

· 中药工业 ·

香茯健脾苦荞茶的制备工艺及其含量测定[△]

孙芮芮, 李明杰, 李慧峰, 裴妙荣*

山西中医药大学, 山西 晋中 030600

[摘要] 目的: 研究香茯健脾苦荞茶的最佳提取、制备工艺并建立该茶剂中芦丁含量测定的方法。方法: 采用单因素及正交试验设计分别对香薷挥发油提取率及香薷、茯苓水提工艺进行优选, 从而得出最佳提取工艺。将提取药液吸附于苦荞上, 判断其最佳吸附比。采用 HPLC 测定香茯健脾苦荞茶中芦丁含量。Diamondsil C₁₈ (200 mm × 4.6 mm, 5 μm) 色谱柱; 流动相为甲醇-0.5% 冰乙酸 (34:66); 流速为 1.0 mL·min⁻¹; 柱温为 30 ℃; 检测波长为 256 nm。结果: 香薷挥发油提取率的最佳工艺为料液比 1:12, 浸泡 2.0 h, 提取 4.0 h; 香苓健脾苦荞茶最佳提取工艺为料液比 1:10, 提取时间为 0.5 h, 提取次数为 3 次; 浓缩药液与苦荞的最佳吸附比 1:1; 香茯健脾苦荞茶所含芦丁质量分数为 3.47 mg·g⁻¹, 苦荞的有效成分芦丁的线性关系良好 ($r > 0.9999$)。结论: 此提取工艺简单经济、吸附比例合理、成型工艺可行; 所建立的含量测定方法简单、准确、灵敏、重复性好, 可为香茯健脾苦荞茶的进一步开发、品质评价和质量控制提供参考。

[关键词] 香薷; 茯苓; 提取工艺; 制备工艺; 芦丁

[中图分类号] R289 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1673-4890(2020)12-2085-05

doi:10.13313/j.issn.1673-4890.20191104004

Study on Preparation Technology and Content Determination of Xiangfu Jianpi Tartary Buckwheat Tea

SUN Rui-rui, LI Ming-jie, LI Hui-feng, PEI Miao-rong*

Shanxi University of Chinese Medicine, Jinzhong 030600, China

[Abstract] **Objective:** The optimum extraction and preparation technology of Xiangfu Jianpi tartary buckwheat tea was studied, and a method for the determination of rutin in the tea was established. **Methods:** The extraction rate of volatile oil from *Mosla chinensis* and the water extraction process of *M. chinensis* and *Poria cocos* were optimized respectively by single factor and orthogonal test, and the best extraction process was obtained. The extraction solution was adsorbed on tartary buckwheat to judge the best adsorption ratio. The content of rutin in Xiangfu Jianpi tartary buckwheat tea was determined by HPLC with a conditions as following: column: diamonsil C₁₈ (200 mm × 4.6 mm, 5 μm); mobile phase: methanol-0.5% glacial acetic acid (34:66); flow rate: 1.0 mL·min⁻¹; column temperature: 30 ℃; detection wavelength: 256 nm. **Results:** The optimum extraction process of volatile oil in *M. chinensis* was 1:12, 2.0 h for soaking and 4.0 h for extraction; 1:10 for Xiangfu Jianpi tartary buckwheat tea, 0.5 h for extraction and 3 times for extraction ($r > 0.9999$). **Conclusion:** The extraction process of this experimental study is simple and economical, the adsorption ratio is reasonable, and the molding process is feasible. The content determination method established in this study is simple, accurate, sensitive and reproducible, which provides a scientific basis for the further development, quality evaluation and quality control of Xiangfu Jianpi tartary buckwheat tea.

[Keywords] *Mosla chinensis*; *Poria cocos*; extraction process; preparation process; rutin

香茯健脾苦荞茶由香薷、茯苓、苦荞 3 味中药组成。香薷为唇形科植物石香薷 *Mosla chinensis* Maxim. 或江香薷 *M. chinensis* 'Jiangxiangru' 的干燥地

上部分。茯苓为多孔菌科真菌茯苓 *Poria cocos* (Schw.) Wolf 的干燥菌核。苦荞属双子叶蓼科植物, 学名鞑靼荞麦。方中香薷和茯苓为健脾的良药, 苦

[△] [基金项目] 晋药综合开发利用协同创新中心项目 (2017-JYXT-02, 2017-JYXT-14)

* [通信作者] 裴妙荣, 教授, 研究方向: 中医方剂化学; E-mail: peimr602@163.com

荞被誉为“五谷之王”，可健胃顺气、调血脂^[1]。苦荞味苦，性寒，能实肠胃，益气力^[2]；香薷性辛、微温，化湿和中^[3]；茯苓味甘、淡，性平^[4]，香薷、茯苓与苦荞合用可纠其偏性，使彼此间相互协同，互为补益。现代研究表明，与普通荞麦相比，苦荞营养价值更高，富含以生物类黄酮为主的生物活性成分，芦丁是苦荞黄酮的主要成分，约占总黄酮总量的70%~90%^[1,5]；具有抗糖尿病、抗高血压、抗氧化、调血脂和保护心血管等多种功效^[6]。香薷通过梳理胃肠气机、调节水液代谢和机体免疫、提高中焦脾胃健运，从而发挥化湿和中的功效^[7]。茯苓无毒，作为重要的药食同源品种，具有利尿、抗炎、保肝、保护肠胃的作用^[8]。当代社会人们压力较大，很多人存在脾胃方面的疾病，现将香薷、茯苓及苦荞三者结合，开发成顺应长夏服用的健脾调胃保健食品，具有携带方便、便于保存的优点，有较好的市场前景和社会效益。本实验以加水量、提取时间、提取次数为考察因素，以香薷挥发油提取率和香薷、茯苓出膏率为指标，采用正交设计对香薷、茯苓2味药材的提取工艺进行优化，确定了香薷健脾苦荞茶的最佳提取工艺，且对其制备工艺进行考察，并初步建立其含量测定方法。

1 材料

1.1 仪器

2695型高效液相色谱仪、2998型检测器、Empower色谱工作站(美国沃特世公司)；AB135-S型电子天平(十万分之一，瑞士Mettler公司)；HANGPING FA2104型(万分之一天平，上海精科天美有限公司)；98-1-B型电子调温电热套(天津市泰斯特仪器有限公司)；GZX-9076 MBE型电热恒温鼓风干燥箱(上海博讯实业有限公司医疗设备厂)。

1.2 试药

芦丁对照品(上海诗丹德标准技术服务有限公司，批号：5981，纯度：95.2%)；乙腈(色谱纯，批号：20180318，欧普森天津市彪仕奇科技发展有限公司)；甲醇(分析纯，批号：20180318，天津市进丰化工有限公司)；甲醇(色谱纯，批号：20160510，欧普森天津市彪仕奇科技发展有限公司)；冰乙酸(分析纯，批号：20150921，天津市光复科技发展有限公司)。

香薷、茯苓、苦荞购自太原市万民大药房，以上饮片均经山西中医药大学中药鉴定教研室裴香萍

副教授鉴定为正品。

2 方法与结果

2.1 香薷挥发油提取工艺

根据单因素试验考察结果，以挥发油提取率为考察指标，选择对提取影响较大的料液比(A)、提取时间(B)、浸泡时间(C)3个因素，每个因素设定3个水平。单因素考察表见表1。采用 $L_9(3^4)$ 正交表安排正交试验，设计 $L_9(3^4)$ 正交试验，结果见表2~3。

表1 香薷挥发油提取工艺因素水平

水平	因素		
	A	B/h	D/h
1	8	1.0	1.0
2	10	2.0	1.5
3	12	4.0	2.0

表2 香薷挥发油提取工艺正交试验

编号	A	B	C(空白)	D	提取率/%
1	1	1	1	1	1.02
2	1	2	2	2	1.44
3	1	3	3	3	1.42
4	2	1	2	3	1.08
5	2	2	3	1	1.22
6	2	3	1	2	1.44
7	3	1	3	2	1.42
8	3	2	1	3	1.46
9	3	3	2	1	1.40
K ₁	3.88	3.52	3.92	3.64	
K ₂	3.74	4.12	3.92	4.30	
K ₃	4.28	4.26	4.06	3.96	
k ₁	1.29	1.17	1.31	1.21	
k ₂	1.25	1.37	1.31	1.43	
k ₃	1.43	1.42	1.35	1.32	
R	0.18	0.25	0.05	0.17	
SS	0.05	0.10	0	0.07	

表3 香薷挥发油提取工艺正交试验方差分析

方差来源	离均差平方和	自由度	方差	F值	显著性
A	0.052	2	0.026	12.020	*
B	0.103	2	0.052	23.650	
D	0.073	2	0.036	16.670	
误差	0.004	2	0.002		

注： $F_{0.05}(2, 2) = 19.00$ ；* $P < 0.05$ ； $F_{0.01}(2, 2) = 99.00$ ；下同。

由表2可知，B因素对挥发油提取率影响有统计学意义($P < 0.05$)。研究对实验最佳提取水平组合 $A_3B_2D_3$ 及实验数据分析所得最佳提取水平组合

$A_3B_3D_2$ 进行进一步验证实验, 分别对 $A_3B_2D_3$ 、 $A_3B_3D_2$ 提取工艺进行 2 次水平操作, 量取提取挥发油体积, 计算提取率。实验数据结果见表 4。

表 4 香薷挥发油提取工艺验证实验结果

组别	试验号	药材用量/g	挥发油体积/mL	提取率/%	平均提取率/%
1	$A_3B_3D_2$	50.08	0.69	1.38	1.40
2	$A_3B_3D_2$	50.05	0.71	1.42	
3	$A_3B_2D_3$	50.08	0.70	1.40	1.42
4	$A_3B_2D_3$	50.05	0.72	1.44	

由表 4 可知, 结果与正交试验最佳提取水平组合数据差异不大, 综合考虑取 $A_3B_3D_2$, 即料液比为 1:12, 浸泡 1.5 h, 提取 4.0 h, 为最佳提取工艺。此工艺稳定可靠, 合理可行。

2.2 香薷、茯苓水提工艺

根据单因素试验考察结果, 以出膏率为考察指标, 选择对提取影响较大的 3 个因素: 加水量、提取时间(A)、料液比(B), 提取次数(D), 每个因素设定 3 个水平。单因素考察表见表 5。采用 $L_9(3^4)$ 正交表安排正交试验, 结果见表 6~7。

表 5 香薷、茯苓水提工艺因素水平

水平	因素		
	A/h	B	D/次
1	0.5	6	1
2	1.0	8	2
3	1.5	10	3

表 6 香薷、茯苓水提工艺正交试验

编号	A	B	C(空白)	D	出膏率/%
1	1	1	1	1	2.55
2	1	2	2	2	4.78
3	1	3	3	3	6.80
4	2	1	2	3	6.20
5	2	2	3	1	3.31
6	2	3	1	2	5.39
7	3	1	3	2	4.88
8	3	2	1	3	6.33
9	3	3	2	1	4.42
K_1	14.13	13.63	14.27	10.28	
K_2	14.90	14.42	15.40	15.05	
K_3	15.63	16.61	14.99	19.33	
k_1	4.71	4.54	4.76	3.43	
k_2	4.97	4.81	5.13	5.02	
k_3	5.21	5.54	5.00	6.44	
R	0.50	1.00	0.37	3.01	
SS	0.38	1.59	0.22	13.67	

表 7 香薷、茯苓水提工艺出膏率的方差分析

方差来源	离均差平方和	自由度	方差	F 值	显著性
A	0.38	2	0.19	1.73	
B	1.59	2	0.80	7.23	
D	13.67	2	6.84	62.14	*
误差	0.22	2	0.11		

由表 6 可知, 由数据分析所得最佳提取水平组合为 $A_3B_3D_3$, 由实验所得最佳提取水平组合为 $A_1B_3D_3$ 。由表 6~7 直观分析可得: 各因素对实验结果的影响次序为 $D > B > A$, 其中 D 因素对出膏率影响差异有统计学意义 ($P < 0.05$)。研究对实验最佳提取水平组合 $A_1B_3D_3$ 及实验数据分析所得最佳提取水平组合 $A_3B_3D_3$ 进行进一步验证实验, 分别对 $A_3B_3D_3$ 、 $A_1B_3D_3$ 提取工艺进行 2 次水平操作, 所得提取液浓缩成稠膏, 置于 60 ℃ 烘箱中烘干, 计算出膏率。实验数据结果见表 8。

表 8 香薷、茯苓水提工艺验证实验

组别	试验号	药材用量/g	干膏质量/g	出膏率/%	平均出膏率/%
1	$A_1B_3D_3$	33.08	2.35	7.10	6.65
2	$A_1B_3D_3$	33.05	2.05	6.20	
3	$A_3B_3D_3$	33.08	2.38	7.19	7.15
4	$A_3B_3D_3$	33.05	2.35	7.11	

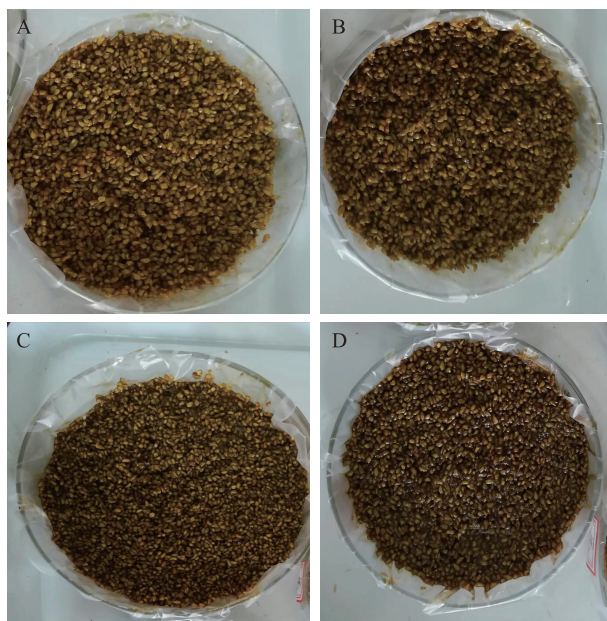
由表 8 可知, 结果与正交试验最佳提取水平组合数据差异不大, 综合考虑取 $A_1B_3D_3$, 即 10 倍量的水, 提取 0.5 h, 提取 3 次为最佳提取工艺。此工艺稳定可靠, 合理可行。

2.3 香薷健脾苦荞茶工艺

2.3.1 香薷健脾苦荞茶工艺考察 香薷健脾苦荞茶由香薷和茯苓的水提液经苦荞吸附干燥制成, 需将苦荞膨化到一定程度与香薷和茯苓的提取液混合。将膨化的苦荞按不同比例与提取液混合, 进行比较, 见表 9 和图 1。

表 9 苦荞、提取液吸附比例比较

组别	苦荞量/g	提取液量/mL	苦荞与提取液比例	吸附效果
1	10	5	1:0.5	完全吸附, 不能均匀混合且颜色不一致
2	10	10	1:1	完全吸附, 能够混合均匀, 颜色一致
3	10	15	1:1.5	不完全吸附
4	10	20	1:2	不完全吸附



注: A. 吸附比例 1:0.5; B. 吸附比例 1:1; C. 吸附比例 1:1.5; D. 吸附比例 1:2。

图1 苦荞、提取液吸附比例比较

结果表明,苦荞与提取液的比例为 1:1 时吸附效果最佳。

2.3.2 香茯健脾苦荞茶制备工艺 取香薷 183 g, 提取挥发油, 蒸馏后的水溶液备用; 药渣与茯苓 817 g 加 10 倍量水煎煮 3 次, 每次 30 min, 滤液与上述蒸馏后的水溶液合并, 浓缩至 1000 mL, 另称取膨化并整粒的苦荞 1000 g, 加入上述水提液浓缩液, 混匀使药液充分吸附于苦荞内, 干燥, 喷以香薷挥发油, 混匀, 分装, 即得^[9]。

2.4 香茯健脾苦荞茶的含量测定

2.4.1 样品处理 对照品溶液的制备: 精密称取芦丁对照品 1.06 mg, 置于 10 mL 量瓶中, 加甲醇溶解, 并定容至刻度, 摇匀, 即得。所得芦丁对照品的质量浓度为 0.106 mg·mL⁻¹。

供试品溶液的制备: 取本品粉末(过三号筛)约 1 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 25 mL, 称定质量, 超声处理(功率: 250 W, 频率: 40 kHz)30 min, 放冷, 再称定质量, 用甲醇补足损失的质量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

苦荞阴性对照品溶液的制备: 取缺苦荞的阴性样品 1 g, 精密称定, 按供试品溶液的制备方法制备缺苦荞的阴性对照溶液。

2.4.2 色谱条件的选择 检测波长的选择: 取芦丁对照品溶液在 210 ~ 400 nm 进行全波长扫描, 所得

光谱图见图 2。结果表明, 芦丁在 256 nm 左右处有最大吸收, 故选择 256 nm 作为含量测定的检测波长。

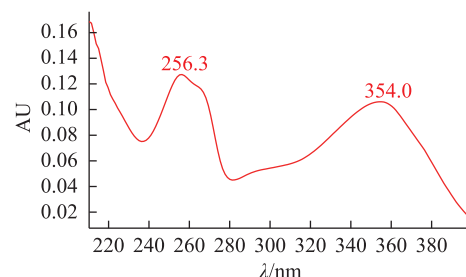
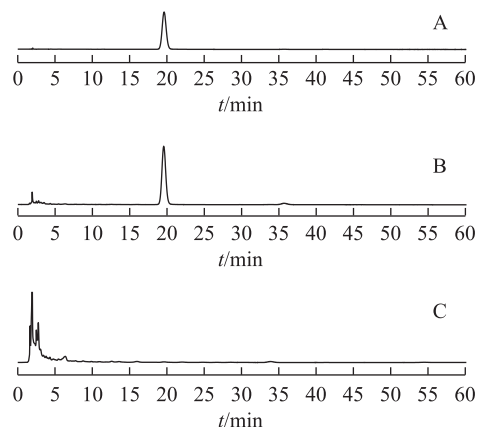


图2 芦丁对照品溶液光谱图

色谱柱: Diamonsil C₁₈ (2) (200 mm × 4.6 mm, 5 μm) 色谱柱; 流动相: 甲醇-0.5% 冰乙酸 (34:66); 流速: 1.0 mL·min⁻¹; 柱温: 30 °C; 检测波长: 256 nm; 进样量: 10 μL^[10]。在此条件下色谱峰达到完全分离且保留时间适中, 阴性无干扰, 见图 3。



注: A. 对照品溶液; B. 供试品溶液; C. 苦荞阴性对照品。

图3 香茯健脾苦荞茶色谱图

2.4.3 线性关系考察 分别精密吸取芦丁对照品 (0.106 mg·mL⁻¹) 4、6、8、10、12、14、16、18、20 μL, 以对照品进样量 X 为横坐标, 以峰面积的积分值为纵坐标 Y , 进行线性回归, 回归方程 $Y = 3844.7X - 113658$, $r = 0.9999$, 故芦丁在 424 ~ 2120 ng 线性关系良好。

2.4.4 精密度考察 进样芦丁对照品溶液 10 μL, 连续进样 6 次, 计算其 RSD 为 0.93%, 表明该仪器的精密度良好。

2.4.5 稳定性试验 精密吸取供试品溶液 10 μL, 在 0、2、4、6、8、10 h 进样, 计算 RSD 为 1.04%, 表明该供试品溶液在 10 h 内稳定。

2.4.6 重复性试验 取同一批样品(批号: 20180501)溶液 6 份, 分别按 2.4.1 项下方法制备, 每份分别

进样 10 μL , 计算得平均质量分数为 3.47%, 计算得 RSD 为 1.73%, 表明重复性良好。

2.4.7 回收率试验 采用加样回收法试验, 称取 6 份 0.5 g 已知含量的供试品, 加入适量的芦丁对照品, 制备方法同供试品溶液一样, 计算回收率, 平均回收率为 98.11%, RSD 为 1.77%, 证明实验准确性好。

2.4.8 含量测定 再取 3 批样品, 各 2 份, 每份 1 g, 精密称定, 按 2.4.1 项下方法制成供试品溶液, 分别进样 10 μL , 测定, 计算含量, 结果见表 10。

表 10 香茯健脾苦荞茶 3 批样品中芦丁含量测定结果

批号	取样量/g	质量分数/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$	平均质量分数/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$
20180507	1.012 5	3.514 2	3.46
	1.012 2	3.425 8	
20180509	1.034 5	3.463 0	3.49
	1.034 3	3.516 7	
20180501	1.040 6	3.360 0	3.47
	1.007 2	3.580 0	

3 结论

在单因素试验的基础上, 采用正交试验对香薷挥发油提取率及水提取香薷、茯苓的出膏率进一步优化, 香薷挥发油提取率的最佳工艺为 12 倍量的水, 浸泡 1.5 h, 提取 4.0 h; 香薷、茯苓的出膏率最佳提取工艺为 10 倍量的水, 提取 0.5 h, 提取 3 次。香茯健脾苦荞茶最佳制备工艺为将药液按 1:1 吸附在苦荞上。

本实验建立了 HPLC 测定香茯健脾苦荞茶中芦

丁含量的方法, 采用 0.5% 冰醋酸-甲醇(66:34) 为流动相, 结果显示, 目标色谱峰分离效果良好、精密度、重复性和回收率的测定均符合要求。此方法稳定可靠, 可用于苦荞茶的质量控制。

参考文献

- [1] 李玉山. 芦丁的资源、药理及主要剂型研究进展[J]. 氨基酸和生物资源, 2013, 35(3): 13-16.
- [2] 孙亚利, 周文美, 赵天明, 等. 苦荞黄酮提取方法的研究及含量测定分析[J]. 中国调味品, 2019, 44(3): 141-145, 151.
- [3] 方潇, 丁晓萍, 咎俊峰, 等. 茯苓皮化学成分及药理作用研究进展[J]. 亚太传统医药, 2019, 15(1): 187-191.
- [4] 张依欣, 凡若楠, 张崇佩, 等. 不同产地香薷 HPLC 指纹图谱的建立及 7 种成分测定[J]. 中成药, 2019, 41(3): 584-589.
- [5] QIN P, WANG Q, SHAN F, et al. Nutritional composition and flavonoids content of flour from different buckwheat cultivars[J]. IFST, 2010, 45(5): 951-958.
- [6] LEE C C, SHEN S R, LAI Y J, et al. Rutin and quercetin, bioactive compounds from tartary buckwheat, prevent liver inflammatory injury[J]. Food Funct, 2013, 4(5): 794-802.
- [7] 孙冬月, 高慧. 香薷挥发油对湿困脾胃证模型大鼠的作用[J]. 中成药, 2017, 39(12): 2441-2448.
- [8] 梁志培. 茯苓化学成分、药理作用及临床应用研究进展[J]. 中国城乡企业卫生, 2018, 33(8): 51-53.
- [9] 李明杰, 孙芮芮, 李国艳, 等. 养肺苦荞茶制备工艺及其含量测定[J]. 辽宁中医药大学学报, 2019, 21(5): 55-60.
- [10] 张琪, 刘慧灵, 朱瑞, 等. 苦荞麦中总黄酮和芦丁的含量测定方法的研究[J]. 食品科学, 2003, 24(7): 113-116.

(收稿日期: 2019-11-04 编辑: 王笑辉)