

生长年限及干燥温度显著影响大黄药材品质

钟一文¹、万定荣^{1,2}、龙祥云³、李先尧³

(1. 中南民族大学药学院; 2. 湖北省道地中药材标准化工作组;

3. 湖北利川市勤隆中药材专业合作社)

大黄是常用中药, 为蓼科植物掌叶大黄 *Rheum palmatum* L.、唐古特大黄 *Rheum tanguticum* Maxim. ex Balf. 或药用大黄 *Rheum officinale* Baill. 的干燥根茎及根。主产于鄂西一带的药用大黄, 由于其根茎粗壮, 经切厚片干燥后中部凹入, 形似马蹄, 习称“马蹄大黄”。马蹄大黄的栽培多为两年半或三年, 也有两年的; 目前采用电热烘干设备干燥, 可提高干燥效率, 但其干燥温度是种植基地自行确定, 并未统一。由于生长年限、干燥温度会对马蹄大黄药材品质产生影响, 故有必要收集其不同生长时长、不同干燥温度下所获干品样品, 以主要有效成分总蒽醌及游离蒽醌的含量为指标, 研究分析各样品的质量差异, 确定最佳栽培年限和干燥温度, 保障大黄药材的品质。

1 实验材料

不同栽培时长、干燥温度的马蹄大黄样品由湖北省利川市元堡乡龙祥云、李先尧(湖北利川市勤隆中药材专业合作社)制备。全部样品经鉴定核实, 样品信息见表 1。

表 1 不同栽培年限、不同干燥温度马蹄大黄样品信息

编号	生长年限	干燥温度	海拔位置 (m)
1	两年	50°C	1360
2	三年	50°C	1350
3	三年	53°C	1420
4	两年	55°C	1360
5	两年半	55°C	1350
6	三年	55°C	1420
7	两年	58°C	1360
8	两年半	58°C	1350
9	三年	58°C	1420

注: 全部样品均为电热烘干装置烘干, 干燥时间均为 4 天。

2 实验方法

参照 2020 年版《中国药典》(一部)中大黄条下有效物质总蒽醌和 5 种游离蒽醌类成分含量测定的条件与方法 (HPLC 法), 测定收集于鄂西的各马蹄大黄样品, 按干燥品计算其含量。其中, 游离蒽醌的含量以芦荟大黄素 ($C_{15}H_{10}O_5$)、大黄酸 ($C_{15}H_8O_6$)、大黄素 ($C_{15}H_{10}O_5$)、大黄酚 ($C_{15}H_{10}O_4$) 和大黄素甲醚 ($C_{16}H_{12}O_5$) 的总量计; 总蒽醌以样品经酸水解后上述成分的总量计。

3 结果与分析

各马蹄大黄样品中游离蒽醌、总蒽醌的含量测定数据见表 2; 将相同生长年限、不同干燥温度的马蹄大黄样品中游离蒽醌及总蒽醌含量进行比较, 结果见表 3; 将相同干燥温度、不同生长年限的马蹄大黄样品中游离蒽醌及总蒽醌含量进行比较, 结果见表 4。

表 2 不同生长时限、干燥温度马蹄大黄药效物质含量测定结果

编号	生长年限	干燥温度	游离蒽醌含量 (%)	总蒽醌含量 (%)
1	两年	50 °C	0.550	1.591
2	三年	50°C	0.663	1.904
3	三年	53°C	0.689	2.052
4	两年	55 °C	0.566	1.654
5	两年半	55°C	0.616	1.819
6	三年	55°C	0.745	2.521
7	两年	58°C	0.396	1.164
8	两年半	58°C	0.465	1.389
9	三年	58°C	0.599	1.803

表 3 不同干燥温度马蹄大黄游离蒽醌及总蒽醌的含量变化

编号	生长年限	干燥温度	游离蒽醌含量 (%)	总蒽醌含量 (%)	游离蒽醌含量增幅 (%)	总蒽醌含量增幅 (%)
1		50 °C	0.550	1.591		
4	两年	55 °C	0.566	1.654	2.91	3.96
7		58°C	0.396	1.164	-30.04	-29.63

5	两年半	55℃	0.616	1.819		
8		58℃	0.465	1.389	-24.51	-23.64
2	三年	50℃	0.663	1.904		
3		53℃	0.689	2.052	3.92	7.77
6		55℃	0.745	2.521	8.13	22.86
9		58℃	0.599	1.803	-19.60	-28.48

注：含量增幅是指下一行样品比上一行样品的增加值（%）

表 4 不同生长年限马蹄大黄游离蒽醌及总蒽醌的含量变化

编号	干燥温度	生长年限	游离蒽醌含量（%）	总蒽醌含量（%）	游离蒽醌含量增幅（%）	总蒽醌含量增幅（%）
1	50℃	两年	0.550	1.591		
2		三年	0.663	1.904	20.55	19.67
4	55℃	两年	0.566	1.654		
5		两年半	0.616	1.819	8.83	9.98
6		三年	0.745	2.521	20.94	38.59
7	58℃	两年	0.396	1.164		
8		两年半	0.465	1.389	17.42	19.33
9		三年	0.599	1.803	28.82	29.81

注：含量增幅是指下一行样品比上一行样品的增加值（%）

由表 2 和表 3 中测定数据可知：当马蹄大黄的生长年限都为两年，电热烘烤的干燥温度分别为 50℃、55℃和 58℃时，可以看出当干燥温度的设置由 50℃变为 55℃时，游离蒽醌和总蒽醌含量均小幅增加；当干燥温度的设置再由 55℃提升到 58℃时，游离蒽醌和总蒽醌含量却大幅减少，幅度降低均约为 30%。当生长年限都为两年半，干燥温度的设置由 55℃变为 58℃时，游离蒽醌和总蒽醌含量同样均大幅减少，幅度降低均为 24%左右。当生长年限都为三年、干燥温度的设置由 50℃变为 53℃并再变为 55℃时，游离蒽醌和总蒽醌含量均逐步增加，且随着干燥温度的持续提高，含量增幅逐步加大，至 55℃时含量均最高；但当

干燥温度的设置由 55℃变为 58℃时，游离蒽醌和总蒽醌含量均大幅减少，减幅分别为 19.6%和 28.5%。

由表 2、4 还可知：随着生长年份的增加，马蹄大黄游离蒽醌和总蒽醌含量也逐渐增大；且生长年限从两年到两年半的马蹄大黄中游离蒽醌和总蒽醌含量的增幅均远低于从两年半到三年。以干燥温度设置为 55℃计，生长三年的马蹄大黄样品中游离蒽醌和总蒽醌含量分别为 0.75%和 2.52%，比生长两年半的分别高 20.9%和 38.6%；比生长两年的分别高 31.6%和 52.42%。

中国药典 2020 年版规定，大黄中游离蒽醌的含量以芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚的总量计，不得少于 0.20%；大黄样品经加入 8%的盐酸溶液水解处理后，含总蒽醌的含量以芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚的总量计，不得少于 1.5%。上述生长年限为两年、两年半和三年的所有样品，在电热干燥温度设置为 50℃、53℃、55℃时，其含量均超过了药典规定的含量低限；但当干燥温度设置为 58℃时，仅仅生长两年和两年半的马蹄大黄样品中，总蒽醌的含量达不到药典规定的最低限度，为不合格品。但生长 3 年的马蹄大黄，即使干燥温度设置为 58℃，两类成分的含量也可达到药典规定的指标。

综上所述：（1）电热烘干所设置的干燥温度对马蹄大黄的品质有极显著影响，不同温度干燥时对应的马蹄大黄药材品质顺序为：55℃>53℃>50℃>58℃。即当干燥温度增加而设置为 55℃时，药材中有效物质（5 种游离蒽醌和总蒽醌）的含量最高；但当干燥温度继续增加而设置为 58℃时，两类药效物质的含量均大幅降低。

（2）生长年限对马蹄大黄的品质也有极显著影响。随着生长年份的逐步增加，三组马蹄大黄样品中游离蒽醌含量和总蒽醌含量递增。即马蹄大黄品质随生长期延长而提高（三年>两年半>两年）；且生长年限从两年半到三年的马蹄大黄游离蒽醌和总蒽醌含量的增幅远高于从两年到两年半的。

（3）生长年限为两年、两年半的马蹄大黄样品，只有在电热干燥温度设置为 55℃或以下的温度时，两类药效物质的含量才可达到药典规定的含量指标；当干燥温度设置为 58℃，总蒽醌的含量无法达到药典规定的最低限度。

4 结论

在马蹄大黄栽培两年、两年半和三年的时限中，最佳生长年限为三年，此时采集时大黄药材种多种药效物质的含量最高，药用品质最好。

采取电热干燥方式，当干燥温度分别设置为 50 °C、53°C、55 °C和 58°C时，最佳干燥温度为 55°C。再此温度下干燥的马蹄大黄药材，其药效物质含量最高，药用品质最好。干燥温度过高或较低，都对马蹄大黄中两类有效成分的含量有显著的不利影响，尤其是温度过高时影响巨大。

仅仅栽培两年、两年半的马蹄大黄药材，当电热干燥温度设置过高（58 °C）时，其总蒽醌含量无法满足药典规定要求；只有降低干燥温度（55 °C或以下），才可能保障其基本的药用品质。为确保马蹄大黄药材质量，应在栽培 3 年后采挖，干燥温度应设置为 55°C。

