



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102293934 A

(43) 申请公布日 2011. 12. 28

(21) 申请号 201110268333. 9

(22) 申请日 2011. 09. 13

(71) 申请人 徐杰

地址 564700 贵州省赤水市延安路 56 号赤水市信天中药产业开发有限公司

(72) 发明人 徐杰

(51) Int. Cl.

A61K 36/8984 (2006. 01)

A61P 29/00 (2006. 01)

A61P 1/00 (2006. 01)

A61P 11/14 (2006. 01)

A61P 37/04 (2006. 01)

A61P 35/00 (2006. 01)

A61K 135/00 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 6 页

(54) 发明名称

一种金钗石斛饮片及加工方法

(57) 摘要

本发明提供一种金钗石斛饮片及其加工的方法,所述金钗石斛饮片为将鲜金钗石斛斜切成厚度为 0.01 ~ 3mm 薄片,然后干燥即得金钗石斛饮片。金钗石斛饮片的加工经净选、清洗、切片、烘干的步骤实现。此金钗石斛饮片提高了金钗石斛饮片有效成分含量,患者服用方便、质量稳定、煎煮效率高、炮制方便减少了中间污染,改进了传统饮片和饮片炮制方法。

1. 一种金钗石斛饮片,其特征在于:用金钗石斛鲜药材斜切成厚度为 0.01 ~ 3mm 的薄片,然后干燥金钗石斛饮片。

2. 根据权利要求 1 所述的一种金钗石斛的饮片,其特征在于:该金钗石斛饮片是在将鲜金钗石斛斜切薄片以后在对其进行干燥。

3. 一种金钗石斛饮片的制备加工方法,其特征在于:包括以下顺序工艺步骤:

(1) 净选:取石斛鲜药材,去除杂草、须根和叶子。

(2) 清洗:放 2 ~ 3 倍量的清水清洗 1 ~ 3 次,每次 5 ~ 10 分钟。

(3) 切片:将鲜金钗石斛晾干后斜切成厚度为 0.01 ~ 3mm 的薄片。

(4) 干燥:将鲜金钗石斛切片干燥后既得。

4. 根据权利要求 1 所述的一种金钗石斛的饮片,其特征在于:金钗石斛药材薄片厚度为 0.05 ~ 2.5mm。

5. 根据权利要求 1 所述的一种金钗石斛的饮片,其特征在于:金钗石斛药材薄片厚度为 0.1 ~ 2mm。

6. 根据权利要求 1 所述的一种金钗石斛的饮片,其特征在于:金钗石斛药材薄片厚度为 0.15 ~ 1.5mm。

7. 根据权利要求 1 所述的一种金钗石斛的饮片,其特征在于:金钗石斛药材薄片厚度为 0.2 ~ 1mm。

8. 根据权利要求 1 所述的一种金钗石斛的饮片,其特征在于:金钗石斛药材薄片厚度为 0.25 ~ 0.5mm。

9. 根据权利要求 1 所述的一种金钗石斛的饮片,其特征在于:金钗石斛药材薄片厚度为 0.3 ~ 0.5mm。

10. 根据权利要求 3 所述一种金钗石斛饮片的制备加工方法,其特征在于:步骤(3)将鲜石斛斜切成片。

11. 根据权利要求 3 所述一种金钗石斛饮片的制备加工方法,其特征在于:步骤(4)将鲜石斛切片干燥,干燥后金钗石斛切片水分不超过 12%。

12. 根据权利要求 6 所述一种金钗石斛饮片的制备加工方法,其特征在于:控制金钗石斛切片的方式包括:太阳能晒干或烘干、微波干燥、远红外干燥、热风循环烘箱干燥、带式干燥、转筒式烘干、或管式热风干燥。

一种金钗石斛饮片及加工方法

[0001] 技术领域：本发明属涉及金钗石斛金钗石斛饮片及加工方法，属于中药才加工领域。

[0002] 背景技术：中药石斛具有滋阴清热、益胃生津、润肺止咳之功效，为传统名贵中药，其来源植物有 40 多种。金钗石斛 *Dendrobium nobile* Lindl. 是 2010 版药典收载的石斛的来源之一，其化学成分含有多糖、生物碱和 Stilbenoids 类等。药理实验证明石斛的多糖类成分是石斛中具有免疫促进和抗肿瘤作用的活性成分。石斛生物碱也具有多种活性。

[0003] 金钗石斛的传统饮片是将金钗石斛切段，2010 版药典石斛饮片炮制的加工方法为：先去残根，洗净，切段，干燥，。但其过程繁琐，且笼统，对加工每个环节没有具体的量化指标。而且在金钗石斛切段后干燥困难，需沙炒，加工费时费力，金钗石斛传统饮片（切段）在患者煎煮过程中有效成分溶出率较低。金钗石斛饮片（切片）患者服用方便、提高有效成分含量、煎煮效率高、炮制方便减少了中间污染，改进了传统饮片和饮片炮制方法。

发明内容

[0004] 本发明目的提供一种金钗石斛饮片，其解决了金钗石斛饮片煎煮效率低，质量不稳定、炮制过程复杂等技术缺陷，为使用金钗石斛饮片提供了更好的、提高有效成分含量、煎煮效率高、服用方便的金钗石斛中药饮片。

[0005] 本发明另一目的提供上述饮片的制备加工方法。

[0006] 本发明专利的目的是通过下面的技术方案实现的：一种中药饮片，其特征在于：该中药饮片是将鲜金钗石斛斜切成厚度为 0.01 ~ 3mm 薄片，然后干燥即得金钗石斛饮片。

[0007] 上述金钗石斛中药饮片的加工制备方法，其特征在于：包括了一下顺序的工艺步骤：

[0008] (1) 净选：取石斛鲜药材，去除杂草、须根和叶子。

[0009] (2) 清洗：放 2 ~ 3 倍量的清水清洗 1 ~ 3 次，每次 5 ~ 10 分钟。

[0010] (3) 切片：将鲜金钗石斛晾干后斜切成厚度为 0.01 ~ 3mm 薄片。

[0011] (4) 干燥：将鲜金钗石斛切片干燥。

[0012] 本发明具有以下优点：

[0013] 1. 本发明的金钗石斛饮片比传统可以提高浸出率 5% ~ 8%

[0014] 2. 本发明无需将金钗石斛沙炒，用鲜药材直接加工成，减少了加工过程中的二次污染。

[0015] 3. 本发明无需将金钗石斛沙炒，干燥需要温度较低，太阳晒就可以干燥。减少了 40% 加工成本，提高了 4 倍以上的生产效率。

[0016] 4. 提高了金钗石斛的使用率。传统方法由于加工时间过长，沙炒温度 200 以上，导致金钗石斛石斛碱、石斛多糖分解，使有效成分大大降低。降低金钗石斛产品的生物活性。

[0017] 本发明由于无需沙炒，干燥需要温度也较低，价格时间段，生产效率提高。最大限度保留了金钗石斛的生物活性，提高了产品使用效率。

[0018] 5. 本发明加工操作简单，有利于金钗石斛的质量控制。

具体实施方式：

[0019] 本发明的实施例 1：金钗石斛药材的加工

[0020] (1) 净选：取金钗石斛鲜药材，去除杂草、须根和叶子。(2) 清洗：放 2 倍量的清水清洗 1 次，每次 10 分钟。(3) 切片：将鲜金钗石斛药材斜切厚度为 0.01mm 的薄片。(4) 干燥：将金钗石斛鲜药材切片，晾干，然后再放入 70℃ 烘房烘烤 3 个小时，即得金钗石斛饮片。

[0021] 本发明的实施例 2：金钗石斛药材的加工

[0022] (2) 净选：取金钗石斛鲜药材，去除杂草、须根和叶子。(2) 清洗：放 2 倍量的清水清洗 1 次，每次 10 分钟。(3) 切片：将鲜金钗石斛药材斜切成厚度为 3mm 的薄片。(4) 干燥：将金钗石斛鲜药材切片，利用太阳能晒干。即得金钗石斛饮片。

[0023] (3) 净选：取金钗石斛鲜药材，去除杂草、须根和叶子。(2) 清洗：放 2 倍量的清水清洗 1 次，每次 10 分钟。(3) 切片：将鲜金钗石斛药材斜切成厚度 1mm 薄片。(4) 干燥：将金钗石斛鲜切片，利用太阳能晒干。即得金钗石斛饮片。

[0024] 本发明制得的金钗石斛饮片有效成分含量测定

[0025] 1 实验材料与仪器

[0026] 1.1 仪器

[0027] 安捷伦 7890A 型气相色谱仪（美国安捷伦公司），安捷伦 7683B 进样器，安捷伦工作站；METTLER-AE240 型 1/10000 电子分析天平（瑞士梅特勒公司）；微孔滤膜 $\phi = 0.45 \mu\text{m}$ （进口）。UV-2000 紫外-可见分光光度计（日本，HITACHI）。无水葡萄糖对照品购自北京拜尔迪生物公司 D-(+)-Glucose（批号 G-8270，供含量测定用）。石斛碱对照品为本实验室自制（纯度大于 98%）。浓硫酸、苯酚、乙醇、溴钾酚绿、氯仿、邻苯二甲酸氢钾、正丁醇、丙酮、乙醚均为分析纯（北京化工厂）。

[0028] 1.2 对照品及试剂

[0029] 石斛碱对照品（北京中医药大学中药学院新药中心实验室自制纯度 > 98%），萘，甲醇，甲酸均为分析纯。

[0030] 1.3 样品来源及其处理方法：

[0031] 以贵州赤水市旺隆镇鸭岭村及红花村石斛种植基地采集的金钗石斛为试验材料，9 月份采集分析样品。采样的金钗石斛为 2 年生药材。将药材分别按照传统加工方法和本实施例 1、实施例 2、实施例 3 加工。

[0032] 2 总生物碱含量测定

[0033] 2.1 供试品溶液的制备和测定 取样品粉末（过四号筛）0.5g，精密称定，用 2mL 氨水浸润，密塞放置 30min。精密加入氯仿 10mL，称重，置水浴中加热回流 2h，冷却后称重，补足减失重量，过滤。精密量取续滤液 1mL，置于 50mL 量瓶中，用氯仿稀释至刻度。精密量取 10mL，加入 pH4.5 缓冲液 5.0mL 和 0.04% 溴钾酚绿溶液 1.0mL，剧烈振摇 3min，静置 30min，滤过，置比色皿中在 415nm 处测定吸光度。另取氯仿同样操作，作为空白对照。

[0034] 2.2 对照品溶液的制备 精密称取石斛碱对照品 12.9mg，加氯仿制成每 1mL 含 0.0129mg 的溶液，即得。

[0035] 2.3 标准曲线的制备 精密量取石斛碱标准液 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0mL，置于分液漏斗中，分别用氯仿稀释至 10.0mL，加入 pH4.5 缓冲液 5.0mL 和 0.04% 溴钾酚绿溶液

1.0ml,剧烈振摇 3min,静置 30min,滤过。另取氯仿同样操作,作为空白对照。照紫外-可见分光光度法(《中国药典》2005 年版一部附录 V A)在 415nm 处测定吸光度,以吸光度为纵坐标,以石斛碱浓度为横坐标,绘制标准曲线,并进行线性回归,得到回归方程 $A = 0.1387C + 0.00253$ 。结果表明石斛碱在 0.0129-0.0645mg 内线性关系良好。

[0036] 2.4 精密度考察 精密量取供试液 10mL,照标准曲线制备项下的方法测定其吸光度,重复 5 次,计算含量,结果平均含量为 0.27%,RSD 值为 0.26。

[0037] 2.5 重复性考察 精密称取石斛样品粉末 5 份,按样品制备项下方法制备,精密量取 10mL,按标准曲线制备项下方法测定其吸光度,计算含量,结果平均含量为 0.28,RSD 值为 0.52。

[0038] 2.6 样品稳定性考察 称取样品,分别于制备后 0,1,2,3,4,6,8h,精密量取 10mL,按标准曲线制备项下方法测定吸光度,计算含量,结果表明,样品在 8h 内稳定。

[0039] 2.7 加样回收实验 精密称取石斛样品粉末 6 份,每份约 0.5g,分别精密加入对照品溶液 1mL,按样品制备项下方法制备,精密量取 10mL,按标准曲线制备项下方法测定吸光度,计算含量。计算平均回收率为 97.77%,RSD 值为 2.99,石斛中石斛碱的加样回收率见表 1。

[0040] 表 1 石斛中石斛碱的加样回收率 (n = 6)

[0041]

称样量	样品中生物碱含量	加入石斛碱量	测得生物碱含量	回收率	平均回收率	RSD
g	mg	mg	mg	%	%	%
0.5108	1.5835	1.29	2.9019	102.20	97.77	2.99
0.5097	1.5801		2.7992	94.50		
0.5011	1.5534		2.7815	95.20		
0.5052	1.5661		2.8574	100.10		
0.4957	1.5367		2.7973	97.72		
0.5107	1.5832		2.8332	96.90		

[0042] 2.8 含量测定结果见表 2。

[0043] 表 2 石斛药材中总生物碱含量 (n = 6)

[0044]

编号	总生物碱含量 (%)
1(传统加工方法)	0.48
2(实施例 1)	0.61
3(实施例 2)	0.67
4(实施例 3)	0.64

[0045] 根据以上测定结果,可以看出实施例 1、实施例 2、实施例 3 总生物碱含量以石斛碱计分别为 0.61%、0.67%、0.64%比传统加工方法制得饮片总生物碱的含量高。

[0046] 3. 多糖测定

[0047] 3.1 石斛多糖的提取分离 取石斛药材粉末 35.00g,置圆底烧瓶中,加石油醚(60-90℃)500mL,加热回流提取 1h,过滤,挥干溶剂,滤渣以 80%乙醇 500mL 回流提取 1h,

趁热过滤,挥干溶剂,滤渣置圆底烧瓶中,加蒸馏水 500ml 回流提取 2 次,每次 1.5h,趁热过滤,减压浓缩至 60mL,加入 0.1%活性炭脱色,过滤,加入 95%乙醇使溶液含醇量为 80%,静置过夜,过滤,分出沉淀物溶于蒸馏水,Sevage 法脱蛋白。上清液醇沉,沉淀物依次用无水乙醇、丙酮、乙醚洗涤 5 次,每次用 10mL。所得石斛多糖为白色粉末。

[0048] 3.2 对照品溶液的制备 精密称取 105℃干燥至恒重的无水葡萄糖对照品 102.9mg,加水制成每 1ml 含葡萄糖 0.1029mg 的溶液,即得。

[0049] 3.3 标准曲线的制备 精密量取葡萄糖标准液 0.1,0.2,0.4,0.6,0.8,1.0mL,置于具塞试管中,分别加蒸馏水至 2.0mL,再加 5%苯酚溶液 1.0mL,摇匀,迅速滴加浓硫酸 5.0mL,盖好塞子,迅速摇匀放置 5min,置水浴中加热 15min,取出,冰水浴迅速冷却至室温。以蒸馏水为空白,照紫外-可见分光光度法(《中国药典》2010 年版一部附录 V A)在 490nm 处测定吸光度,以吸光度为纵坐标,以葡萄糖浓度为横坐标,绘制标准曲线,并进行线性回归,得到回归方程 $A = 0.7087C - 0.0071$ 。结果表明葡萄糖在 0.01029-0.1029mg 内线性关系良好。

[0050] 3.4 精密度考察 精密量取供试液 0.5mL,照标准曲线制备项下的方法测定其吸光度,计算含量,结果平均含量为 8.58%,RSD 值为 0.85。

[0051] 3.5 重复性考察 精密称取石斛样品粉末 5 份,按样品制备项下方法制备,精密量取 0.5mL,按标准曲线制备项下方法测定其吸收度,计算含量,结果平均含量为 8.72%,RSD 值为 0.38。

[0052] 3.6 样品稳定性考察 称取样品,分别于制备后 0,1,2,3,4,6,8h,精密量取 0.5mL,按标准曲线制备项下方法测定吸光度,计算含量,结果表明,样品在 8h 内稳定。

[0053] 3.7 加样回收实验 精密称取石斛样品粉末 6 份,每份约 0.5g,分别精密加入一定量的金钗石斛多糖,按样品制备方法制备,精密量取 0.5mL,按标准曲线制备项下方法测定吸光度,计算平均回收率为 95.35%,RSD 值为 2.46,石斛中多糖的加样回收率见表 3。

[0054] 表 3 石斛中多糖的加样回收率 (n = 6)

称样量	样品中多糖含量	加入多糖量	测得多糖含量	回收率	平均回收率	RSD
g	mg	mg	mg	%	%	%
0.4998	45.88	20.08	64.66	93.52	95.35	2.46
0.5017	46.60	20.12	66.24	97.61		
0.5197	47.71	22.05	68.63	94.88		
0.5301	48.66	19.88	68.15	98.04		
0.5026	46.14	20.31	65.65	96.06		
0.5077	46.61	20.52	65.49	92.01		

[0056] 3.8 供试品溶液的制备和测定 取样品粉末(过四号筛)0.5g,精密称定,加 80%乙醇 100mL 回流提取 1h,趁热过滤,滤渣用 80%热乙醇 10mL 洗涤三次,再用 100mL 蒸馏水回流提取 3 次,每次 1.5h,趁热过滤,用热水洗涤滤渣和烧瓶,合并滤液和洗液,放冷,转移至 500mL 量瓶中,加蒸馏水至刻度,摇匀。精密量取 0.5mL,加蒸馏水至 2.0mL,再加 5%苯酚溶液 1.0mL,摇匀,迅速滴加浓硫酸 5.0mL,盖好塞子,迅速摇匀放置 5min,置水浴中加热 15min,取出,冰水浴迅速冷却至室温。以蒸馏水为空白,置比色皿中在 490nm 处测定吸光

度。

[0057] 3.9 含量测定结果,见表 4。

[0058] 表 4 石斛药材中多糖含量

[0059]

编号	多糖含量 (%)
1(传统加工方法)	4.8
2(实施例 1)	11.50
3(实施例 2)	10.33
4(实施例 3)	10.12

[0060] 根据以上测定结果,可以看出实施例 1、实施例 2、实施例 3 总石斛多糖以无水葡萄糖($C_6H_{12}O_6$)计分别为 11.50%、10.33%、10.12%比传统加工方法制得饮片石斛多糖的含量 4.8%要高。

[0061] 4. 石斛碱的测定(按照《中国药典》2010 年版一部照气相色谱法(附录 VI E)测定)

[0062] 4.1 色谱条件

[0063] 弹性石英毛细管柱(柱长 30m,内径 0.25mm,膜厚度 0.25 μ m)DB-1(100%二甲基聚硅氧烷);程序升温;初始温度为 80℃,以每分钟 10℃的速率升温至 250℃,保持 10 分钟;进样口温度为 250℃,检测器为 FID,温度为 250℃,载气为 N_2 ,1ml/min;进样量为 1 μ l,分流比为 5 : 1;氢气:30ml/min,空气:400ml/min,尾吹:30ml/min。

[0064] 4.2 校正因子测定

[0065] 精密称取萘对照品 25.2mg,加甲醇溶解稀释并定容至 100ml,精密量取上述溶液 25ml,用甲醇定容至 250ml,作为内标溶液,浓度为 25.2 μ g/ml。精密称取石斛碱对照品 12.4mg,加甲醇溶解稀释并定容至 50ml,精密量取 5ml 溶液,用甲醇定容至 50ml,作为对照品溶液,浓度为 24.8 μ g/ml。精密量取内标溶液 1ml 置 5ml 量瓶中,加对照品溶液至刻度,摇匀,吸取 1 μ l 注入气相色谱仪,计算校正因子。 $F = 1.31$

[0066] 4.3 供试品的制备

[0067] 取本品(鲜品干燥后粉碎)粉末(过三号筛)约 0.25g,精密称定,置 100ml 圆底烧瓶中,精密加入含 0.05%甲酸的甲醇溶液 50ml,密塞,称定重量,加热回流 3 小时,放冷,再称定重量,用含 0.05%甲酸的甲醇溶液补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品。GC 分析前用微孔滤膜过滤。

[0068] 4.4 标准曲线及其方法学考察

[0069] 4.4.1 标准曲线

[0070] 分别精密吸取石斛碱对照溶液 0.1,0.4,0.6,0.8,1ml 于液相小瓶中,用氮吹仪吹干后,分别精密加 1ml 内标溶液溶解稀释,配置成 2.48 μ g/ml,9.92 μ g/ml,14.88 μ g/ml,19.84 μ g/ml,24.8 μ g/ml 的溶液,按上述气相色谱方法操作,进样量均为 1 μ l,以浓度(μ g/ml)为横坐标,峰面积比值(各浓度标准溶液峰面积/内标物峰面积)为纵坐标,绘

制标准曲线,回归方程为 $y = 0.0307x - 0.0256$, $r = 0.9998$,表明石斛碱在 $2.48 \mu\text{g/ml} \sim 24.8 \mu\text{g/ml}$ 之间具有良好的线性关系。

[0071] 4.4.1 精密度实验

[0072] 取样品溶液,连续进样 5 次,记录色谱峰面积比值(各浓度标准溶液峰面积/内标物峰面积),RSD 为 1.48%。

[0073] 4.4.1 重现性实验

[0074] 取同一样品,精密称取 5 份,按 2.3 项下方法制备供试品溶液,依法测定石斛碱百分含量,RSD 为 2.16%。

[0075] 4.4.1 稳定性实验

[0076] 取上述供试品溶液,分别在 0,3,6,9,12,24h 分别进样,测得石斛碱百分含量,RSD 为 2.43%。

[0077] 4.4.1 加样回收率

[0078] 精密称取上述已知含量的药材 5 份(2.75%),分别精密添加一定量的石斛碱对照品,按 2.3 项下方法制备供试品溶液,计算其平均回收率,为 95.1%,RSD 为 3.02%。

[0079] 1 样品测定

[0080] 按上述方法对金钗石斛不同样品进行含量测定,结果见下表。

[0081] 表 5 不同加工方法金钗石斛药材石斛碱含量

[0082]

编号	石斛碱含量(%)
1(传统加工方法)	0.46
2(实施例 1)	0.57
3(实施例 2)	0.61
4(实施例 3)	0.53

[0083] 根据以上测定结果,可以看出实施例 1、实施例 2、实施例 3 石斛碱分别为 0.57%、0.61%、0.53%比传统加工方法制得饮片石斛多糖的含量 0.46%要高。本发明制备的金钗石斛饮片中石斛碱的含量要比传统方法炮制的高。