

# 黄精药材和黄精片在炮制工艺中的质量研究

胡中盛<sup>1</sup>, 郑颖<sup>2</sup>, 何娥英<sup>3</sup>, 王佩琳<sup>4\*</sup>, 高学侠<sup>1</sup> (1.亳州市沪谯药业有限公司, 安徽亳州 236800; 2.广西中医药大学, 广西南宁 530001; 3.安徽沪谯医药有限公司, 安徽亳州 236800; 4.中天合创有限责任公司, 内蒙古鄂尔多斯 017317)

**摘要** [目的]以黄精多糖含量为参考指数,研究黄精药材和黄精饮片经炮制后对黄精中黄精多糖含量的影响,为黄精在实际生产中优选出更加合理的炮制工艺。[方法]预试验采用黄精药材和黄精片的不同炮制方法进行试验,得到多组样品,每个样品粉碎成细粉,用紫外分光光度法测定黄精多糖的含量,对比得出最适合工厂生产的工艺。再选取润制时间、焖制时间和蒸制时间为考察因素,每个因素设3个水平,以黄精多糖含量为指标,采用3因素3水平正交试验对黄精炮制工艺进行优选。最后,用优选的炮制工艺进行验证性试验。[结果]酒黄精饮片的炮制过程中,润制时间为主要因素。对于浸出物的分析,影响浸出物含量的因素从大到小依次为蒸制时间、润制时间、焖制时间,即蒸制时间过长,浸出物含量明显会下降,说明酒黄精饮片在炮制过程中蒸制时间不宜过长。对于黄精多糖的分析,影响黄精多糖含量的因素从大到小依次为润制时间、焖制时间、蒸制时间,即润制时间和焖制时间越长,黄精多糖的含量会越来越高。[结论]该试验以黄精多糖含量为指标,通过比较,得到黄精饮片加15%的黄酒润制10 h,蒸制10 h,焖制10 h,取出,干燥,为黄精生产最佳工艺条件且可行性良好。

**关键词** 黄精药材;黄精片;炮制工艺;多糖含量;含量测定

**中图分类号** R283 **文献标识码** A

**文章编号** 0517-6611(2020)08-0158-05

**doi**: 10.3969/j.issn.0517-6611.2020.08.038



开放科学(资源服务)标识码(OSID):

## Study on the Quality of Fresh *Polygonatum sibiricum* Red and *Polygonatum sibiricum* Red Tablets in Processing Technology

HU Zhong-sheng<sup>1</sup>, ZHENG Ying<sup>2</sup>, HE E-ying<sup>3</sup> et al (1. Bozhou Huqiao Pharmaceutical Co., Ltd., Bozhou, Anhui 236800; 2. Guangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanning, Guangxi 530001; 3. Anhui Huqiao Pharmaceutical Co., Ltd., Bozhou, Anhui 236800)

**Abstract** [Objective] Using polysaccharide content of *Polygonatum sibiricum* Red as a reference index, the effect of fresh *Polygonatum sibiricum* Red and *Polygonatum sibiricum* Red tablets by processing on the content of polysaccharide in *Polygonatum* from *Rhizoma Polygonati* was studied, so that a more reasonable processing technology was selected for *Polygonatum sibiricum* Red. [Methods] The preliminary test uses different processing methods of fresh *Polygonatum sibiricum* Red and *Polygonatum sibiricum* Red tablets to obtain multiple groups of samples. Each sample was finely divided into powders. The content of *Polygonatum sibiricum* polysaccharides was determined by ultraviolet spectrophotometry, and the process most suitable for factory production was compared. Then select the steaming time, run time and stewing time as factors and each factor set three levels, the content of *Polygonatum sibiricum* polysaccharides was used as an index. The 3 factors and 3 levels orthogonal test was used to optimize the processing of *Polygonatum sibiricum*. Finally, the optimal processing technology was used to verify the feasibility of the method. [Result] The main factors were the run time in the processing of the decoction pieces of wine. For the analysis of the extract, the factors that affect the content of the extract was steaming time, run time and stewing time, the steaming time was too long, the content of the extract was obviously decreased, which indicated that the steaming time should not be too long. For the analysis of *Polygonatum sibiricum* polysaccharides, effects of *Polygonatum sibiricum* polysaccharides content was run time, stewing time and steaming time, run time and stewing time longer, *Polygonatum sibiricum* polysaccharides content was high. [Conclusion] *Polygonatum sibiricum* polysaccharides content as the index, by comparison, polygonatum tablets plus 15% of rice wine run of 10 h, steamed 10 hours, 10 hours of stewing, taking out and drying, for *Polygonatum* optimum technological conditions of production and good feasibility.

**Key words** Fresh *Polygonatum sibiricum* Red; *Polygonatum sibiricum* Red tablet; Processing technology; Polysaccharide content; Content determination

黄精, 百合科植物, 按其外观形状的不同, 通常被称为“姜形黄精”“鸡头黄精”和“大黄精”。黄精归脾、肾、肺经, 为滋阴之佳品、补肾之良药<sup>[1]</sup>。生品黄精具有一定的麻舌感、容易刺激咽喉, 如果不慎将生黄精或其汁液接触到人体皮肤, 将会有强烈的瘙痒感, 如果长时间闻黄精的气味, 会出现刺眼的感觉。黄精生品经过炮制后, 可以减轻它的刺激性和副作用, 使之糖性增强, 口感良好, 利于服用。炮制后的黄精, 其药物的耐药性产生一定的变化, 炮制过后有利于黄精有效成分的累积, 黄精中的黏液质遭到破坏并被清除, 使黄精在使用时滋而不腻, 在增强黄精药效的同时, 还可以增加其口感。多年的临床实践证明, 酒制能提升药物疗效, 使之同时更好地发挥补益的功效。黄精多糖具有延缓衰老、调节

免疫、降低血脂、降低血糖等药理作用<sup>[2-4]</sup>。

自古以来, 黄精的炮制工艺累计达20多种<sup>[5-7]</sup>。黄精的最早加工方法见于我国南北朝时期的《雷公炮炙论》<sup>[8]</sup>, 据雷公炮炙论记载:“以溪水洗净……, 曝干用”。据唐代《千金翼方》记载:“拣肥大者, 熟蒸, 微曝干以蒸, 待再曝干, ……”此方法即称为“重蒸法”。根据现代黄精炮制研究, 取黄精适量, 放入锅内, 蒸制, 以清水没过黄精, 蒸至水沸腾, 适时加水, 煮至透心; 取出, 干燥, 至6成干, 放入蒸笼内, 蒸约4 h, 取出, 干燥。如此反复蒸晒多次, 将蒸煮液洒在黄精上, 拌匀, 再蒸, 干燥, 放置于阴凉处摊晾。截止至今, 仍然没有针对黄精炮制工艺的详尽报道。目前炮制工艺分为两类, 一部分是根据传统加工方法, 另一部分是根据当地用药习惯, 总而言之全国各地加工方法没有统一的要求<sup>[9]</sup>, 大部分都是基于经验, 没有详细的科学数据, 药商和一些加工商基本上都是凭经验掌握, 即以大拇指指甲掐入为度, 说明蒸或煮到了黄精的适宜程度; 或掰开断面, 可以看到近透心时便说明

**基金项目** 安徽省科技重大专项(18030801119)。

**作者简介** 胡中盛(1979-), 男, 安徽亳州人, 主管中药师, 从事中药饮片生产与质量研究。\*通信作者, 从事中药饮片生产与质量研究。

**收稿日期** 2019-12-24; **修回日期** 2020-01-19

加工到了适宜程度。现如今对黄精炮制前后几种混合成分的研究,侧重于炮制前后因素指标的对比<sup>[10]</sup>,由于黄精的炮制工艺研究可信度差、说服力不强、没有规范性,所以创建科学规范可控制的炮制方法,增加黄精药材的外观美感与口感势在必行。通过严格控制润制时间、蒸制时间和焖制时间,对黄精加工过程当中醇浸出物、外观颜色、黄精多糖的含量、口味的变化进行对比分析,确定黄精最适合的加工方法,不仅体现中药多成分、多层次的特点,而且对综合评判黄精炮制工艺方法、控制产品质量有研究性意义<sup>[11]</sup>。

## 1 材料与方法

**1.1 仪器** UV-2450 型紫外分光光度计(上海科导超声仪器有限公司);SK8200B 型超声清洗仪(上海科导超声仪器有限公司);万能高速粉碎机(上海道红商贸有限公司);DZKW-4 电子恒温水浴锅(北京中兴伟业仪器有限公司);GMSX-280 手提式压力蒸汽灭菌器(北京市光明医疗仪器有限公司);GB-T25497 分析天平(奥豪斯仪器有限公司);数控中药蒸煮锅(康华制药机械有限公司)。

**1.2 试材** 该试验所用黄精药材产自贵州,经亳州市沪谯药业有限公司质量负责人高学侠鉴定为百合科植物滇黄精的干燥根茎。D-无水葡萄糖(中国食品药品检定研究院);黄酒(亳州市恒硕发酵制品有限责任公司);乙醇(天津四友,一级分析纯);萘酮(天津市科密欧化学试剂有限公司);硫酸(国药化学集团);水为纯化水;其他试剂均为分析纯。

## 1.3 方法

### 1.3.1 黄精的炮制方法。

**1.3.1.1 酒黄精的炮制方法。**称取黄精原药材 2 kg 挑选出杂质,并清洗干净,加入黄酒 400 g,润透,置蒸煮容器内,蒸至内外表面滋润显黑色,焖制过夜,取出,晒或烘至外部干燥内部湿润,切制成厚片,然后将蒸制时所得到的汤汁拌入,让其汁液吸收均匀,取出,干燥,筛去灰屑<sup>[12]</sup>。

**1.3.1.2 酒黄精饮片的炮制方法。**取黄精饮片 2 kg 挑选出杂质,并清洗干净,加入黄酒 300 g,润透,置蒸煮容器内,蒸至内外表面滋润显黑色,焖制过夜,取出,然后将蒸制时所得到的汤汁拌入,晒或晾至外部干燥内部湿润,干燥,筛去灰屑。

**1.3.2 浸出物测定。**参照《中国药典》2015 年版四部的通则项下热浸法测定浸出物<sup>[1]</sup>,包括水溶性浸出物和醇溶性浸出物。

**1.3.2.1 水溶性浸出物。**取黄精样品大约 4 g,精密称取,放置于 250 mL 的具塞锥形瓶中,精密量取水 100 mL,密闭,称定其重量,安静环境下放置 1 h 后,连接回流冷凝装置,加热至液体沸腾,并保持微沸腾 1 h。放冷后,取下锥形瓶,密闭,再称定重量,用蒸馏水补足失去的重量,振荡,摇匀,用干燥过滤器滤过,精密量取过滤液 25 mL,置干燥且恒重的蒸发皿中,放置于水浴锅上蒸干后,于 105 ℃ 条件下干燥 3 h,置干燥器中冷却 30 min,快速精密称定其重量<sup>[1]</sup>。

**1.3.2.2 醇溶性浸出物。**按照“1.3.2.1”项下的水溶性浸出物测定法测定。用稀乙醇代替水作溶剂。

### 1.3.3 溶液的制备。

**1.3.3.1 对照品溶液的制备。**取经过 105 ℃ 干燥至恒重的无水葡萄糖对照品 33 mg,精密称定,置 100 mL 量筒中,加水,溶解,稀释至刻度,振荡,摇匀,即得每 1 mL 中含无水葡萄糖 0.33 mg<sup>[1]</sup>。

**1.3.3.2 酒黄精样品溶液的制备。**取酒黄精样品细粉 0.25 g,精密称定,置 250 mL 圆底烧瓶中,加 80% 乙醇溶液 150 mL,置水浴中加热回流 1 h,趁热过滤,过滤剩余的残渣用 80% 热乙醇洗涤 3 次,每次 10 mL,将残渣及滤纸置烧瓶中,加水 150 mL,置沸水浴中加热回流 1 h,趁热过滤,第二次过滤的残渣及烧瓶用热水洗涤 4 次,每次 10 mL,合并滤液与洗液,冷却,转移至 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,振荡,摇匀,即得<sup>[1]</sup>。

**1.3.3.3 酒黄精饮片样品溶液的制备。**精密称取酒黄精饮片样品细粉 0.25 g,其余操作同“1.3.3.2”项下,制备得到酒黄精饮片样品溶液。

**1.3.3.4 0.2% 萘酮-硫酸试液的配制。**称取约 0.20 g 萘酮,加入 100 mL 硫酸溶液,放置于棕色瓶中,摇匀后放于冰箱中(现配现用)。

### 1.3.4 方法学考察。

**1.3.4.1 标准曲线的绘制。**精密量取对照品溶液 0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6 mL,分别放置于 10 mL 具塞刻度试管中,分别加水至 2.0 mL,振荡,摇匀,在冰水浴中缓缓滴加 0.2% 萘酮-硫酸溶液至刻度,混匀,放冷后置水浴锅中保温 10 min,取出,立即放置于冰水浴中再冷却 10 min,取出,以蒸馏水作为空白试验,在 582 nm 波长处测定吸光度。以吸光度为纵坐标、对照品浓度为横坐标绘制标准曲线,确定线性范围<sup>[1]</sup>。

**1.3.4.2 精密密度试验。**精密吸取对照品溶液 1.0 mL,置于具塞试管中,其余操作同“1.3.4.1”,于 582 nm 处测定吸光度,连续测定 6 次,计算 RSD 值,要求该值小于 3%。

**1.3.4.3 重复性试验。**平行称取酒黄精样品和酒黄精饮片样品各 6 份,按“1.3.3.2”和“1.3.3.3”方法制备样品溶液,测定其吸光度,计算 RSD 值,要求该值小于 3%。

**1.3.4.4 稳定性试验。**取酒黄精样品和酒黄精饮片样品,按照“1.3.3.2”和“1.3.3.3”方法制备样品溶液,分别于 10 min、30 min、1 h、2 h、3 h 测定吸光度,计算 RSD 值,要求该值小于 3%。

**1.3.4.5 加样回收率试验。**取已知黄精多糖含量为 18.1% 的黄精饮片药材粉末约 0.3 g,平行 5 份,加入无水葡萄糖 1 mL,合 0.33 mg,精密称定,按照“1.3.3.2”和“1.3.3.3”方法制备供试品溶液,按紫外分光光度计法测定供试品溶液黄精多糖含量,计算加样回收率和 RSD。

### 1.3.5 单因素试验。

**1.3.5.1 酒润方法。**考察酒润法中不同加酒量和润制时间对药材性状的影响,分别称取黄精原药材和黄精饮片约 100 g,加酒量为 5%、10%、15%、20%,分别润制 8、10、12、16 h,观察药材性状。

**1.3.5.2 蒸法。**考察蒸法中蒸制时间对药材性状的影响,分

别称取黄精原药材和黄精饮片约 100 g,将水烧开后再放药材,分别蒸 6、8、10、12 h,观察药材性状。

**1.3.5.3 蒸制次数。**考察蒸法中蒸制次数对药材性状的影响,分别称取酒黄精原药材和酒黄精饮片药材约 100 g,分别蒸制 2、3、4、5 次,观察药材性状。

**1.3.6 正交试验。**根据初步的测试结果,以及《中国药典》和各省市炮制规范,确定以焖制时间、蒸制时间、润制时间为考察因素(黄精药材黄酒用量为 20%,黄精饮片黄酒用量为 15%),每个因素 3 个水平,因素水平见表 1~2。

表 1 黄精药材正交试验因素水平

Table 1 Factors and levels of orthogonal test for fresh *Polygonatum sibiricum* Red

| 水平<br>Level | 因素 Element               |                                |                               |
|-------------|--------------------------|--------------------------------|-------------------------------|
|             | A(润制时间<br>Run time<br>h) | B(蒸制时间<br>Steaming<br>time//h) | C(焖制时间<br>Stewing<br>time//h) |
| 1           | 10                       | 8                              | 10                            |
| 2           | 12                       | 10                             | 12                            |
| 3           | 16                       | 12                             | 14                            |

表 2 黄精饮片正交试验因素水平

Table 2 Factors and levels of orthogonal test for *Polygonatum sibiricum* Red tablets

| 水平<br>Level | 因素 Element               |                                |                               |
|-------------|--------------------------|--------------------------------|-------------------------------|
|             | A(润制时间<br>Run time<br>h) | B(蒸制时间<br>Steaming<br>time//h) | C(焖制时间<br>Stewing<br>time//h) |
| 1           | 8                        | 6                              | 6                             |
| 2           | 10                       | 8                              | 8                             |
| 3           | 12                       | 10                             | 10                            |

2 结果与分析

2.1 方法学考察

**2.1.1 标准曲线的绘制。**按照“1.3.4.1”方法操作,以吸光度为纵坐标、对照品浓度为横坐标绘制标准曲线,得葡萄糖的回归方程为  $Y=0.059\ 21x+0.050\ 33(r=0.996)$ ,表明葡萄糖含

量在 19.44~32.40 μg 有良好的线性关系。

**2.1.2 精密度试验。**按照“1.3.4.2”方法操作,计算得出 RSD 为 1.61%,表明仪器精密度良好,符合含量测定要求。

**2.1.3 重复性试验。**按照“1.3.4.3”方法操作,测得酒黄精样品的 RSD 为 1.27%,酒黄精饮片样品的 RSD 为 0.77%,表明该方法重复性良好。

**2.1.4 稳定性试验。**按照“1.3.4.4”方法操作,测得酒黄精样品的 RSD 为 1.59%,酒黄精饮片样品的 RSD 为 1.54%,表明该样品溶液在 3 h 内基本稳定。

**2.1.5 加样回收率试验。**由表 3 可知,葡萄糖的平均加样回收率为 98.4%,RSD 为 0.77%,表明该方法回收率较好,方法可行。

表 3 酒黄精饮片样品回收试验结果(n=5)

Table 3 Recovery test results of *Polygonatum sibiricum* Red tablets

| 序号<br>No | 取样量<br>Sampling<br>volume<br>g | 原含量<br>Original<br>content<br>mg | 加入量<br>Added<br>amount<br>mg | 测得值<br>Measured<br>value | 回收率<br>Recovery<br>rate<br>% | 平均回<br>收率<br>Average<br>recovery<br>rate//% | RSD<br>% |
|----------|--------------------------------|----------------------------------|------------------------------|--------------------------|------------------------------|---------------------------------------------|----------|
| 1        | 0.300 3                        | 5.435 4                          | 0.330 7                      | 5.761 8                  | 98.7                         | 98.4                                        | 0.77     |
| 2        | 0.300 3                        | 5.435 4                          | 0.330 5                      | 5.757 3                  | 97.4                         |                                             |          |
| 3        | 0.300 9                        | 5.446 3                          | 0.330 3                      | 5.769 3                  | 97.8                         |                                             |          |
| 4        | 0.301 1                        | 5.449 9                          | 0.330 6                      | 5.776 9                  | 98.9                         |                                             |          |
| 5        | 0.300 7                        | 5.442 7                          | 0.331 1                      | 5.771 2                  | 99.2                         |                                             |          |

2.2 单因素试验

**2.2.1 酒润方法。**由表 4 可知,加酒量为 5%时药材中间一直有干心;加酒量为 10%、润制 16 h 时药透无干心;加酒量为 20%时,药材润制 12 h 药透。因此,黄精原药材的酒润法初步选用加酒量 20%、润制时间 12 h 的工艺。

由表 5 可知,加酒量为 5%时黄精饮片中中间一直有干心;加酒量为 10%、润制 16 h 时药透无干心;加酒量为 15%时,药材润制 10 h 药透;加酒量为 20%时,药材润制 12 h 药透。因此,黄精饮片的酒润法初步选用加酒量 15%、润制时间 10 h 的工艺。

表 4 黄精原药材酒润法单因素考察药材性状

Table 4 Single factor investigation of medicinal material properties of *Polygonatum sibiricum* Red

| 润制时间<br>Stewing time//h | 加酒量 Added wine//% |           |           |        |
|-------------------------|-------------------|-----------|-----------|--------|
|                         | 5                 | 10        | 15        | 20     |
| 8                       | 药材有大量干心           | 药材有大量干心   | 药材有少量干心   | 药材略有干心 |
| 10                      | 药材有大量干心           | 药材有少量干心   | 药材略有干心    | 药材略有干心 |
| 12                      | 药材有少量干心           | 药材断面外围发褐色 | 药材断面外围发褐色 | 药透     |
| 16                      | 药材略有干心            | 药透        | 药材发黑      | 药材发黑   |

表 5 黄精饮片酒润法单因素考察药材性状

Table 5 Single factor investigation of medicinal material properties of *Polygonatum sibiricum* Red tablets

| 润制时间<br>Stewing time//h | 加酒量 Added wine//% |           |           |           |
|-------------------------|-------------------|-----------|-----------|-----------|
|                         | 5                 | 10        | 15        | 20        |
| 8                       | 药材有大量干心           | 药材有大量干心   | 药材有少量干心   | 药材略有干心    |
| 10                      | 药材有大量干心           | 药材有少量干心   | 药透        | 药材断面外围发褐色 |
| 12                      | 药材有少量干心           | 药材断面外围发褐色 | 药材断面外围发褐色 | 药透        |
| 16                      | 药材略有干心            | 药透        | 药材发黑      | 药材发黑      |

**2.2.2 蒸法。**对黄精原药材和饮片分别蒸 6、8、10、12 h,观察原药材性状分别出现 6 h 稍硬、8 h 略硬、10 h 部分略硬、

12 h 软硬适当,因此选择黄精原药材蒸制时间为 12 h。观察饮片性状分别出现 6 h 稍硬、8 h 软硬适当、10 h 过软、12 h 过

软,因此选择黄精饮片蒸制时间为 8 h。

**2.2.3 蒸制次数。**分别称取酒黄精原药材和酒黄精饮片药材约 100 g,分别蒸制 2、3、4、5 次,观察原药材性状分别出现蒸 2 次蒸制不完全、3 次有残留黄酒、4 次蒸制完全、5 次蒸制完全,饮片 2 次蒸制不完全、3 次蒸制完全、4 次蒸制完全、5 次过黏,因此选择酒黄精原药材在反复蒸制 4 次可蒸制完全,酒黄精饮片在反复蒸制 3 次即可蒸制完全。

对比 3 组单因素试验,考虑到大生产中的生产成本和生产效率等诸多因素,在实际生产中可考虑选用黄精饮片进行生产,可节省成本和时间。

2.3 正交试验

**2.3.1 酒黄精的正交试验。**从表 6 可以看出,在酒黄精的炮制过程中,焖制时间可视为主要因素。对于浸出物的研究可知,浸出物的含量随着焖制的时间延长而增高,但是如果蒸制时间过短,则会影响浸出物含量。对于黄精多糖的研究可知,黄精多糖含量的影响因素从大到小依次为 C、A、B,即焖制时间越长,黄精多糖的含量越高。因此由以上各个数据分析可得,酒黄精的最佳炮制工艺为 A2B3C3,即黄精药材除去杂质后洗净,加 20%的黄酒拌匀润制 12 h,蒸制 12 h,再焖制 14 h,取出,干燥,切制成厚片。

| 表 6 酒黄精炮制工艺正交试验结果                                                                                |       |       |       |       |                                         |                         |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-----------------------------------------|-------------------------|
| Table 6 Orthogonal test results of the processing technology of <i>Polygonatum sibiricum</i> Red |       |       |       |       |                                         |                         |
| 序号<br>No.                                                                                        | A     | B     | C     | D(空白) | 醇溶性浸出物<br>Alcohol soluble<br>extract//% | 多糖<br>Polysaccharide//% |
| 1                                                                                                | 1     | 1     | 1     | 1     | 66.14                                   | 9.42                    |
| 2                                                                                                | 1     | 2     | 2     | 2     | 65.54                                   | 10.83                   |
| 3                                                                                                | 1     | 3     | 3     | 3     | 64.14                                   | 13.44                   |
| 4                                                                                                | 2     | 1     | 2     | 3     | 65.57                                   | 11.14                   |
| 5                                                                                                | 2     | 2     | 3     | 1     | 67.36                                   | 12.93                   |
| 6                                                                                                | 2     | 3     | 1     | 2     | 64.37                                   | 15.36                   |
| 7                                                                                                | 3     | 1     | 3     | 2     | 70.86                                   | 12.80                   |
| 8                                                                                                | 3     | 2     | 1     | 3     | 60.37                                   | 11.25                   |
| 9                                                                                                | 3     | 3     | 2     | 1     | 69.73                                   | 10.16                   |
| 醇溶性浸出物<br>Alcohol soluble extract                                                                | $k_1$ | 65.27 | 67.52 | 63.63 |                                         |                         |
|                                                                                                  | $k_2$ | 65.76 | 64.42 | 66.95 |                                         |                         |
|                                                                                                  | $k_3$ | 66.97 | 66.08 | 67.45 |                                         |                         |
|                                                                                                  | $R$   | 1.70  | 3.10  | 3.82  |                                         |                         |
| 多糖 Polysaccharide                                                                                | $k_1$ | 11.23 | 11.12 | 12.01 |                                         |                         |
|                                                                                                  | $k_2$ | 13.14 | 11.67 | 10.71 |                                         |                         |
|                                                                                                  | $k_3$ | 11.40 | 12.99 | 13.06 |                                         |                         |
|                                                                                                  | $R$   | 1.91  | 1.87  | 2.35  |                                         |                         |

**2.3.2 酒黄精饮片的正交试验。**从表 7 可以看出,在酒黄精饮片的炮制过程中,润制时间可视为主要因素。对于浸出物的分析,影响浸出物含量的因素从大到小依次为 B、A、C,即焖制时间过长,浸出物含量会明显下降,说明酒黄精饮片在炮制过程中蒸制时间不宜过长。对于黄精多糖的分析,影响

黄精多糖含量的因素从大到小依次为 A、C、B,即润制时间和焖制时间越长,黄精多糖含量会越来越高。因此由各个数据分析得出,酒黄精饮片的最佳炮制工艺为 A<sub>2</sub>B<sub>3</sub>C<sub>3</sub>,即黄精饮片洗净除去杂质,加 15%的黄酒酒润 10 h,蒸制 10 h,焖制 10 h,取出,干燥。

| 表 7 酒黄精饮片炮制工艺正交试验结果                                                                                      |       |       |       |       |                                         |                           |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-----------------------------------------|---------------------------|
| Table 7 Orthogonal test results of the processing technology of <i>Polygonatum sibiricum</i> Red tablets |       |       |       |       |                                         |                           |
| 序号<br>No.                                                                                                | A     | B     | C     | D(空白) | 醇溶性浸出物<br>Alcohol soluble<br>extract//% | 多糖 Polys-<br>accharide//% |
| 1                                                                                                        | 1     | 1     | 1     | 1     | 66.04                                   | 10.11                     |
| 2                                                                                                        | 1     | 2     | 2     | 2     | 66.54                                   | 10.95                     |
| 3                                                                                                        | 1     | 3     | 3     | 3     | 65.14                                   | 14.34                     |
| 4                                                                                                        | 2     | 1     | 2     | 3     | 66.57                                   | 12.14                     |
| 5                                                                                                        | 2     | 2     | 3     | 1     | 67.45                                   | 15.36                     |
| 6                                                                                                        | 2     | 3     | 1     | 2     | 65.37                                   | 14.98                     |
| 7                                                                                                        | 3     | 1     | 3     | 2     | 66.11                                   | 13.10                     |
| 8                                                                                                        | 3     | 2     | 1     | 3     | 67.34                                   | 12.25                     |
| 9                                                                                                        | 3     | 3     | 2     | 1     | 67.28                                   | 10.96                     |
| 醇溶性浸出物<br>Alcohol soluble extract                                                                        | $k_1$ | 65.91 | 66.24 | 66.25 |                                         |                           |
|                                                                                                          | $k_2$ | 66.46 | 67.11 | 66.80 |                                         |                           |
|                                                                                                          | $k_3$ | 66.91 | 65.93 | 66.23 |                                         |                           |
|                                                                                                          | $R$   | 1.00  | 1.18  | 0.57  |                                         |                           |
| 多糖 Polysaccharide                                                                                        | $k_1$ | 11.80 | 11.78 | 12.45 |                                         |                           |
|                                                                                                          | $k_2$ | 14.16 | 12.85 | 11.35 |                                         |                           |
|                                                                                                          | $k_3$ | 12.10 | 13.43 | 13.27 |                                         |                           |
|                                                                                                          | $R$   | 2.36  | 1.65  | 1.92  |                                         |                           |

**2.3.3 验证试验。**由“2.3.1”和“2.3.2”结果可知,在实际生产中可考虑用黄精饮片进行炮制,取黄精饮片洗净,加 15% 黄酒润制 10 h,放在蒸具内,蒸制 10 h,取出,干燥。

分别称取酒黄精饮片 5 组,每组的 200 g,按最佳工艺条件制备样品,筛去碎屑,粉碎成细粉,按照“1.3.3.2”和“1.3.3.3”方法制备供试品溶液。按照“1.3.4.1”项下对照品含量测定方法分别测定供试品溶液中黄精多糖的含量,以无水葡萄糖计,结果见表 8。由表 8 可知,多糖含量的 RSD 为 1.69%,表明该生产工艺在生产中切实可行。

表 8 验证性试验结果  
Table 8 Confirmatory test results

| 编号<br>No. | 取样量<br>Sampling<br>volume//g | 多糖含量<br>Polysaccharide<br>content//% | RSD<br>% |
|-----------|------------------------------|--------------------------------------|----------|
| 1         | 0.200 3                      | 14.34                                | 1.69     |
| 2         | 0.200 7                      | 14.89                                |          |
| 3         | 0.200 4                      | 14.77                                |          |
| 4         | 0.199 8                      | 15.23                                |          |
| 5         | 0.200 1                      | 14.68                                |          |

3 结论与讨论

在酒润法单因素考察时润制时间和加黄酒用量对药材的性状影响较大。酒润时间过长会引起黄精饮片发黑,影响感官,可能也会影响有效成分的含量,润制时间过短会有干心。在酒润法单因素考察时,用酒量过少会拌不均匀,过多成本又太高。

正交试验对蒸制时间、焖制时间和润制时间进行了考察,得出蒸制时间和焖制时间为影响黄精多糖含量的显著性

(上接第 154 页)

控手段,注重生物防治方法,如利用天敌、以昆虫病原菌治虫、以昆虫病毒治虫等方式<sup>[7-10]</sup>,在药剂的选择上要尽量选择高效低毒低残留的药剂,要按照推荐的科学方法施药,以确保天敌安全<sup>[11]</sup>。

目前,田间害虫种群动态变化受气候变化、人为干扰及害虫虫源数量等因素的影响较大,由此可能导致害虫的发生时间及为害期有所变动,从而也加大了害虫防治难度<sup>[12]</sup>。因此,深入开展蔬菜上害虫种类发生规律的研究十分必要。今后还应持续调查十字花科蔬菜上害虫的发生情况及为害规律,从而更全面和系统地掌握十字花科害虫发生的种类及其规律,为科学有效的防治提供理论依据。

参考文献

[1] 袁辉,李安国,黄超艳,等.十字花科蔬菜害虫防治农药减量的难点及对策[J].南方园艺,2012,23(1):44-45.  
[2] 张帅.2016 年全国农业有害生物抗药性监测结果及科学用药建议[J].

因素,蒸制时间和焖制时间越长,黄精多糖的含量越高。在对比黄精药材和黄精饮片的生产炮制过程中,得出用黄精饮片直接炮制可以大大缩短时间,并更有利于黄精多糖的吸收。

该试验以黄精多糖为指标,得出酒黄精饮片的多糖含量要比酒黄精的多糖含量高,同比之下,在实际生产过程中,考虑到生产成本和生产效率等多个因素,选用黄精饮片进行实际生产,既可以减少人力和物力,同时可节约成本并可提高效率。但是在该试验中未涉及到干燥温度和干燥时间的考察,所以未知干燥温度和干燥时间对黄精多糖含量是否有影响有待进一步考察研究。

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:化学工业出版社,2015:38,202,306.  
[2] 陈立娜,高艳坤,都述虎.黄精质量标准的研究[J].中药材,2006,29(12):1367-1369.  
[3] 贺海花,杨云,王爽,等.不同蒸制方法和时间对黄精中多糖含量的影响[J].中药材,2009,32(6):861-862.  
[4] 张莹,钟凌云.炮制对黄精化学成分和药理作用影响研究[J].江西中医学院学报,2010,22(4):77-79.  
[5] 王孝涛.中药饮片炮制叙要[M].上海:上海科技出版社,1958.  
[6] 马兴民.新编中药炮制法[M].西安:陕西科学技术出版社,1980.  
[7] 中医药研究院中药研究所,北京药品生物制品检定所.中药炮制经验集成[M].北京:人民卫生出版社,1959.  
[8] 姚新生.天然药物化学[M].3 版.北京:人民卫生出版社,2000:140.  
[9] 陆善旦,黄辉,杨富顺.野生中药材采集加工技术[M].南宁:广西科学技术出版社,2009.  
[10] 曾林燕,宋志前,魏征,等.黄精炮制过程中新产生成分分离及含量变化[J].中草药,2013,44(12):1584-1588.  
[11] 梁引库.药用植物黄精研究现状[J].陕西农业科学,2008(1):81-82,94.  
[12] 上海市食品药品监督管理局.上海市中药饮片炮制规范:一部[S].上海:上海科学技术出版社,2008:82.

中国植保导刊,2017,37(3):56-59.  
[3] 郭世俭.十字花科蔬菜害虫化学防治的现状与问题[J].中国蔬菜,1997(2):48-50.  
[4] 虞轶俊.十字花科蔬菜害虫综合治理技术与推广[D].杭州:浙江大学,2004.  
[5] 王秀英,巫东堂,赵军良,等.十字花科蔬菜常见病害的发生与防治[J].中国瓜菜,2011,24(2):72-75.  
[6] 王士军.冀西北地区十字花科蔬菜害虫发生特点与防治技术[J].湖北农业科学,2012,51(17):3755-3758.  
[7] HUANG N,ENKEGAARD A,OSBORNE L S.The banker plant method in biological control[J].Critical reviews in plant science,2011,30(3):259-278.  
[8] 李先伟,潘明真,刘同先.Banker plant 携带天敌防治害虫的理论基础与应用[J].应用昆虫学报,2013,50(4):890-896.  
[9] 邱德文.生物农药的发展现状与趋势分析[J].中国生物防治学报,2015,31(5):679-684.  
[10] 徐伟松,钟国华,胡美英.昆虫病毒在害虫防治上的应用及其对寄生蜂的影响[J].昆虫天敌,2001,23(2):70-79.  
[11] 许俊喜,周蕾,刘彦文,等.蔬菜生产综合防控技术[J].蔬菜,2017(7):50-53.  
[12] 高宇,韩琪,徐博,等.长春地区苜蓿主要害虫天敌种类及田间消长规律[J].黑龙江畜牧兽医,2016(2):122-123.