

米炒红娘子炮制工艺优化及其质量标准建立

李正龙, 胡德, 董欣, 隋欣彤, 王淑敏* (长春中医药大学, 长春 130117)

摘要: 目的 优化红娘子炮制工艺, 建立米炒红娘子质量标准。方法 以浸出物、气味、色泽、破碎度及蛋白质含量为评价指标, 结合熵权法-层次分析法建立综合评价方法, 考察炒制时间、炒制温度及药材与辅料比例对米炒红娘子质量的影响, 通过正交试验优选最佳炮制工艺。对米炒红娘子进行显微鉴别、薄层鉴别, 测定其水分、灰分、浸出物及重金属含量, 建立质量标准。结果 红娘子最佳炮制工艺为将 2 倍量大米投入炒药锅炒至冒烟时投入净制红娘子, 140 °C 翻炒 6 min。测得炮制品浸出物含量 199 mg·g⁻¹, 气味、色泽、破碎度分值均为 5, 蛋白质含量为 136 mg·g⁻¹。米炒红娘子水分含量为 2.97%, 总灰分及酸不溶性灰分含量分别为 3.79%, 0.33%, 重金属铅、镉、砷、汞、铜含量分别为 2.26, 1.91, 0.06, 0.13, 38.14 mg·kg⁻¹, 黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂ 均低于检出限 0.1 μg·kg⁻¹, 浸出物含量为 20.10%。结论 红娘子炮制工艺可靠、稳定, 为规范红娘子饮片的炮制工艺和质量标准提供科学依据。建议米炒红娘子水分含量 < 3.56%, 总灰分及酸不溶性灰分分别 < 4.55%、0.40%, 重金属铅含量 < 2.71 mg·kg⁻¹、镉 < 2.29 mg·kg⁻¹、砷 < 0.07 mg·kg⁻¹、汞 < 0.16 mg·kg⁻¹、铜 < 45.77 mg·kg⁻¹, 浸出物含量 > 16.08%, 黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂ < 0.1 μg·kg⁻¹。

关键词: 红娘子; 炮制工艺; 质量标准

中图分类号: R284.1 文献标志码: B 文章编号: 1007-7693(2023)16-2237-06

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.20223431

引用本文: 李正龙, 胡德, 董欣, 等. 米炒红娘子炮制工艺优化及其质量标准建立[J]. 中国现代应用药学, 2023, 40(16): 2237-2242.

Optimization of Processing Technology and Establishment of Quality Standards for Rice-fried *Huechys Sanguinea*

LI Zhenglong, HU De, DONG Xin, SUI Xintong, WANG Shumin* (Changchun University of Traditional Chinese Medicine, Changchun 130117, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To optimize the processing technology of *Huechys sanguinea*, and establish the quality standard of rice-fried *Huechys sanguinea*. **METHODS** Taking the exudates, scent, color, degree of crushing, and protein content as the evaluation indicators combining entropy weight method with analytic hierarchy process to establish a comprehensive evaluation method. The effects of frying time, temperature and the ratio of medicinal materials to excipients on the quality of rice-fried *Huechys sanguinea* were investigated, and an orthogonal test to optimize the best processing technology was established. Microscopic identification and thin-layer identification of rice-fried *Huechys sanguinea*, determination of its moisture, ash, extract and heavy metals, and establishment of quality standards. **RESULTS** The best processing process for *Huechys sanguinea* was after the rice with an excipient ratio of 1 : 2 was frying and smoking, pour processed *Huechys sanguinea*, stir fry at 140 °C for 6 min. The extract content was 199 mg·g⁻¹, the odor, color, and fragmentation scores were all 5, and the protein content was 136 mg·g⁻¹. The moisture content of rice-fried *Huechys sanguinea* was 2.97%, the total ash content and acid insoluble ash content were 3.79% and 0.33% respectively, the contents of heavy metals lead, cadmium, arsenic, mercury and copper were 2.26, 1.91, 0.06, 0.13 and 38.14 mg·kg⁻¹ respectively, and the aflatoxin B₁, B₂, G₁ and G₂ were all lower than the detection limit by 0.1 μg·kg⁻¹, the content of extract was 20.10%. **CONCLUSION** The processing technology of *Huechys sanguinea* is reliable and stable, which provides a scientific basis for standardizing the processing technology and quality standards of *Huechys sanguinea* decoction pieces. It is suggested that the moisture content of rice-fried *Huechys sanguinea* is < 3.56%, total ash and acid insoluble ash are < 4.55% and 0.40% respectively, the content of heavy metal lead is < 2.71 mg·kg⁻¹, cadmium is < 2.29 mg·kg⁻¹, arsenic is < 0.07 mg·kg⁻¹, mercury is < 0.16 mg·kg⁻¹, copper is < 45.77 mg·kg⁻¹, the content of extract is > 16.08%, and aflatoxin B₁, B₂, G₁, G₂ are < 0.1 μg·kg⁻¹.

KEYWORDS: *Huechys sanguinea*; processing technology; quality standard

红娘子俗称红娘、红女、红姑娘, 为蝉科昆虫黑翅红娘子 *Huechys sanguinea* (De Geer) 和褐翅红

娘子 *Huechys philaemata* (Fabricius) 的干燥全体^[1-2]。味苦、辛, 性平, 有毒, 归肝经。红娘子的主要

基金项目: 吉林省中药材标准及中药饮片炮制规范项目(JLPZGF-2020-082)

作者简介: 李正龙, 男, 硕士 E-mail: lz11744592799@163.com

*通信作者: 王淑敏, 女, 博士, 教授

E-mail: wangsm@ccucm.edu.cn

成分为氨基酸及蛋白质、色素、蜡、脂肪酸、噁唑类等，具有破血、消积、攻毒、通瘀的功效；外用治瘰疬，癣疮；内服治血瘀经闭，狂犬咬伤。红娘子主产于湖南、河南、湖北、四川、安徽、河北等地，其中湖南、河南产量较大。

米炒红娘子作为红娘子的传统炮制方法，目前虽有炮制工艺研究，但炮制标准均以外观性状进行评价，评价指标过于主观，具体炮制工艺参数方面也难以量化^[3-4]。因此本研究以浸出物、气味、色泽、破碎度及蛋白质含量为指标，运用多指标综合评价结合熵权法-层次分析法进行评价，以炒制时间、炒制温度、药材与辅料比例等为关键因素进行正交试验，优选最佳炮制工艺，为红娘子炮制规范化提供参考。

红娘子尚未被中国药典收载，主要见于各地方标准及《全国中药炮制规范》(1988年版)，但均只简短记录了红娘子炮制方法，尚未建立红娘子炮制品质量标准，由于红娘子炮制方法各地均有区别，未能形成统一的标准(表1)，因此制定米炒红娘子的炮制标准十分迫切，有必要制定炮制工艺和质量标准以供实际应用。

1 材料

1.1 样品及试剂

红娘子药材(河北仁心有限公司，批号：Y756001，产地河北；批号：Y756002，产地贵州；批号：Y756003，产地湖南；批号：Y756004，产地四川；批号：Y756005，产地河南；批号：Y756006，产地安徽；批号：Y756007，产地河北；批号：Y756008，产地安徽；批号：Y756009，产地江西；批号：Y756010，产地浙江)经长春中医药大学王淑敏教授鉴定均为黑翅红娘子 *Huechys sanguinea* (De Geer)；BCA 蛋白质浓度测定试剂盒(上海碧云天生物技术有限公司，批号：082820210315)；乙酸乙酯(北京化工厂，批号：140-25-8)；甲酸(天津市光复科技发展有限公司，批号：HG-3-1296-80)；黄曲霉毒素混合对照品(批号：K5060163)、镉单元素标准溶液(批号：GSB 04-1721-2004)、砷单元素标准溶液(批号：GSB 04-1714-2004)、汞单元素标准溶液(批号：GSB 04-1729-2004)、铅单元素标准溶液(批号：GSB 04-1742-2004)、铜单元素标准溶液(批号：GSB 04-1725-2004)均购自上海 ANPEL；甲醇(成都市科隆化学品有限公司，批号：20210416)；水(娃哈哈纯净水)。

表1 各地方炮制方法及质量标准

Tab. 1 Processing methods and quality standards in various places

来源	炮制方法	质量标准
《全国中药炮制规范》1988版	去头足翅，米炒至变黄	仅含性状及性味归经等
《北京市中药饮片炮制规范》2008版	除去杂质	仅含性状、性味归经浸出物及水分
《天津市中药饮片炮制规范》2018版	除去杂质	仅含性状及性味归经等
《辽宁省中药炮制规范》1986版	去头足翅，米炒至变黄	仅含性味归经等
《吉林省中药饮片炮制规范》1986版	去头足翅，米炒至变焦黄	仅含功能与主治
《黑龙江中药饮片炮制规范及标准》2012版	去头足翅，米炒至变焦黄	仅含性状及性味归经等
《上海市中药饮片炮制规范》2018版	米炒至变焦黄，除去头足翅	仅含性味归经及杂质检查
《江苏省中药饮片炮制规范》2019版	去头足翅，米炒至变焦黄	含鉴别检查及浸出物检查等
《浙江省中药炮制规范》2015版	去头足翅，米炒至变焦黄	仅含性状及性味归经等
《安徽省中药饮片炮制规范》2019版	去头足翅，米炒至变焦黄	仅含性状及性味归经等
《福建省中药饮片炮制规范》2012版	取生红娘子炒至米呈深黄色	仅含性状及性味归经等
《江西省中药炮制规范》1991版	去头足翅，米炒至变焦黄	仅含性状及性味归经等
《山东省中药饮片炮制规范》2012版	去头足翅，米炒至变焦黄	仅含性状、杂质检查及性味归经等
《河南省中药饮片炮制规范》2005版	去头足翅，米炒至变老黄	含鉴别检查及浸出物检查等
《湖北中草药炮制规范》1979版	去头足翅，米炒至变黄色	仅含性状及性味归经等
《湖南中药饮片炮制规范》2010版	去头足翅，米炒至变老黄	仅含性状及性味归经等
《广东省中药炮制规范》1984版	去头足翅，米炒至变老黄	仅含性状及性味归经等
《重庆市中药饮片炮制规范》2006版	去头足翅，米炒至变焦黄	仅含性状及性味归经等
《四川省中药饮片炮制规范》2015版	去头足翅，米炒至变焦黄	含性状、水分检查及性味归经
《贵州中药饮片炮制规范》1986版	去头足翅，米炒至变黄色	仅含规格要求及功能主治
《陕西省中药饮片标准第二册》	去头足翅	仅含性状及性味归经等
《甘肃省中药饮片炮制规范》1980版	去头足翅	仅含性味及功能主治
《宁夏中药饮片炮制规范》2017版	去头足翅，米炒至变焦黄	含性状、浸出物含量及性味归经

1.2 仪器

MS-5 炒药机(迈斯机械有限公司)；101-1A 型数显电热鼓风干燥箱(上海沪南科学仪器联营厂)；Tecan infinite M200PRO 酶标仪、梅特勒 MS105DU 型电子天平[赛默飞世尔科技(中国)有限公司]；HH-6 数显恒温水浴锅(常州市江南实验仪器厂)；KDM 型调温电热套(山东鄞城华鲁电热仪器有限公司)；Agilent 7800 电感耦合等离子体质谱仪、

Agilent 1290-6470 LC-MS-MS 液质联用仪[Agilent 科技(中国)有限公司]。

2 方法

2.1 炮制工艺

2.1.1 炮制工艺参数的单因素考察

2.1.1.1 炒制温度考察 取 20 g 大米, 投入炒药机中, 炒至米冒烟, 投入 100 g 净制红娘子, 炒制 5 min。考察炒制温度为 100, 120, 140, 160, 180 °C 下药材性状及各成分含量。

2.1.1.2 炒制时间考察 取 20 g 大米, 投入炒药机中, 炒至米冒烟, 投入 100 g 净制红娘子, 140 °C 炒制。考察炒制时间为 4, 5, 6, 7, 8 min 下药材性状及各成分含量。

2.1.1.3 药材与辅料比例考察 取一定量大米, 投入炒药机中, 炒至米冒烟, 投入 100 g 净制红娘子, 140 °C 炒制 5 min。红娘子与米的比例为 1 : 0.1, 1 : 0.2, 1 : 0.5, 1 : 1, 1 : 2, 1 : 5, 考察药材形状及成分含量。

2.1.2 正交实验设计 通过炒制温度, 炒制时间, 药材与辅料比例的单因素考察结果, 确定考察因素的范围, 采用 $L_9(3^3)$ 正交表设计试验, 见表 2。

表 2 $L_9(3^3)$ 正交设计因素水平

Tab. 2 $L_9(3^3)$ orthogonal design factor level

水平	因素		
	A 温度/°C	B 时间/min	C 药材与辅料比例
1	120	5	1 : 0.5
2	140	6	1 : 1
3	160	7	1 : 2

2.1.3 评分方法

2.1.3.1 外观性状评分 中药炮制中外观性状常作为最基础同时也是最重要的评价指标之一, 因此对红娘子的性状选择气味、色泽、破碎度为指标进行评分, 见表 3。

2.1.3.2 浸出物评分 参照中国药典 2020 年版四部通则 2201 浸出物中水溶性浸出物热浸法进行测定, 以浸出物所得含量为分值, 结合层次分析-熵权法计算最终评分。

2.1.3.3 蛋白质含量评分 取红娘子粉末 1.0 g, 精密称定, 置锥形瓶中, 加入 20 倍体积水溶液(pH 10.8), 冰水浴超声提取 180 min, 过滤, 滤液 5 000 r·min⁻¹、4 °C 离心 30 min, 收集上清液, BCA 法测定蛋白质含量, 平行做 3 份样品, 以蛋白质含量为分值, 结合层次分析-熵权法计算最终评分。

表 3 米炒红娘子外观性状评分标准

Tab. 3 Scoring criteria for appearance traits of *Huechys sanguinea*

性状	描述	分值
气味	糊味	1
	无	3
	焦香	5
色泽	焦黑	1
	浅红	2
	深红	3
	浅褐	4
	深褐	5
破碎度	全部破碎	1
	部分破碎	3
	无破碎	5

2.1.3.4 熵权法-层次分析法综合评分 采用层次分析法确定权重系数, 将以下 5 个指标分为 3 个层次, 确定各指标大小顺序为浸出物=蛋白质含量>色泽>气味>破碎度。构建成对比较的优先判断矩阵, 并赋予各指标相应评分, 见表 4。进行归一化后, 计算权重系数 v_j 。

表 4 工艺指标判断矩阵及相对评分

Tab. 4 Process index judgment matrix and relative score

权重指标	浸出物	气味	色泽	破碎度	蛋白质含量
浸出物	1	2	1	5	1
气味	1/2	1	1/2	3	1/2
色泽	1	2	1	5	1
破碎度	1/5	1/3	1/5	1	1/5
蛋白质含量	1	2	1	5	1

熵权法: 将原始数据中各项指标数据 X_{ij} 进行向量化处理和标准化得到 Y_{ij} ($Y_{ij} = \frac{X_{ij} - X_{\min}}{X_{\max} - X_{\min}}$)。对

标准化数据进行比重 P_{ij} 及信息熵 E_{ij} 的计算处理

$$[P_{ij} = \frac{Y_{ij}}{\sum_{i=1}^n Y_{ij}}, E_{ij} = -\frac{1}{\ln n} \sum_{i=1}^n P_{ij} \ln P_{ij} (i=1, 2, \dots, n; j=1, 2, \dots, m)];$$

通过信息熵 E_{ij} 计息冗余度 D_j 及熵权法各指标权重 ω_j : $D_j = 1 - E_j, \omega_j =$

$$\frac{D_j}{\sum_{n=1}^m D_j}$$

重计算 $W_j = \frac{(v_j)^\alpha (\omega_j)^{1-\alpha}}{\sum_{j=1}^m (v_j)^\alpha (\omega_j)^{1-\alpha}}$ ($\alpha=0.5$)。以组合权

重 W_j 进行每组综合评分(OD 值)计算: $OD_i =$

$$\left(\sum_{j=1}^m W_j \times \frac{X_{ij}}{X_{\max}} \right) \times 100$$

。综合评分计算所得 OD 值为最终评分 (X_{ij} 代表第 j 项指标第 i 项数据; P_{ij} 代表第 j 项指标在第 i 项方案中该指标比重; E_{ij} 代表第 j 项指标在第 i 项方案中该指标信息熵; D_j 指每项指标信息单元可能有的最大信息量与其包含实际信息量之间的差; ω_j 为各项指标信息权重;

W_j 为组合权重, 代表各项指标信息组合权重, 以组合权重进行综合评分计算, 最终获得综合评分)。

2.1.4 最佳工艺验证 取红娘子生品, 每 100 g 红娘子加米 200 g, 将米放置炒药锅加热至冒烟, 立即投入已净制红娘子, 140 °C 加热 6 min, 取出, 筛去米粒, 放凉, 此工艺平行制备 6 份样品。

2.2 米炒红娘子质量标准研究

2.2.1 性状描述及显微鉴别 显微鉴别参照中国药典 2020 年版四部通则 2001 显微鉴别法进行处理及观察。

2.2.2 薄层鉴别 取红娘子生品, 炮制品粉末各 2.0 g, 加体积分数 70% 乙醇, 超声提取 30 min, 4 000 r·min⁻¹ 离心 20 min, 取上清作为供试品溶液。另取红娘子对照药材 2.0 g 同法制成对照药材溶液, 参照中国药典 2020 年版四部通则 0502 薄层色谱法试验, 吸取上述 3 种溶液各 2 μL, 分别点于同一块硅胶 G 薄层板, 以乙酸乙酯-甲酸-水 (8 : 3 : 1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯 (365 nm) 下检视。

2.2.3 米炒红娘子各物质成分检查 水分检查参照中国药典 2020 年版四部通则 0832 水分测定法进行测定; 总灰分及酸不溶性灰分参照中国药典 2020 年版四部通则 2302 灰分测定法进行测定; 重金属参照中国药典 2020 年版四部通则 321 铅、镉、

砷、汞、铜测定法测定 (RF 功率 1 550 W; 载气流速 1.05 L·min⁻¹; 采样深度 10.0 mm; 雾化室温度 2 °C); 黄曲霉毒素参照通则 2351 真菌毒素测定法测定 [Agilent ZORBAX Eclipse Plus C₁₈ 色谱柱, 规格: 2.1 mm×50 mm, 1.8 μm; 柱温: 25 °C; 流速: 0.3 mL·min⁻¹; 进样量: 2 μL; 流动相: 甲醇(B)-0.1% 甲酸+2 mmol·L⁻¹ 乙酸铵(A), 梯度洗脱 (0~4.5 min, 25%B; 4.5~5 min, 25%→90%B; 5~6 min, 90%B; 6~6.5 min, 90%→25%B; 6.5~10 min, 25%B)]。

2.2.4 米炒红娘子浸出物测定 浸出物参照中国药典 2020 年版四部通则 2201 浸出物方法进行测定, 筛选最佳浸出物提取方法, 以最佳提取方法进行浸出物含量测量。

3 结果

3.1 炮制工艺结果

3.1.1 炮制工艺单因素考察结果 随着炒制温度的升高, 综合评分呈现先升高后降低趋势, 在 140 °C 时综合评分最高, 当炒制温度达到 180 °C 时, 外观性状及蛋白质含量显著下降; 随着炒制时间的延长, 综合评分先升高后降低, 6 min 时综合评分值最高, 炒制时间 > 7 min 时, 红娘子出现部分焦黑, 蛋白质成分及浸出物含量均明显下降; 随着辅料比例的增加, 综合评分先升高后降低, 在 1 : 1 时, 综合评分最佳, 当辅料比例增加至 1 : 2 时, 药材出现部分破碎且色泽分值下降。正交试验具有均匀分散、整齐可比的特点, 因此, 基于各单因素结果, 每个单因素选取 3 个水平。红娘子炒制条件选择分别为选取 120, 140, 160 °C, 时间选择 5, 6, 7 min。药材与辅料比选择 1 : 0.5, 1 : 1, 1 : 2。结果见图 1。

3.1.2 正交试验结果 米炒红娘子正交炮制工艺结果见表 5, 其方差分析结果见表 6, 最佳工艺验证结果见表 7。

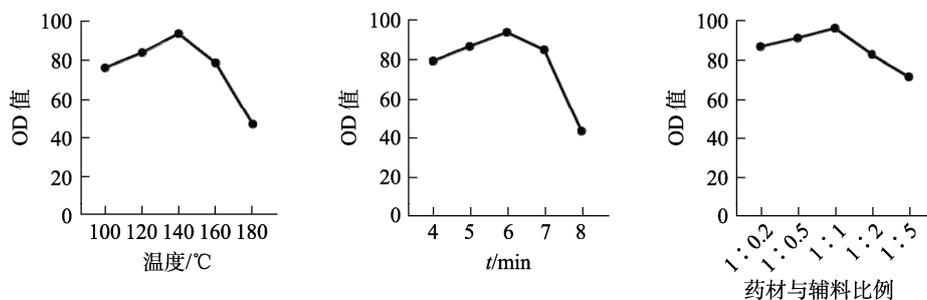


图 1 单因素试验结果

Fig. 1 Results of the single factor experiment

表 5 红娘子炮制工艺正交试验结果

Tab. 5 Results of the orthogonal test of the processing technology of *Huechys sanguinea*

序号	A 温度/ ℃	B 时间/ min	C 药材与 辅料比 例/g·g ⁻¹	浸出物/ mg·g ⁻¹	气 味	色 泽	破 碎 度	蛋白质 含量/ mg·g ⁻¹	OD 值
1	120	5	1:0.5	203	3	2	5	202	77.912
2	120	6	1:1	210	5	3	5	156	85.244
3	120	7	1:2	205	5	2	3	163	76.530
4	140	5	1:1	202	5	3	5	120	80.222
5	140	6	1:2	204	5	5	5	132	91.293
6	140	7	1:0.5	179	5	3	3	100	70.961
7	160	5	1:2	192	3	3	5	102	69.898
8	160	6	1:0.5	195	3	4	5	106	75.338
9	160	7	1:1	183	1	2	3	110	53.627
均值 1	79.895	76.011	74.737						
均值 2	80.825	83.958	73.031						
均值 3	66.288	67.039	79.240						
极差	14.537	16.919	6.209						

表 6 红娘子炮制工艺正交试验方差分析

Tab. 6 Intuitive analysis variance analysis of the processing technology of *Huechys sanguinea*

因素	偏差平方和	自由度	F 比	F 临界值	显著性
温度	397.388	2	27.053	19.000	*
时间	429.886	2	29.266	19.000	*
辅料比	61.746	2	4.204	19.000	
误差	14.690	2			

注: $F_{0.05}(2, 2)=19.000$; *代表显著。

Note: $F_{0.05}(2, 2)=19.000$; *represented significantly.

表 7 最佳炮制工艺验证结果

Tab. 7 Validation results of the best processing technology

序号	浸出物/ mg·g ⁻¹	气 味	色 泽	破 碎 度	蛋白质含量/ mg·g ⁻¹	OD 值
1	209	5	4	5	135	96.344
2	207	5	5	5	137	98.840
3	202	5	5	5	138	98.511
4	190	5	5	5	142	97.867
5	190	5	5	5	131	95.870
6	198	5	5	5	130	96.597
\bar{x}	9	5	5	5	136	97.338
RSD/%						1.207

方差分析结果表明炒制时间和炒制温度对综合评分有显著性影响($P<0.05$), 各因素影响大小为炒制时间>炒制温度>药物与辅料比。结合直观分析结果, 确定最佳炮制工艺为 $B_2A_2C_3$, 即炒制时间 6 min, 炒制温度 140 ℃, 药材与辅料比例 1:2。最佳炮制工艺验证, OD 值 RSD=1.207%, 证明该工艺可行。

3.2 米炒红娘子质量标准研究结果

3.2.1 性状及显微鉴别结果 性状: 米炒红娘子无头、无足、无翅, 虫体呈长圆形, 尾部较狭,

似蝉而形较小; 颈部棕黑色, 两肩深褐。胸部棕黑色, 腹部深褐, 具 8 个环节, 尾部尖, 质松而轻。长 1.2~2.5 cm, 宽 0.5~0.8 cm。质地松脆, 易碎, 具有焦香味。

显微鉴别: 体壁呈朱红色, 有光泽; 横纹肌呈无色, 明暗相间带状条纹; 刚毛基部窄, 尖端尖锐呈黑色或深棕色; 复眼呈六边形蜂窝状, 黄色或棕黄色。结果见图 2。

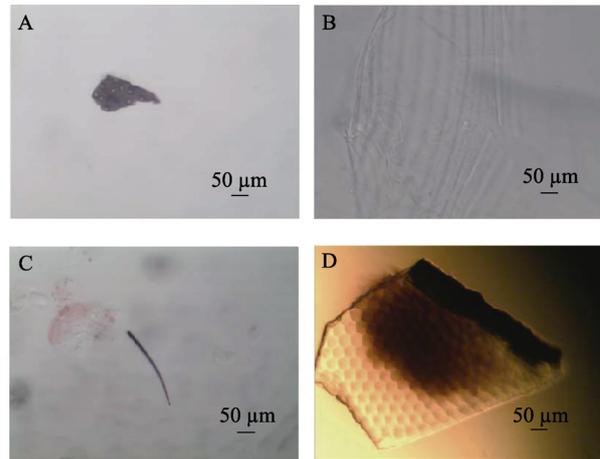


图 2 显微鉴别图

A-体壁凹窝; B-横纹肌; C-刚毛; D-复眼。

Fig. 2 Microscopic identification diagram

A-body wall recess; B-striated muscle; C-bristles; D-compound eye.

3.2.2 薄层鉴别结果 与对照药材比较, 相应位置显示相同斑点, 同时 4 个斑点 R_f 值分别为 0.615, 0.554, 0.446, 0.262, 且分离效果良好, 结果见图 3。

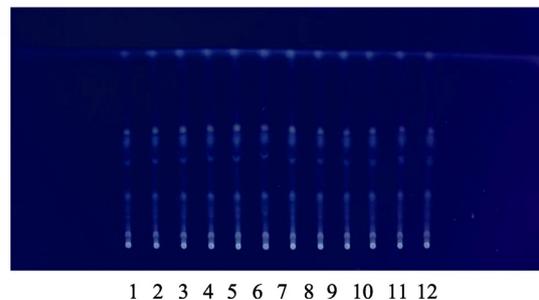


图 3 米炒红娘子薄层色谱图

1~2-对照药材; 3~12-10 批次米炒红娘子。

Fig. 3 TLC chromatogram of rice-fried *Huechys sanguinea*
1~2-Reference medicinal materials; 3~12-10 batches of rice-fried *Huechys sanguinea*.

3.2.3 米炒红娘子各检查项结果 米炒红娘子质量标准见表 8, 分别对 10 批米炒红娘子各检查项进行测量, 以平均值作为检测值结果。为代表市场情况, 建议浸出物以检测值 80%为最低限度, 水分、总灰分、酸不溶性灰分、铅、镉、砷、汞、

表 8 米炒红娘子质量标准

Tab. 8 Quality standard of rice-fried *Huechys sanguinea*

项目	浸出物/%	水分/%	总灰分/%	酸不溶性灰分/%	铅/mg·kg ⁻¹	镉/mg·kg ⁻¹	砷/mg·kg ⁻¹	汞/mg·kg ⁻¹	铜/mg·kg ⁻¹
检测值	20.10%	2.97%	3.79%	0.33%	2.26	1.91	0.06	0.13	38.14
限度值	>16.08%	<3.56%	<4.55%	<0.40%	<2.71	<2.29	<0.07	<0.16	<45.77

铜以检测值 120%为最高限度。10 批米炒红娘子黄曲霉毒素含量均未到达检测限，因此建议以 0.1 μg·kg⁻¹ 为最高限度。

4 讨论

红娘子作为传统动物药被《毒性药品临床应用与管理》所刊载，米炒的目的是增强疗效、降低毒性和矫正不良气味^[5]。红娘子成分主要以蛋白质、氨基酸、多糖为主，目前动物药的活性蛋白质常被用于筛选肿瘤细胞的敏感性^[6]，因此本研究首次以蛋白质含量、饮片性状及浸出物含量等指标，运用多指标综合评价结合熵权法-层次分析法等数学方法进行评价，优化得到红娘子最佳炮制工艺。熵权法主要以客观信息反映权重，层次分析法主要以主观因素反映信息权重，二者结合可提高结果的合理性，使检测指标更为全面，数据结果更加科学^[7-9]。最终筛选最佳炮制工艺为药材 2 倍量大米投入炒药锅，炒至冒烟时投入净制红娘子，140 °C 翻炒 6 min。该炮制工艺稳定、可靠，为规范红娘子饮片的炮制工艺提供了科学依据。

各地方标准中米炒红娘子质量标准只记录了红娘子的性状及功能，质量可控性差，本研究利用所建立的炮制工艺对市场上 10 批红娘子进行炮制，对米炒红娘子饮片的性状、理化鉴别、水分、灰分、浸出物、重金属、农残及黄曲霉毒素进行了全面检测，最终建议米炒红娘子质量标准中，水分含量应<3.56%，总灰分及酸不溶性灰分分别应<4.55%，0.40%，浸出物含量应>16.08%，铅含量<2.71 mg·kg⁻¹，镉<2.29 mg·kg⁻¹，砷<0.07 mg·kg⁻¹，汞<0.16 mg·kg⁻¹，铜<45.77 mg·kg⁻¹，黄曲霉毒素各成分均未到达检测限，建议黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂<0.1 μg·kg⁻¹。

本研究建立了科学、合理的米炒红娘子炮制工艺和质量标准，填补了该品种的空白，为红娘子炮制工艺规范化、产业化提供参考，同时为红娘子临床安全药用提供了保障。

REFERENCES

- [1] YING K, HU M S. Textual research on the varieties of traditional Chinese medicine Zanji and Hongniangzi[J]. Chin Tradit Herb Drugs(中草药), 1989, 20(3): 42-44.
- [2] DING P X. Research on the red lady[J]. Chin Tradit Pat Med(中成药研究), 1985, 7(1): 41.
- [3] YING K, XU R H. Study on processing technology of red lady[J]. J Chin Med Mater(中药材), 1991, 14(6): 26-31.
- [4] 冯道德, 吴心爱, 钱小直. 红娘子炮制工艺改革[J]. 四川中医, 1993, 11(9): 55.
- [5] 赵丽娜, 张振凌. 中药米制法炮制历史沿革的研究[C]//中华中医药学会中药炮制分会 2008 年学术研讨会论文集. 樟树, 2008: 155-158.
- [6] ZHANG L. Isolation, purification and pharmacological mechanism of centipede anti-tumor protein[D]. Beijing: Beijing University of Chinese Medicine, 2007.
- [7] WU H W, LI D H, BIAN T T, et al. Study on integrative technology of primary processing for Astragali Radix based on response surface method combined with entropy weight method[J]. Chin Tradit Herb Drugs(中草药), 2021, 52(19): 5854-5861.
- [8] YANG Z Y, ZHANG G M, WANG P H, et al. Effect of different rice wine on the quality of wine *Angelica sinensis* decoction pieces by analytic hierarchy process-entropy weight method[J]. Central South Pharm(中南药学), 2022, 20(2): 304-309.
- [9] HAN Y F, TANG X, SHI Y, et al. Optimization of extraction process for Yangyin Runmu granules by Box-Behnken design based on entropy weight method-analytic hierarchy process method[J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2022, 39(7): 896-903.

收稿日期: 2022-10-04

(本文责编: 李艳芳)