



# 滚筒杀青烘干加工方法对四倍体金银花药材质量的影响

胡璇<sup>1,2</sup>, 李卫东<sup>1,2\*</sup>, 李欧<sup>1,2</sup>, 郝江波<sup>1,2</sup>, 刘嘉坤<sup>3</sup>

- (1. 北京中医药大学 中药学院, 北京 100102;
2. 北京中医药大学 中药材规范化生产教育部工程研究中心, 北京 100102;
3. 平邑县九间棚农业科技园有限公司, 山东 平邑 273300)

**[摘要]** 目的:研究滚筒杀青烘干加工方法对不同品种金银花药材质量的影响。方法:应用高效液相色谱仪 Waters 1525,采用 DIKMA Diamonsil<sup>TM</sup>-C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μm);流动相乙腈-0.1%磷酸溶液,梯度洗脱;流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>;柱温 25℃;检测波长 355 nm。结果:滚筒杀青烘干加工的四倍体金银花呈绿色,其绿原酸和木犀草苷质量分数分别为 5.31%,0.105%,两者分别显著高出相同加工方法下二倍体的 18.0%,32.1%,并且滚筒杀青烘干的四倍体金银花绿原酸含量显著高于四倍体和二倍体金银花的传统自然晒干处理。结论:滚筒杀青烘干方法是适合四倍体金银花的新型干燥方法;在滚筒杀青烘干加工条件下,四倍体金银花药材质量显著优于原亲本二倍体,是值得推广应用的优良品种。

**[关键词]** 金银花;四倍体;二倍体;滚筒杀青烘干;药材质量

金银花 *Lonicerae Japonicae Flos* 为忍冬科植物忍冬 *Lonicera japonica* Thunb. 的干燥花蕾或带初开的花,性味甘、寒,具有清热解毒、凉散风热之功效<sup>[1]</sup>。金银花药用历史悠久,是常用大宗药材,也是重要的药食两用药材,市场供需缺口较大,金银花的规范化生产(GAP)显得尤为重要。

在金银花规范化生产中,其中产地干燥加工是影响药材质量的重要环节<sup>[2]</sup>。传统的金银花产地加工方法有传统自然晒干、自然阴干等<sup>[3]</sup>,而传统干燥方法晒干法因方法不当或者受天气的影响,常常导致金银花外观变褐变黑,也使内在药效成分含量大大降低,极大地影响了金银花的药用价值<sup>[2]</sup>。

四倍体金银花九丰一号是以大毛花为亲本,采用秋水仙素诱导培育而成的审定品种,具有产量高<sup>[4]</sup>、品质优、采摘省工、抗逆性强<sup>[5-7]</sup>等优势,迅速在全国 25 个省市推广种植面积达 6 667 hm<sup>2</sup>,其产地干燥加工应引起足够的重视。因九丰一号金银花具有多倍体植物器官巨大性特征,花蕾变大、壁增

厚,其水分含量相对增多,在对其干燥加工上存在一定难度。现有研究表明,杀青烘干干燥法是金银花最佳产地加工方法<sup>[8]</sup>。本研究以四倍体金银花九丰一号品种为试材,以二倍体大毛花品种为对照,通过滚筒杀青烘干加工方法与自然晒干传统加工方法比较,确定适宜四倍体金银花的加工方法,为其规范化生产提供理论依据。

## 1 材料

Waters 1525 高效液相色谱仪(美国 waters 公司);KQ500DE 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);BP211D 电子天平(德国 Sartorius 公司)。

绿原酸,木犀草苷对照品(上海融禾医药科技有限公司,批号分别为 100622,110305);乙腈,甲醇(色谱纯,美国 Fisher 公司);水为屈臣氏超纯水;其他化学试剂均为分析纯。

金银花药材为山东平邑九丰一号金银花和对照品种农家品种大毛花第 1 茬花二白期干燥花蕾。样品由北京中医药大学李卫东副研究员鉴定。

滚筒杀青烘干处理:在 285~290℃的 6CSM-80 型滚筒杀青机(浙江武义万达干燥设备制造有限公司)中杀青 90 s;在热风的温度为 160~170℃的 6 型 6CHB 百叶烘干机(浙江武义万达干燥设备制造有限公司)中烘干 6~8 min<sup>[9-11]</sup>。以传统自然晒干

**[稿件编号]** 20120212007

**[基金项目]** 国家科技支撑计划项目(2011BAI07B07);北京中医药大学自主选题项目(JYBZZ-7S016)

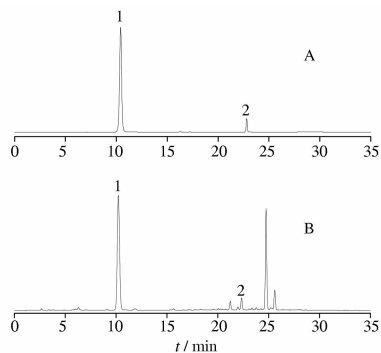
**[通信作者]** \*李卫东, Tel: (010)84738334, E-mail: liweidong2005@126.com



加工方法为对照处理。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** DIKMA Diamonsil™-C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相乙腈(A)-0.1% 磷酸溶液(B), 梯度洗脱, 0 min, 12% A; 10 min, 13% A; 26 min, 26% A; 35 min, 12% A。流速 1.0 mL · min<sup>-1</sup>; 柱温 20 °C; 检测波长 355 nm; 进样量 10 μL。对照品和供试品色谱图见图 1。



1. 绿原酸; 2. 木犀草苷。

图 1 混合对照品(A)和供试品(B)的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC chromatograms of mixed standards (A) and Lonicerae Japonicae Flos samples (B)

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取木犀草苷对照品 2.67 mg, 置 500 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇溶解。精密称取绿原酸对照品 1.72 mg, 移取配好的木犀草苷对照品溶液溶解于 10 mL 量瓶中配成绿原酸 0.172 g · L<sup>-1</sup>, 木犀草苷 0.005 34 g · L<sup>-1</sup> 的混标溶液。

**2.3 供试品溶液的制备** 取样品粉末(过 4 号筛)约 0.1 g, 精密称定, 置于 25 mL 量瓶中, 精密加入 50% 甲醇 25 mL, 称定质量, 室温静置 2 h 后, 超声处理(250 W, 50 kHz)45 min, 超声温度 40 °C, 放冷, 再称定质量, 用 50% 甲醇补足失重, 摇匀, 滤过, 即得。

**2.4 线性关系的考察** 分别精密吸取 2.2 项下的对照品储备液 4, 8, 12, 16, 20 μL 注入高效液相色谱仪, 测定峰面积。以对照品的质量 X(μg) 对峰面积(Y) 进行线性回归。计算得绿原酸的回归方程为 Y = 673 725X - 81 815, r = 0.999 8, 绿原酸在 0.69 ~ 3.44 μg 呈良好线性关系。木犀草苷的回归方程为 Y = 2 800 823X - 9 474, r = 0.999 6, 木犀草苷在 0.021 ~ 0.107 μg 呈良好线性关系。

**2.5 精密度试验** 精密称取金银花样品粉末 0.1

g, 按供试品制备的方法进行提取制备, 采用同样的 HPLC 连续进样 5 次, 记录绿原酸和木犀草苷的峰面积, 计算 RSD 分别为 1.6%, 2.6%, 均小于 3%, 表明该方法精密度良好。

**2.6 稳定性试验** 分别精密吸取上述方法制备好的金银花样品 10 μL, 分别在 0, 4, 8, 12, 24 h 时进样, 记录峰面积, 计算得绿原酸 RSD 1.5%, 木犀草苷 RSD 2.6%, 均小于 3%, 表明供试溶液在 24 h 内稳定性良好。

**2.7 重复性试验** 精密称取金银花样品 5 份制备, 每份样品精密吸取 10 μL, 按选定的色谱条件测定, 记录峰面积, 计算得绿原酸 RSD 2.0%, 木犀草苷 RSD 2.3%, 均小于 3%, 表明该方法重复性良好。

**2.8 加样回收率试验** 称取 5 份金银花样品约 0.1 g, 分别按照下表加入绿原酸和木犀草苷对照品, 按照既定条件测定绿原酸和木犀草苷的含量, 计算加样回收率和 RSD, 见表 1, 加样回收率符合要求。

表 1 绿原酸和木犀草苷的加样回收率

Table 1 Recoveries of chlorogenic acid and galuteolin

化合物	样品中量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
绿原酸	3.91	1.88	5.74	97.3	99.3	2.7
	3.83	1.81	5.65	100.6		
	3.88	1.84	5.77	102.7		
	3.84	1.83	5.66	99.5		
	3.94	1.84	5.71	96.2		
木犀草苷	0.134	0.145	0.280	99.3	98.1	1.9
	0.141	0.141	0.279	99.3		
	0.135	0.143	0.275	97.9		
	0.137	0.141	0.279	98.6		
	0.136	0.147	0.274	95.2		

**2.9 样品含量测定** 按 2.3 项下制备滚筒杀青和传统自然晒干的四倍体和二倍体金银花样品, 按 2.1 项下条件测定各样品中绿原酸和木犀草苷的含量, 见表 2。滚筒杀青烘干加工的四倍体金银花呈绿色, 其绿原酸和木犀草苷质量分数分别为 5.31%, 0.105%, 两者分别显著高出相同加工方法下二倍体的 18.0%, 32.1%, 并且滚筒杀青烘干的四倍体金银花绿原酸含量显著高于四倍体和二倍体金银花的传统自然晒干处理。



表2 不同加工方法四倍体和二倍体金银花绿原酸和木犀草苷的质量分数( $\bar{x} \pm s, n = 3$ )

Table 2 The mass fraction of chlorogenic acid and galuteolin of diploid and tetraploid *Lonicerae Japonicae* Flos by different processing methods( $\bar{x} \pm s, n = 3$ ) %

处理方法	倍性	颜色	绿原酸	木犀草苷
滚筒杀青烘干	四倍体	绿色	5.31 ± 0.10a	0.105 ± 0.002a
	二倍体	绿色	4.50 ± 0.04b	0.078 ± 0.002b
传统自然晒干	四倍体	草黄色	3.41 ± 0.05c	0.104 ± 0.003a
	二倍体	黄色	4.58 ± 0.06b	0.102 ± 0.003a

注:处理和品种间的多重比较采用SNK法,差异显著性分析取 $\alpha = 0.05$ 水平,同一列中不同字母者为差异显著。

### 3 讨论

**3.1 测定方法的建立** 2010年版《中国药典》<sup>[1]</sup>中已将绿原酸和木犀草苷作为金银花中指标性成分,由于2个成分最大吸收波长的差异,药典中2种成分是采用不同的方法分开进行测定。本研究采用355 nm的测定波长使得绿原酸和木犀草苷在此波长区域范围内下均有稳定的紫外吸收,采用梯度洗脱同时测定两者的含量,使2个成分在35 min内出峰,很大程度上节约了测定时间。

**3.2 不同干燥加工方法对金银花中绿原酸和木犀草苷含量的影响** 本研究认为,采用滚筒杀青能使金银花花蕾瞬间高温受热,使多酚氧化酶迅速失活,再快速烘干,使水分迅速散失,这极大缩短了干燥时间,避免了有效成分的损失,较好的保证了药材质量。而在传统自然晒干条件下,温度相对不高,金银花花蕾干燥需要较长的时间,又会受到天气的影响,严重影响了金银花有效成分含量<sup>[12]</sup>。此外,传统自然晒干的高强光严重降解叶绿素,导致药材色泽变浅,影响了金银花外观品质。特别对于四倍体金银花而言,其花蕾大且壁厚,水分含量相对较高,若采用传统自然晒干方法干燥,需要较二倍体金银花干燥更长的时间才能变干,这严重影响了四倍体金银花的内在和外在质量。本研究的结果表明,滚筒杀青烘干方法是适合四倍体金银花的新型干燥方法,

并且该加工设备及干燥加工方法已获专利授权<sup>[9-11]</sup>。

**3.3 四倍体金银花九丰一号是值得推广应用的优良品种** 本研究的结果表明,滚筒杀青烘干加工的四倍体金银花绿原酸和木犀草苷含量均显著高于相同加工方法的二倍体金银花,并且两者含量还显著高于传统自然晒干的二倍体金银花,无论从产量和质量上,四倍体金银花九丰一号是值得推广应用的优良品种。

#### [参考文献]

[1] 中国药典. 一部[S]. 2010: 206.

[2] 彭菊艳, 龚月桦, 王俊儒, 等. 不同干燥技术对金银花药用品质的影响[J]. 西北植物学报, 2006, 26(10): 2044.

[3] 王淑美, 崔永霞, 吴明侠, 等. GAP基地金银花产地加工方法的研究[J]. 时珍国医国药, 2007, 28(10): 1061.

[4] 谭忠, 沈华, 徐常青, 等. 四倍体金银花新品种九丰一号的特征特性[J]. 作物杂志, 2005(1): 55.

[5] Li W D, Biswas D K, Xu H, et al. Photosynthetic responses to chromosome doubling in relation to leaf anatomy in *Lonicera japonica* subjected to water stress[J]. Funct Plant Biol, 2009, 36(9): 783.

[6] Li W D, Hu X, Liu J K, et al. Chromosome doubling can increase heat tolerance in *Lonicera japonica* as indicated by chlorophyll fluorescence imaging[J]. Biol Plantarum, 2011, 55(2): 279.

[7] Li W D, Chen S B, Li Y G, et al. Potentials of *Lonicera japonica* in ecological restoration of abandoned lands [M]. Beijing: Science & Technology Commission of Mentougou District, 2007, 218.

[8] 宋健, 张会敏, 石俊英. 金银花最佳产地加工方法——杀青烘干干燥法[J]. 中药材, 2008, 31(4): 489.

[9] 刘嘉坤, 廉士东, 杨晓, 等. 一种金银花高温杀青快速烘干的方法: 中国, ZL 201010111411. X[P]. 2011-05-25.

[10] 刘嘉坤, 廉士东, 杨晓, 等. 一种滚筒杀青机: 中国, ZL 201020115665. 4[P]. 2010-09-29.

[11] 刘嘉坤, 廉士东, 杨晓, 等. 一种金银花烘干机: 中国, ZL 201020115682. 8[P]. 2010-12-29.

[12] 宋健, 张会敏, 石俊英. 不同炮制方法对金银花中绿原酸含量的影响[J]. 首都医药, 2009(4): 54.



## Effect of gas-turbine green discoloring and drying processing methods on herbal quality of tetraploid *Lonicerae Japonicae* Flos

HU Xuan<sup>1,2</sup>, LI Wei-dong<sup>1,2\*</sup>, LI Ou<sup>1,2</sup>, HAO Jiang-bo<sup>1,2</sup>, LIU Jia-kun<sup>3</sup>

1. School of Traditional Chinese Medicine, Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 100102, China;
2. Engineering Research Center of Good Agricultural Practice for Chinese Crude Drugs, Ministry of Education, Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 100102, China;
3. Pingyi County Jiujiapeng Agricultural Science and Technology Park Co., Ltd., Pingyi 273300, China)

[**Abstract**] **Objective:** To study the effect of gas-turbine green discoloring and drying processing method on the quality of various *Lonicerae Japonicae* Flos herbs. **Method:** DIKMA Diamonsil™-C<sub>18</sub> column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) was adopted using HPLC Waters 1525 and eluted with acetonitrile and 0.1% phosphate acid as the mobile phase. The flow rate was 1.0 mL · min<sup>-1</sup>, the column temperature was 25 °C the detection wavelength was 355 nm. **Result:** After being processed by the gas-turbine green discoloring and drying method, tetraploid *Lonicerae Japonicae* Flos showed a green color. The contents of chlorogenic acid and galuteolin were 5.31% and 0.105%, both significantly higher by 18.0% and 32.1% than those of diploid *Lonicerae Japonicae* Flos processed by the same method. The content of chlorogenic acid in tetraploid *Lonicerae Japonicae* Flos processed the gas-turbine green discoloring and drying method were also remarkably higher than that of tetraploid and diploid *Lonicerae Japonicae* Flos processed by traditional processing method of natural drying. **Conclusion:** The gas-turbine green discoloring and drying processing method is a new-type drying method suitable for tetraploid *Lonicerae Japonicae* Flos. Under the condition of gas-turbine green discoloring and drying processing, tetraploid *Lonicerae Japonicae* Flos shows much higher quality than *Lonicerae Japonicae* Flos, suggesting that it is a good variety worth popularizing and applying.

[**Key words**] *Lonicerae Japonicae* Flos; tetraploid; diploid; gas-turbine green discoloring and drying; drug quality

doi:10.4268/cjcm20121710

[责任编辑 马超一]