸,有利于有效成分的提取和煎出。

通过文献查找,桑枝的酒制工艺一般采用加黄酒闷润后,100 ℃烘箱加热 6 min 或者 130 ℃炒制 9 min<sup>[5-6]</sup>。用酒蒸的方法,未见报道。本实验采用酒蒸的方法,加热较均匀,黄酒不易挥散,通过正交实验优选出酒蒸的最佳工艺为:加药材 20% 的黄酒,蒸制 5 h,在 50 ℃下烘烤 2 h,取出,放凉即可,该工艺有利于桑皮苷 A 和氧化白藜芦醇等黄酮类化合物的溶出,为酒桑枝的炮制提供实验依据。

参考文献

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[S]. 北京:中国医药科技出版社,2015:299.

[2] 邢冬杰,项东宇,张彩坤. 桑枝活性成分提取及药理作用研究进展[J]. 中国现代中药,2014,16(11):957-960.

[3] 方婧,高霏,付梅红,等. 桑枝中桑皮苷 A 的含量测定[J]. 中国实验方剂学杂志,2013,19(5):80-92.

[4] 罗隽,刘韶,李新中. 高效液相色谱法测定桑树各部位及其配方颗粒中桑皮苷 A 的含量[J]. 中南药学,2011,9(1):11-14.

[5] 雷岚芬,陈少敏,张朔生. 正交试验设计优选酒炙桑枝的最佳炮制工艺[J]. 世界中西医结合杂志,2012,7(8):664-665.

[6] 陈建明,陈彬,陈建真. 正交设计法优选桑枝的酒制工艺[J]. 中成药,2010,32(12):2121-2122.

(收稿日期:2019-10-10)

(上接第 112 页)

事物的发展是前进性和曲折性的统一,中医诊断学的道路虽然是曲折的,但前途是光明的。“路漫漫其修远兮,吾将上下而求索”,虽然我们目前面临传承困难和临床服务能力低两大主要难题和一些其他次要问题,但是只要我们不惧艰险,迎难而上,终将踏尽荆棘,迎来胜利!

参考文献

[1] 程林顺,杨静,王艳桥. 中医药文化在中华传统文化中的哲学意蕴及价值拓展[J]. 中国卫生事业管理,2018,35(9):717-720.

[2] 陈辛畋,阮春阳,于观贞,等. 融“古”贯“今”,构建智慧中医新体系[J]. 第二军医大学学报,2018,39(8):826-829.

[3] 李灿东,吴承玉. 中医诊断学[M]. 北京:中国中医药出版社,2012.

[4] 董竞成. 中国传统医学的哲学思想意蕴[J]. 中国医学人文,2018,4(5):5-7.

[5] 张梦婷,高碧珍. 基于整体观念的中医四诊信息采集规范化探讨[J]. 中医药通报,2017,16(1):28-29.

[6] 张萧然. 传承传统文化的精髓:去其糟粕取其精华[N]. 中国产经新闻,2017-12-05(001).

[7] 取其精华去其糟粕[N]. 中国纪检监察报,2017-06-19(001).

[8] 徐学武. 坚持系统论重点论两点论[N]. 青岛日报,2016-03-14(004).

[9] 张天武. 中医的现状和未来发展策略[J]. 中医药管理杂志,2017,25(8):26-27.

[10] 文毅. 基于图像分析的中医目诊数字化的方法研究[D]. 长沙:湖南中医药大学,2016.

[11] 张治霞,王京平,牛婷立,等. 原发性肝癌中医数字化、量化四诊信息特征研究[J]. 中华中医药杂志,2016,31(6):2324-2327.

[12] 高等教育出版社编写组. 马克思主义基本原理概论[M]. 北京:高等教育出版社,2018.

[13] 龙丽,李洪荣,王剑. 马克思主义哲学原理[M]. 成都:四川大学出版社,2018.

(收稿日期:2019-07-25)