

基于质量综合评价的积雪草干燥方法筛选研究

陈翠莎¹, 杨丽飞¹, 刘莎¹, 李尧尧¹, 任振丽³, 张福强³, 聂绪强^{1*}, 吴发明^{1,2*}

1. 遵义医科大学药学院, 贵州 遵义 563003

2. 贵州医科大学 省部共建药用植物功效与利用国家重点实验室, 贵州 贵阳 550014

3. 山东步长制药股份有限公司, 山东 菏泽 274000

摘要:目的 探讨不同干燥方式对药材质量的影响, 筛选积雪草适宜干燥方法。方法 分别采用热风干燥、晒干、晒半干后热风干燥、阴干、微波以及真空干燥对积雪草全草鲜品进行干燥加工, 并测定干燥时间和折干率; 参考药典方法对积雪草药材性状特征、鉴别、检查、浸出物含量进行分析; 采用 HPLC 法测定样品中积雪草苷、羟基积雪草苷、积雪草酸、羟基积雪草酸、山柰酚-3-O-芸香糖苷、山柰酚和槲皮素的含量; 并采用加权评分法进行多指标综合评价排序。结果 不同干燥方法耗时差异大, 其中晒干、阴干和 50 °C 真空干燥超过 100 h, 微波干燥低至 1.5 h; 折干率均值为 24.83%; 不同干燥方法对药材性状影响主要反映在色泽和气味, 其中 50~70 °C 热风干燥色泽较佳, 为浅绿色, 80、85 °C 热风干燥和微波干燥气味也发生了显著变化; 水分和灰分含量虽有一定差异, 但均符合药典标准; 干燥方法对浸出物也有一定影响, 晒干方式的浸出物含量达到最大, 为 45.70%, 阴干方式的浸出物含量最小, 为 29.67%; HPLC 法测定的 7 个有效成分含量总和最高的是较为温和的干燥方式阴干, 为 83.032 mg/g, 最低的为 75 °C 热风干燥, 为 40.982 mg/g; 羟基积雪草苷和积雪草苷总和含量最高的为 80 °C 热风干燥, 最低的为 75 °C 热风干燥; 加权评分排在前 3 位的分别为 70 °C 热风干燥、晒半干后 50 °C 热风干燥、50 °C 热风干燥, 85 °C 热风干燥排在末位。结论 积雪草产地的适宜干燥方法为 70 °C 热风干燥。

关键词: 积雪草; 干燥方法; 积雪草苷; 羟基积雪草苷; 加权评分; 质量综合评价; 折干率; HPLC; 积雪草酸; 羟基积雪草酸; 山柰酚-3-O-芸香糖苷; 山柰酚; 槲皮素; 色泽; 气味; 水分; 灰分; 晒干; 阴干; 真空干燥; 微波干燥; 热风干燥

中图分类号: R283.1 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2019)20-4911-09

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2019.20.011

Screening of *Centella asiatica* drying method based on comprehensive evaluation of quality

CHEN Cui-sha¹, YANG Li-fei¹, LIU Sha¹, LI Yao-yao¹, REN Zhen-li³, ZHANG Fu-qiang³, NIE Xu-qiang¹, WU Fa-ming^{1,2}

1. Zunyi Medical University, Zunyi 563003, China

2. State Key Laboratory of Functions and Applications of Medicinal Plants, Guizhou Medical University, Guiyang 550014, China

3. Shandong Buchang Pharmaceutical Co., Ltd., Heze 274000, China

Abstract: Objective To explore the effects of different drying methods on the quality of medicinal materials, and screen out the optimal drying process of *Centella asiatica*. **Methods** The whole fresh grass of *C. asiatica* were dried by hot air, drying in the sun, drying in the sun and hot air combined, drying in the shade, microwave and vacuum respectively. Meanwhile, the drying time and rate were determined. The characters, identification, inspection, and leachable content of *C. asiatica* were analyzed by the method of pharmacopoeia. The content of asiaticoside, madecassoside, asiatic acid, madecassic acid, kaempferol-3-O-tutinoside, kaempferol, and quercetin were detected by HPLC analysis; The weighted scoring method was used to sort the comprehensive evaluation of multiple indexes. **Results** Different drying methods consume different time, among which drying in the sun, shade and drying at 50 °C for more than 100 h, and the average drying rate was 24.83%. The effects of different drying methods on the properties of medicinal materials are mainly reflected in color and odor, among which 50—70 °C hot air drying had a better color, which was light green, and the odor of hot air drying and microwave drying at 80 °C and 85 °C also changed significantly. Although there were some differences

收稿日期: 2019-05-25

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (81560712); 国家重点实验室开放课题“黔科合平台人才”([2017]5101); 贵州省中药民族药 2011 协同创新中心项目 (黔教科研发 [2012] 311 号)

作者简介: 陈翠莎, 硕士研究生, 研究方向为中药品种、质量及资源研究。Tel: 15779960150 E-mail: cuishachen@qq.com

*通信作者 吴发明, 博士, 副教授, 硕士研究生导师, 研究方向为中药资源。Tel: (0851)28642516 E-mail: zunyiwufaming@163.com

聂绪强, 博士, 副教授, 硕士研究生导师。E-mail: niexuqiang@126.com

in moisture and ash content, both of them met the pharmacopoeia standards. The drying method also had certain effects on the leachable, the maximum was 45.70%, and the minimum content of dry extract was 29.67%. The highest content of the total active ingredient was determined by HPLC using the method of drying in the shade, which was 83.032 mg/g, and the lowest was 75 °C hot air drying, which was 40.982 mg/g. The highest total content of madecassoside and asiaticoside was 80 °C hot air drying, and the lowest was 75 °C hot air drying. Weighted score in the top three of line was 70 °C, dried at 50 °C after drying in the sun, hot air drying at 50 °C, and 85 °C hot air drying ranked the bottom. **Conclusion** In summary, the suitable drying method for the production area of *C. asiatica* was 70 °C hot air drying.

Key words: *Centella asiatica* (L.) Urban; drying method; asiaticoside; madecassoside; weighted score; comprehensive quality evaluation; drying rate; HPLC; asiatic acid; madecassic acid; kaempferol-3-*O*-tutinoside; kaempferol; quercetin; color; odor; moisture; ash; drying in the sun; drying in the shade; vacuum drying; microwave drying; hot air drying

积雪草为伞形科积雪草 *Centella asiatica* (L.) Urban 的干燥全草或带根全草^[1], 又称雷公根、落得打、崩大碗; 具有清热利湿、解毒消肿等功效, 常用于湿热黄疸、中暑腹泻、石淋血淋、痈肿疮毒、跌扑损伤等症。现代研究表明, 其能够有效地抑制瘢痕增生及修复皮肤, 具有抗抑郁、神经保护、抗肿瘤、调节免疫、抗溃疡、抗菌、抗炎等作用^[2-6]。积雪草起源于东南亚热带及亚热带地区, 在我国野生资源丰富, 广泛分布于华东、华南、中南及西南等地区。积雪草的应用形式多样, 如作药用、食用等。在我国部分地区干燥叶片入茶, 在其他国家新鲜叶片常作为蔬菜和色拉, 用于滋补饮料和果汁^[7]。近年来, 因对皮肤组织修复作用疗效好和分布广泛等原因, 积雪草被广泛用于医药、美容等行业^[8-13]。

中药材产地干燥加工是中药生产与品质形成的重要环节, 适宜的加工方式可保障药材品质优良的同时提高经济效益。目前市场上积雪草产地加工多为晒干, 晒干方式干燥周期长, 干燥不均匀, 受区域空间气候等因素影响大。《中国药典》2015 年版中虽规定了积雪草的产地加工干燥方法为晒干, 但未见具体干燥方式、干燥温度等详细参数。积雪草生产相关的研究报道甚少, 而针对积雪草产地加工和干燥工艺的研究尚未见报道, 合理选用积雪草干燥方法是中药现代化和规范化的趋势所向。运用传统加工方式(晒干、阴干)和现代新型加工方式(热风烘干、微波烘干、真空烘干等)对积雪草样品进行不同干燥处理, 以药材性状特征、检查项、浸出物和内在成分作为评价指标, 通过加权评分^[14-15]综合分析, 以期筛选出适宜的积雪草产地干燥工艺, 为其产业化生产提供理论依据。

1 材料、仪器与试剂

1.1 材料

新鲜积雪草为 2018 年 7 月 26 日在贵州遵义医

科大学新蒲校区(北纬 27°43'11", 东经 107°4'12", 海拔 860 m)采集的积雪草样品, 随机均等分成 14 批进行分析。经遵义医科大学药学院生药学教研室聂绪强博士鉴定为伞形科积雪草属植物积雪草 *Centella asiatica* (L.) Urban 的全草。

1.2 仪器与设备

Agilent-1260-DAD-RID 高效液相色谱仪, 美国 Agilent 公司; DZF-250 真空干燥箱, 郑州长城科工贸有限公司; FA2204N 万分之一电子天平, 上海菁海仪器有限公司; P70D20TL-D4 微波炉, 格兰仕微波生活电器有限公司; 101-4A 电热鼓风干燥箱、SX-5-12 箱式电阻炉, 北京中兴伟业仪器有限公司; KQ-500DV 型数控超声波清洗器, 昆山市超声仪器有限公司; BCD-571 WDPF 海尔冰箱, 青岛海尔股份有限公司; SHB-III A 循环水式多用真空泵, 郑州长城科工贸有限公司。

1.3 试剂

对照品积雪草酸(批号 wkq17090504, 质量分数≥98%)、羟基积雪草酸(批号 wkq17071203, 质量分数≥98%)、积雪草苷(批号 wkq17090610, 质量分数≥98%)、羟基积雪草苷(批号 wkq17041009, 质量分数≥98%)、山柰酚-3-*O*-芸香糖苷(批号 MUST-16041507, 质量分数≥98.16%)、山柰酚(批号 MUST-16032801, 质量分数≥99.80%)、槲皮素(批号 MUST-16111114, 质量分数≥99.35%), 均由成都曼思特生物科技有限公司提供。甲醇、乙腈为色谱纯, 水为超纯水, 其他均为分析纯。

2 方法

2.1 干燥方法

根据积雪草的传统加工和新型干燥加工方式考察结果, 将新鲜积雪草除去杂质泥沙, 洗净沥干, 随机均等分成 14 组, 每份 250 g, 选择长 30 cm、宽 20 cm、高 10 cm 的篮子盛放, 均匀铺开, 进行

不同的干燥方式处理。以全草类药材茎部手折易折断为干燥完成标志。14 种不同干燥方式的处理方法和工艺参数条件分别为 50、55、60、65、70、75、80、85 °C 热风干燥 (50HG、55HG、60HG、65HG、70HG、75HG、80HG、85HG)，分别置于 50、55、60、65、70、75、80、85 °C 电热鼓风干燥箱内干燥；晒干 (SG)，置于太阳光直射处自然干燥；晒半干后 50 °C 热风干燥 (SG-50HG)，置于太阳光直射处自然干燥至半干后 50 °C 热风烘干；阴干 (YG)，置于室内阴凉干燥通风处干燥；中高火微波干燥 (WB)，置于微波炉中中高火干燥；50、60 °C 真空干燥 (50ZG、60ZG)，置于 50、60 °C 真空干燥箱内干燥。记录干燥所需时间，干燥后样品粉碎过四号筛，冰箱 4 °C 保存备用。

2.2 性状描述

以积雪草药材样品的色泽、形状、质地、折断面、气味、粉末颜色为指标，分析不同干燥方法对积雪草外观性状的影响。

2.3 水分、总灰分、浸出物的测定

参照《中国药典》2015 年版四部对不同方式干燥的 14 批积雪草的水分、总灰分、浸出物的含量进行测定。其中水分采用烘干法 (通则 0832 第二法) 测定，按标准不得超过 12.0%；总灰分采用通则 2302 第二法测定，总灰分不得过 13.0%；浸出物采用的是水溶性浸出物测定法 (通则 2201) 测定，浸出物不得少于 25.0%。

2.4 薄层色谱鉴别

参照《中国药典》2015 年版积雪草项目下薄层色谱法 (通则 0502) 对 14 批积雪草进行分析鉴别。

2.5 HPLC 法测定有效成分含量

参照曾建国等^[16]和陆强等^[17]的方法对积雪草中代表性有效组分含量进行测定。

2.5.1 混合对照品溶液制备 精密称定积雪草酸、羟基积雪草酸、积雪草苷、羟基积雪草苷、山柰酚-3-O-芸香糖苷、山柰酚、槲皮素，分别加甲醇，超声溶解配制成质量浓度依次为 0.226 1、0.204 5、0.198 3、0.208 0、0.206 5、0.234 8、0.201 6 mg/mL 的溶液。

2.5.2 样品溶液制备 分别称取积雪草药材粉末 (过 4 号筛) 1.0 g，精密称定，置 50 mL 干燥的具塞锥形瓶中，精密加入 10 mL 甲醇，密塞，称定质量，浸泡 60 min，再超声 30 min，放冷，称定质量，用甲醇补足减失的质量，摇匀，用 0.45 μm 微孔滤

膜滤过，滤液即为积雪草药材供试品溶液。

2.5.3 色谱条件 色谱柱为 Kromasil 100-5-C₁₈ 柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm)；流动相为水-乙腈，洗脱梯度：0~10 min, 5%~10%乙腈；10~12 min, 10%~16%乙腈；12~55 min, 16%~68%乙腈；55~67 min, 68%~95%乙腈；体积流量 1.0 mL/min；柱温 30 °C；进样量 10 μL；检测波长 205 nm。

2.6 数据分析

采用 Microsoft Excel 2015 对数据整理，采用 SPSS 17.0 软件对数据进行单因素方差分析后两两比较，运用加权评分法对各个指标进行多指标综合评价。

3 结果与分析

3.1 不同干燥方法对积雪草干燥时间和折干率的影响

不同干燥方式的原理不同，导致干燥所需的时间也有明显差异。根据表 1 中 50HG~85HG 和 50ZG、60ZG 对比，干燥方式相同、温度不同时，干燥所需的时间随着温度的升高而显著缩短。并且热风烘干所需时间都在 12 h 内，随着温度的上升干燥时间越来越短。其中传统干燥方式的晒干和阴干以及 50 °C 真空干燥所需时间较长，都大于 100 h；微波中高火干燥所需时间最短，为 1.5 h。

折干率是中药材加工干燥成品率的重要指标。不同干燥方式下积雪草的折干率不同，14 种干燥方式的折干率均值为 24.83%，折干率在 22.04%~28.50%。其中以阴干方式折干率最低，为 22.04%，

表 1 不同干燥方法下的干燥时间和折干率

Table 1 Drying time and rate under different drying methods

干燥方法	干燥时间/h	折干率/%
50HG	12.0	24.95
55HG	10.5	23.96
60HG	9.5	23.66
65HG	8.5	23.22
70HG	5.5	28.50
75HG	5.0	23.83
80HG	4.5	25.91
85HG	4.0	27.32
SG	101.0	24.02
SG-50HG	52.0	26.21
YG	126.0	22.04
WB	1.5	23.67
50ZG	126.0	24.03
60ZG	48.5	26.34

70 ℃热风干燥方式折干率最高为 28.50%。

3.2 不同干燥方法对积雪草药材性状的影响

由图 1 可知,不同温度的热风干燥中,随着温度的上升,样品的颜色由绿色向黄色转变,最后变为黄棕色。其中显绿色的有:50、55、60、65、70 ℃热风干燥,晒半干后 50 ℃热风干燥、晒干和阴干;显浅黄棕的有:75、80 ℃热风干燥,中高火微波烘干和 50 ℃真空干燥;显黄棕色的有:85 ℃热风烘干和 60 ℃真空干燥。由表 2 可知,干燥后的药材从外观形状上看,叶片均失水皱缩成团。质地方面,除阴干方式为质微脆外,其他干燥方式质地都质脆易断,可能是阴干方式由自然风晾干脱水不均匀所致。经过在不同干燥方法加工后,在不同温度的热

风高温干燥中,随着温度的上升,样品的芳香气味和味道渐渐加重,折断面褐色加深,样品粉末绿色变浅。可能是温度升高抑制酶促反应的同时加速褐变反应的发生。80、85 ℃热风干燥和微波干燥(中高火)这 3 种干燥方式有明显的焦香味,说明这 3 种方式不适合积雪草的产地加工。真空干燥导致积雪草药材色泽变深,但气味变化不显著,这可能是由于在真空干燥过程中水分排出不及时所造成的。

3.3 不同干燥方法对积雪草药材水分、灰分、浸出物的影响

由表 3 可知,14 批积雪草药材的水分含量在 3.60%~8.41%,均值为 5.15%,其中晒干后 50 ℃热风烘干方法最高,70 ℃热风干燥方法最低。总灰

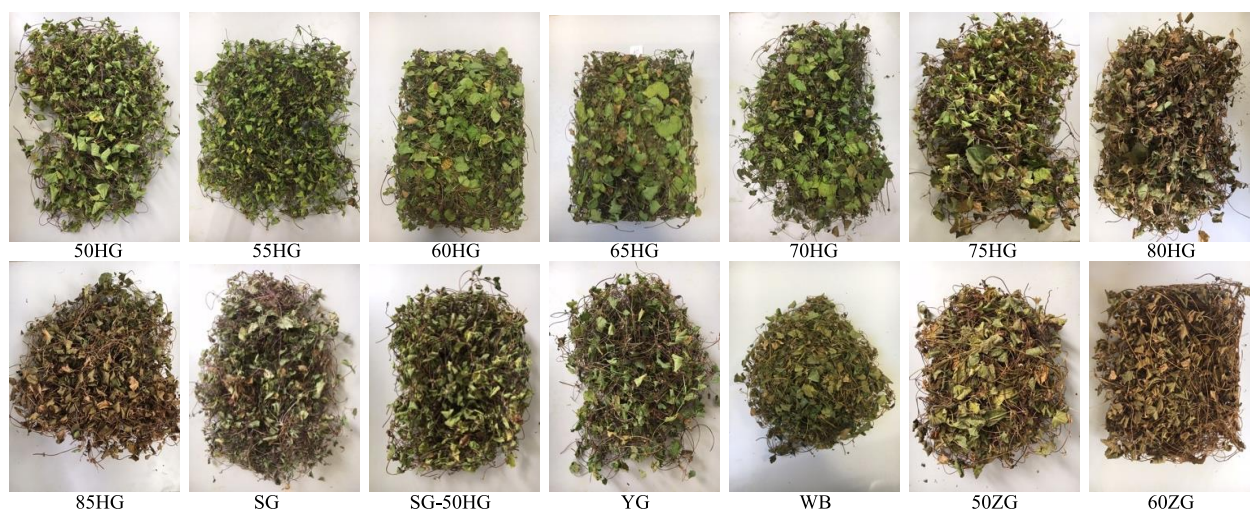


图 1 不同干燥方式下积雪草的色泽

Fig. 1 Color of *C. asiatica* under different drying methods

表 2 不同干燥方法积雪草性状特征描述

Table 2 Characteristics of *C. asiatica* in different drying methods

干燥方法	色泽	形状	质地	折断面	气味	粉末颜色
50HG	浅绿色	卷缩成团状	质脆易断	浅绿色	气微香, 味微涩	浅绿色
55HG	浅绿色	卷缩成团状	质脆易断	浅绿色	气微香, 味微涩	浅绿色
60HG	浅绿色	卷缩成团状	质脆易断	浅绿色	气微香, 味微涩	黄绿色
65HG	浅绿色	卷缩成团状	质脆易断	浅绿色	气微香, 味微涩	黄绿色
70HG	浅绿色	卷缩成团状	质脆易断	浅绿色	气微香, 味微涩	灰绿色
75HG	浅黄棕色	卷缩成团状	质脆易断	浅绿色	气微香, 味微苦涩	灰绿色
80HG	浅黄棕色	卷缩成团状	质脆易断	黄棕色	气微焦香, 味微苦涩	浅褐色
85HG	黄棕色	卷缩成团状	质脆易断	黄棕色	气微焦香, 味微苦涩	褐色
SG	浅绿色	卷缩成团状	质脆易断	浅绿色	气微香, 味微苦涩	灰白色
SG-50HG	浅绿色	卷缩成团状	质脆易断	浅绿色	气微香, 味微涩	浅绿色
YG	浅绿色	卷缩成团状	质微脆	浅绿色	气微香, 味微涩	浅灰绿色
WB	浅黄棕色	卷缩成团状	质脆易断	黄棕色	气微焦香, 味微苦涩	浅褐色
50ZG	浅黄棕色	卷缩成团状	质脆易断	浅褐色	气微香, 味微涩	褐色
60ZG	黄棕色	卷缩成团状	质脆易断	浅褐色	气微香, 味微涩	褐色

表 3 水分、总灰分、浸出物含量测定结果

Table 3 Results of content moisture, total ash, and extract

编号	水分/%	总灰分/%	浸出物/%	编号	水分/%	总灰分/%	浸出物/%	编号	水分/%	总灰分/%	浸出物/%
50HG	5.75	7.74	40.72	75HG	4.20	8.42	35.88	YG	8.41	8.91	29.67
55HG	4.72	8.56	38.89	80HG	3.88	8.17	35.69	WB	5.07	9.94	43.00
60HG	4.52	7.91	39.19	85HG	3.97	8.76	34.64	50ZG	6.49	9.70	38.75
65HG	3.94	7.79	36.14	SG	6.47	6.30	45.70	60ZG	5.63	8.35	40.55
70HG	3.60	6.71	36.41	SG-50HG	5.41	8.08	42.14				

分量在 6.30%~9.94%，均值为 8.24%，其中中高火微波干燥方法最高，晒干方法最低。浸出物量在 29.67%~45.70%，均值为 38.38%，其中晒干方法最高，阴干方法最低。且不同干燥条件所干燥的积雪草药材的水分、总灰分、浸出物均能达到《中国药典》2015 年版限量标准。

3.4 积雪草药材的薄层色谱鉴别

根据图 2 可以看出样品主斑点位置和颜色(1~

14) 与对照品斑点(a、b)基本相同，说明薄层色谱鉴别不同干燥方式积雪草的主成分基本相同，无明显差异，表明薄层色谱适宜积雪草的真伪鉴别，但作为加工方法优劣的判断标准不太适宜。

3.5 不同干燥方法对有效成分含量的影响

对照品与积雪草样品 HPLC 图谱见图 3。由表 4 可知，积雪草经过不同干燥方法处理后，各有效成分的含量呈起伏波动趋势。按照《中国药典》2015

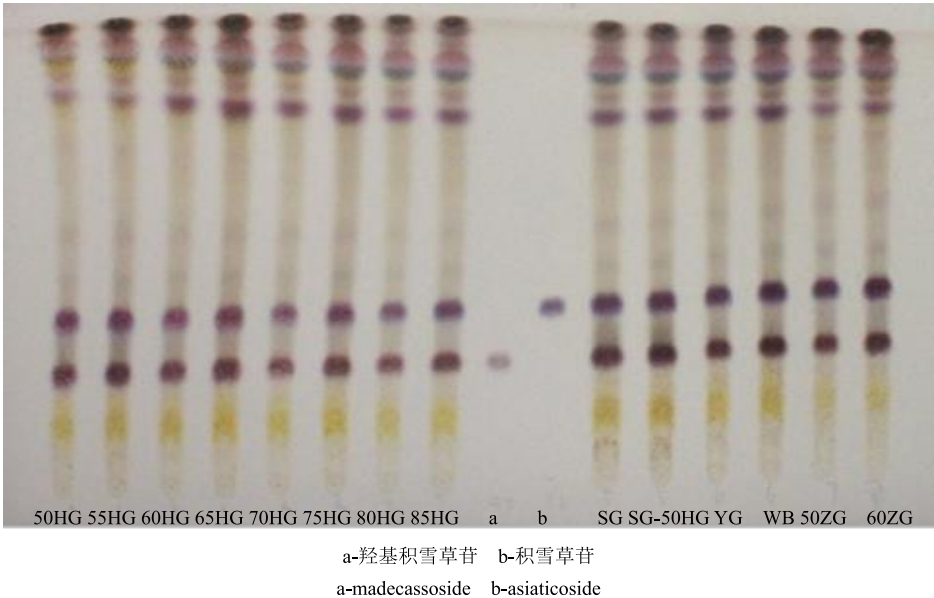


图 2 积雪草药材薄层色谱图

Fig. 2 Thin layer chromatogram of C. asiatica

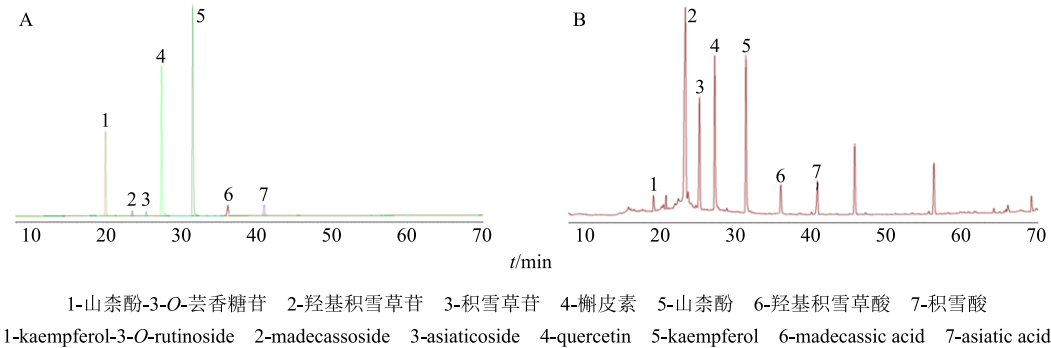


图 3 混合对照品 (A) 与积雪草样品 (B) 的 HPLC 图谱

Fig. 3 HPLC of reference substances (A) and C. asiatica sample (B)

表 4 不同干燥方法积雪草药材中 7 种有效成分含量 ($\bar{x} \pm s, n=3$)Table 4 Content of seven active ingredients in different drying methods of *C. asiatica* ($\bar{x} \pm s, n=3$)

干燥方法	质量分数/(mg·g ⁻¹)						
	羟基积雪草苷	积雪草苷	羟基积雪草酸	积雪草酸	槲皮素	山柰酚-3- <i>O</i> - 芸香糖苷	山柰酚
50HG	53.146±0.853c	5.349±0.148g	1.776±0.025g	0.663±0.009h	0.022±0.00ef	0.277±0.010d	0.012±0.003h
55HG	51.118±0.814cd	5.294±0.096g	2.958±0.060cd	0.891±0.007gh	0.020±0.001ef	0.357±0.010b	0.014±0.002h
60HG	69.509±0.609a	5.480±0.119g	0.422±0.143h	0.270±0.013j	0.029±0.002e	0.172±0.004f	0.032±0.003g
65HG	56.645±1.760b	6.327±0.078g	3.228±0.075b	1.132±0.069f	0.055±0.004d	0.030±0.001hi	0.076±0.010e
70HG	50.814±0.352cd	19.433±1.109d	2.835±0.058d	3.259±0.042d	0.853±0.015a	0.058±0.003g	0.784±0.022a
75HG	27.851±3.529g	1.467±0.074i	5.545±0.077a	5.595±0.018a	0.011±0.008f	0.023±0.003hi	0.490±0.023b
80HG	67.249±3.529a	11.694±0.372e	0.494±0.044h	0.218±0.005j	0.017±0.000ef	0.275±0.005d	0.012±0.001h
85HG	55.359±0.255bc	7.453±0.069f	0.518±0.012h	0.458±0.012i	0.017±0.001ef	0.573±0.008a	0.012±0.001h
SG	52.756±0.496cd	6.643±0.070fg	2.628±0.087e	0.792±0.028h	0.025±0.001e	0.223±0.009e	0.018±0.001h
SG-50HG	49.181±0.935d	6.079±0.112g	3.085±0.089c	0.955±0.036g	0.062±0.004d	0.338±0.003c	0.042±0.004fg
YG	56.487±0.456b	22.122±0.114c	2.354±0.048f	1.891±0.040e	0.085±0.003c	0.033±0.001h	0.060±0.002f
WB	50.331±0.501d	7.482±0.264f	2.398±0.016f	0.779±0.013h	0.084±0.004c	0.025±0.001hi	0.020±0.002h
50ZG	43.124±0.251e	27.283±1.313b	2.885±0.024d	4.161±0.181b	0.164±0.015b	0.019±0.001i	0.250±0.018d
60ZG	39.277±0.526f	30.593±0.570a	1.658±0.042g	3.658±0.111c	0.092±0.004c	0.021±0.001i	0.278±0.004c

同列数据不同字母表示差异显著 ($P<0.05$)Different letters in the same column indicate significant difference ($P<0.05$)

年版中积雪草项目,干燥品含积雪草苷($C_{48}H_{78}O_{19}$)和羟基积雪草苷($C_{48}H_{78}O_{20}$)的总量不得少于 0.80% (8.0 mg/g), 14 种干燥方式结果均符合《中国药典》2015 年版中的含量标准。

其中 80 °C 热风干燥时积雪草苷和羟基积雪草苷含量最高,为 78.943 mg/g; 75 °C 热风干燥时积雪草苷和羟基积雪草苷总含量最低,为 29.318 mg/g。在 60 °C 热风干燥、70 °C 热风干燥、80 °C 热风干燥、阴干、50 °C 真空干燥和 60 °C 真空干燥下有效成分总含量较高,而其中阴干方式总有效成分含量最高,为 83.032 mg/g,经过 75 °C 热风干燥总有效成分含量最低,为 40.982 mg/g,有效成分损失最大。

其中羟基积雪草苷、积雪草苷均以 75 °C 热风干燥最低,分别为 27.851、1.467 mg/g,羟基积雪草酸、积雪草酸均以 75 °C 热风干燥最高,分别为 5.545、5.595 mg/g,这种现象的出现可能是在 75 °C 热风干燥条件下 4 种成分之间发生了转化,导致含量发生变化。槲皮素、山柰酚-3-*O*-芸香糖苷和山柰酚在积雪草中含量极其微量,并且在 70 °C 热风干燥时槲皮素和山柰酚含量最高,分别为 0.853、0.784 mg/g,在 85 °C 热风干燥条件下山柰酚-3-*O*-芸香糖苷含量最高,为 0.573 mg/g。此外,相同干燥方式、温度相近的干燥方法,化学组分含量相近,例如,

50 °C 热风干燥和 55 °C 热风干燥,50 °C 真空干燥和 60 °C 真空干燥,晒干和晒半干后 50 °C 热风干燥。

3.6 综合加权评分

3.6.1 权重确定 根据中药材外观性状、内在成分含量和加工干燥效率结果,进行多指标综合加权评价。对于外观性状,选择差异明显的外观指标色泽和气味;参考《中国药典》中积雪草项目,内在成分含量中水分、灰分、浸出物、羟基积雪草苷和积雪草苷为重要参考指标,并加入羟基积雪草酸和积雪草酸作为内在成分含量指标;加工干燥效率中的指标包括干燥时间和折干率。采用层次分析法中权重确定方法^[18],将积雪草各性状指标间的关系建立分层结构模型,见图 4。根据 Saaty^[19] 1~9 比率标度法(表 5),通过各指标因素间的两两比较来构造判断矩阵(表 6),从而确定各指标的权重值(W)。并且 A-($B_1 \sim B_3$)、 B_1 -($C_1 \sim C_2$)、 B_2 -($C_3 \sim C_9$)和 B_3 -($C_{10} \sim C_{11}$)的一致性比率(CR)分别为 0.00、0.00、0.049 和 0.00,CR 值均小于 0.1,认为判断矩阵有着良好的一致性。最终得到外观指标 W 为 0.428 6、内在成分指标 W 为 0.428 6、效率指标 W 为 0.142 8,其中色泽和气味指标的 W 分别为 0.750 0 和 0.250 0,内在成分指标水分、灰分、浸出物、羟基积雪草苷、积雪草苷、羟基积雪草酸和积雪草酸的 W 分别为 0.034 1、0.024 4、0.176 7、0.304 1、0.294 7、0.092 9

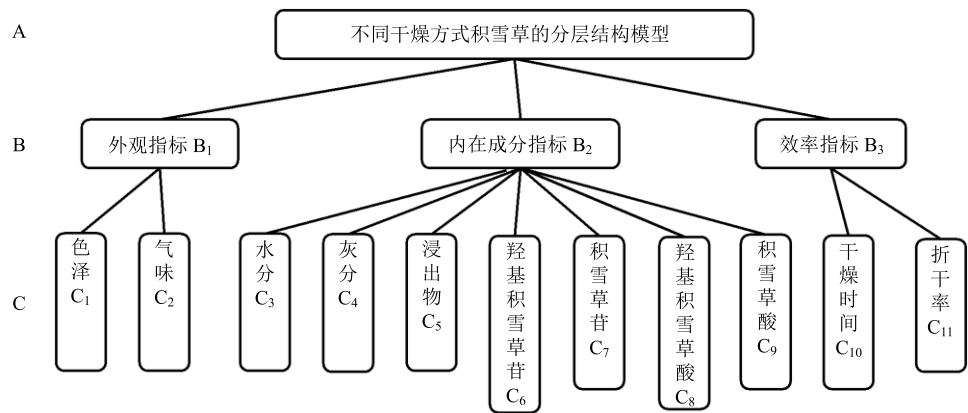


图 4 不同干燥方式下积雪草的权重递阶层次结构图

Fig. 4 Weighted hierarchy structure of *C. asiatica* under different drying methods

表 5 1~9 比率标度法

Table 5 1—9 Ratio scaling

标度	含义
1	表示 2 个指标具有同样的重要性
3	表示 1 个指标比另 1 个指标稍微重要
5	表示 1 个指标比另 1 个指标明显重要
7	表示 1 个指标比另 1 个指标强烈重要
9	表示 1 个指标比另 1 个指标极端重要
2、4、6、8	各位上述 2 相邻判断的中值
标度的倒数	如果指标 i 与 j 比较得 b_{ij} , 则 j 与指标 i 比较得 $1/b_{ij}$

和 0.073 1, 效率指标中干燥时间和折干率的 W 分别为 0.166 7 和 0.833 3。

3.6.2 等级分值及加权评分 对色泽和气味指标以检测结果类型进行分级并划分分值, 定量指标中正指标以数列中最优(大)值为参考值, 逆指标以数列中最小值为参考值, 其中正指标为浸出物、折干率、羟基积雪草苷、积雪草苷、羟基积雪草苷和积雪草苷, 逆指标包括水分、灰分、干燥时间, 其余的为正指标, 对相关数据以最大值和最小值为范围进行 4 等值分级并划分分值, 具体见表 7。14 种干燥方式加权评分值 [加权评分值 = $(R_1 \times WC_1 + R_2 \times$

表 6 判断矩阵及 W 、最大特征值、CR 值

Table 6 Judgment matrix and weight, maximum eigenvalue, consistency ratio value

项目	判断矩阵								W	最大特征值	CR
A-(B ₁ ~B ₃)	B ₁	B ₂	B ₃							3.00	0.000
B ₁	1	1	3					0.428 6			
B ₂	1	1	3					0.428 6			
B ₃	1/3	1/3	1					0.142 8			
B ₁ -(C ₁ ~C ₂)	C ₁	C ₂								2.166	0.000
C ₁	1	3						0.750 0			
C ₂	1/3	1						0.250 0			
B ₂ -(C ₃ ~C ₉)	C ₃	C ₄	C ₅	C ₆	C ₇	C ₈	C ₉			7.403	0.049
C ₃	1	2	1/5	1/7	1/8	1/3	1/4	0.034 1			
C ₄	1/2	1	1/6	1/8	1/9	1/4	1/5	0.024 4			
C ₅	5	6	1	1/2	1/3	3	4	0.176 7			
C ₆	7	8	2	1	2	3	4	0.304 1			
C ₇	8	9	3	1/2	1	4	5	0.294 7			
C ₈	3	4	1/3	1/3	1/4	1	2	0.092 9			
C ₉	4	5	1/4	1/4	1/5	1/2	1	0.073 1			
B ₃ -(C ₁₀ ~C ₁₁)	C ₁₀	C ₁₁								2.00	0.000
C ₁₀	1	1/5						0.166 7			
C ₁₁	5	1						0.833 3			

表 7 不同干燥方式综合加权评分的评价指标等级及分值

Table 7 Classification and score of evaluation indicators in different drying methods with comprehensive weight score

评分指标			等级及分值 (R)			
外观指标 B ₁	色泽 (C ₁)	程度	浅绿色	浅黄棕色	黄棕色	
		分值	8~10	5~7	4	
	气味 (C ₂)	程度	气微香, 味微涩	气微香, 味微苦涩	气微焦香, 味微苦涩	
		分值	8~10	5~7	4	
内在成分指标 B ₂	水分 (C ₃)	含量/%	3.60~4.80	4.80~6.01	6.01~7.21	7.21~8.41
		分值	9~10	7~8	5~6	4
	灰分 (C ₄)	含量/%	6.30~7.21	7.21~8.12	8.12~9.03	9.03~9.94
		分值	9~10	7~8	5~6	4
	浸出物 (C ₅)	含量/%	41.70~45.70	37.69~41.70	33.68~37.69	29.67~33.68
		分值	9~10	7~8	5~6	4
	羟基积雪草苷 (C ₆)	含量/(mg·g ⁻¹)	59.095~69.510	48.680~59.095	38.265~48.680	27.850~38.265
		分值	9~10	7~8	5~6	4
	积雪草苷 (C ₇)	含量/(mg·g ⁻¹)	23.312~30.593	16.030~23.312	8.749~16.030	1.467~8.749
		分值	9~10	7~8	5~6	4
	羟基积雪草酸 (C ₈)	含量/(mg·g ⁻¹)	4.264~5.545	2.984~4.264	1.703~2.984	0.422~1.703
		分值	9~10	7~8	5~6	4
	积雪草酸 (C ₉)	含量/(mg·g ⁻¹)	4.251~5.595	2.906~4.251	1.562~2.906	0.218~1.562
		分值	9~10	7~8	5~6	4
效率指标 B ₃	干燥时间 (C ₁₀)	时间/h	1.5~32.5	32.5~63.8	63.8~94.9	94.9~126.0
		分值	9~10	7~8	5~6	4
	折干率 (C ₁₁)	含量/%	26.89~28.50	25.27~26.89	23.66~25.27	22.04~23.66
		分值	9~10	7~8	5~6	4

$WC_2) \times WB_1 + (R_3 \times WC_3 + \dots + R_9 \times WC_9) \times WB_2 + (R_{10} \times WC_{10} + R_{11} \times WC_{11}) \times WB_3$, R_x 为表 7 中各个评分指标的等级及分值, WB_x 和 WC_x 为各个评分指标对应的权重值] 为各项指标分值与权重比例乘积之和, 按照公式计算最终评分值并排序, 综合加权评分结果见表 8。

不同方法干燥, 综合加权评分以 70HG 得分最高, 其次为 SG-50HG 和 50HG, 并且 85HG 得分最低。50HG~70HG 排列也较为靠前, 85HG、WB 和 75HG 因外观性状不佳, 内在成分含量偏低导致排

列靠后。按照经验传统干燥方式 SG 方式也应较佳, 但因遵义地区特殊的气候环境导致干燥耗时长, 效率低而致综合排列靠后。

4 讨论

中药材加工干燥是为了及时除去新鲜药材中的大量水分, 避免发霉、虫蛀及有效成分的分解与破坏, 保证药材质量, 利于储藏和运输。基于质量综合评价中药材干燥加工方式极其重要, 之前研究已在玄参^[20]、太子参^[21]、麦冬^[22]等中药材上都成功开展了研究。理想的干燥方法要求干燥时间短, 使干燥的温度不致破坏药材成分, 保证药材的色泽和气味, 同时要求所含的有效成分含量积累高。

适宜干燥方法的选择都有不同的侧重点。从加工时间上看, 快速干燥同时得到高产量的中药材成为市场需要的标准。SG 和 YG 以及 50ZG 所需时间大于 100 h, 加工时间过长, 考虑到经济效益、气候或者场地空间等因素, 不作为主要加工方式推广。折干率为中药材加工效率的重要指标, 药典中无规定, 对于同一批积雪草不同干燥方式下的折干率, 均值为 24.83%, 在实践生产中可作为加工干燥的重

表 8 综合加权评分结果

Table 8 Results of comprehensive weight score

干燥方法	评分	排名	干燥方法	评分	排名
70HG	8.67	1	SG	7.39	8
SG-50HG	8.08	2	50ZG	7.08	9
50HG	7.83	3	80HG	6.63	10
60HG	7.76	4	60ZG	6.57	11
YG	7.72	5	75HG	6.22	12
65HG	7.63	6	WG	6.13	13
55HG	7.61	7	85HG	5.43	14

要指标。药材干燥加工后的外观性状在市场流通中为主要评价质量因素。全草类药材加工干燥主要在短时间内迅速杀青去酶,保证药材质量品质,外观色泽以浅绿色为佳。80HG、85HG和WB方式,在从外观性状上看,干燥温度和方式加速物料内部的美拉德反应,导致颜色发生改变^[23],产生轻微的焦糊味。可能是由于在高温条件下,积雪草内的葡萄糖、果糖等单糖极易发生焦化所致。其他干燥方式的积雪草在色泽上呈现或深或浅的黄绿色,可能因积雪草中的叶绿素大量存在而显绿色,这与药典中积雪草项目下的饮片描述的浅黄色或灰黄色相违背,可能与药材长期储存为保证良好疗效有关,后期可考虑进行长期性储存评价研究。从有效成分含量上看,75HG样品中积雪草苷和羟基积雪草苷总含量相对于其他方式最低,但是积雪草酸和羟基积雪草酸含量最高,可能在该加工方式中苷类物质发生了转化,说明75℃时可能是热风干燥温度的控制节点。

根据综合加权评分分析结果显示,排序前列干燥方式以70HG得分最高,其次为SG-50HG和50HG,说明这几种干燥方式在基于质量综合评价积雪草干燥方法筛选研究上有明显优势。传统方式YG在内在成分和性状方面也有着较好的表现,经过长时间的验证保留的干燥方式仍有着自身的优点,但是周期长、所需空间大等缺点不适宜在工业上使用。真空干燥方式与其他干燥方式相比,能够很好地保存热敏性物质的损失,但干燥时间长,耗能和成本高不作为选择市场推广的干燥方式,但是在天然药物化学中研究积雪草微量有效成分提取分析时,为高效的保留积雪草的有效成分,可考虑从用50ZG对积雪草鲜品加工干燥。综上,为提升积雪草药材的干燥效率,保障其品质,建议产地积雪草干燥方法选择70HG。

参考文献

- [1] 中国药典[S].一部.2015.
- [2] 王毅.积雪草苷类化合物对神经系统药理作用研究进展[J].药物评价研究,2016,39(1):136-142.
- [3] 李洪忠,万敬员,张力,等.羟基积雪草苷对小鼠急性肝损伤的保护作用[J].中草药,2008,39(10):1483-1486.
- [4] 吴倩,江波.积雪草苷对人骨肉瘤Saos-2细胞凋亡的影响[J].现代药物与临床,2019,34(8):2262-2267.
- [5] 项佳媚,肖伟,许利嘉,等.积雪草的研究进展[J].中国现代中药,2016,18(2):233-238.
- [6] 王策.积雪草苷对大鼠心肌缺血再灌注损伤的保护作用研究[J].药物评价研究,2015,38(2):151-155.
- [7] Chandrika U G, Prasad Kumarab P A. Gotu Kola (*Centella asiatica*): Nutritional properties and plausible health benefit[J]. *Adv Food Nutr*, 2015, 76: 125-157.
- [8] 闫丹,江敏瑜,王云红,等.积雪草总苷脂质体的制备及体外透皮研究[J].中草药,2018,49(9):2041-2048.
- [9] 温伟红,崔龙生,湛彩艳,等.一种积雪草脂质体在化妆品中的应用[J].广东化工,2019,46(2):68-70.
- [10] 区鑑莲,方素萍,谭尚展.皮肤滚针导入积雪草霜软膏在早期增生性瘢痕中的应用[J].当代护士,2018,25(3):137-179.
- [11] 张微微.外伤瘢痕增生应用积雪草外敷并口服联合曲尼司特治疗的临床效果[J].世界最新医学信息文摘,2018,18(41):97-98.
- [12] Maria J P, Asier L, Cristina D, et al. Determination of abscisic acid and its glucosyl ester in embryogenic callus cultures of *Vitis vinifera* in relation to the maturation of somatic embryos using a new liquid chromatography-ELISA analysis method[J]. *J Plant Phys*, 2014, 171(10): 852-859.
- [13] 陈静怡,郭贤源,任翔,等.星点设计-效应面法优化积雪草苷脂质体囊的制备工艺[J].中草药,2018,49(3):569-574.
- [14] 黄潇,李敏,刘聪,等.不同加工方法对川产道地药材山茱萸质量的影响[J].中药与临床,2015,6(2):4-7.
- [15] 马小花,展学孔,林书兰,等.不同产地及来源砂仁的质量评价初步研究[J].中国民族民间医药,2017,26(23):42-44.
- [16] 曾建国,宋云飞,侯团章,等.HPLC法测定积雪草中三萜类化合物的含量[J].基层中药杂志,2000(6):7-8.
- [17] 陆强,李万红,胡世强.积雪草药材HPLC指纹图谱的研究[J].中药材,2011,34(1):46-50.
- [18] 陆敏敏.基于层次分析法的自主邀标评标表权重确定[J].科学技术创新,2019(19):27-29.
- [19] Saaty T L. How to make a decision: The analytic hierarchy process[J]. *Eur J Oper Res*, 1990, 48(1): 9-26.
- [20] 严宝飞,朱邵晴,李会伟,等.多指标综合评价优选玄参药材干燥工艺[J].中国中药杂志,2016,41(16):3002-3008.
- [21] 罗文敏,张家春,刘燕,等.多指标综合评价法优选黔产太子参最佳初加工方法[J].中药材,2018,41(6):1335-1342.
- [22] 吴发明,殷莉丽,蔡晓洋,等.基于化学组分特征评价不同干燥方法对麦冬品质的影响[J].中草药,2016,47(20):3702-3706.
- [23] 彭华,王新民,谢小群,等.乡土皇菊干燥烘制工艺研究[J].现代农业科技,2019(4):226-227.