

正交试验结合多指标综合加权评分法优化桑黄的微波蜜炙工艺

洪艺丹¹, 王巍¹, 张立强¹, 张一美¹, 李利华¹, 鞠成国^{1,2*}

1. 辽宁中医药大学 药学院, 辽宁 大连 116600

2. 国家中医药管理局中药炮制技术传承基地(辽宁), 辽宁 大连 116600

摘要: 目的 优化桑黄微波蜜炙工艺。方法 以麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸和外观性状为评价指标, 对影响因素蜜水比、蜜水与桑黄质量比、微波功率、微波时间进行考察, 采用正交试验结合多指标综合加权评分法优化桑黄微波蜜炙最佳工艺参数。结果 桑黄最佳微波蜜炙工艺为取桑黄生品(1 cm³ 方块状), 加适量辅料拌匀, 闷润 2 h 至辅料被吸尽, 于微波功率 300 W 下炮制 2 min, 取出, 置 50 °C 烘箱内 2 h, 取出, 晾凉, 每 100 kg 桑黄用炼蜜、水各 25 kg。结论 所得的桑黄微波蜜炙工艺合理、可行, 可为规范桑黄蜜炙成品质量及其工业化生产加工提供参考。

关键词: 桑黄; 微波蜜炙; 麦角甾醇; 原儿茶醛; 原儿茶酸; 外观性状; 正交试验; 多指标综合加权评分

中图分类号: R284.2

文献标志码: A

文章编号: 1674-5515(2024)06-1460-08

DOI: 10.7501/j.issn.1674-5515.2024.06.012

Optimization of microwave honey processing technology of *Phellinus igniarius* by orthogonal test combined with multi-index comprehensive weighted scoring method

HONG Yidan¹, WANG Wei¹, ZHANG Liqiang¹, ZHANG Yimei¹, LI Lihua¹, JU Chengguo^{1,2}

1. College of Pharmacy, Liaoning University of Traditional Chinese Medicine, Dalian 116600, China

2. Traditional Chinese Medicine Processing Technology Inheritance Base (Liaoning) of the State Administration of Traditional Chinese Medicine, Dalian 116600, China

Abstract: Objective To optimize the microwave honey processing technology of *P. igniarius*. **Methods** With contents of ergosterol, protocatechuic aldehyde, and protocatechuic acid, and appearance traits as evaluation indexes, the factors, such as honey-water ratio, the mass ratio of honey-water to *P. igniarius*, microwave power, and microwave time were investigated, and the optimum technological parameters of microwave honey processing technology of *P. igniarius* by orthogonal test combined with multi-index comprehensive weighted scoring method were studied. **Results** The best microwave honey processing technology of *P. igniarius* was following: took raw *P. igniarius* (1 cm³ square block), added appropriate amount of auxiliary materials, mixed well, moistened for 2 h until the auxiliary materials were completely absorbed, processed at microwave power of 300 W for 2 min, took it out, put it in an oven at 50 °C for 2 h, took it out, and cooled it. For every 100 kg of *P. igniarius*, 25 kg refined honey and 25 kg water were used. **Conclusion** The optimized microwave honey processing technology of *P. igniarius* is stable and feasible, which can provide reference for standardizing the quality of *P. igniarius* honey processing products and their industrial production and processing.

Key words: *Phellinus igniarius*; microwave honey processing; ergosterol; protocatechuic aldehyde; protocatechuic acid; appearance trait; orthogonal test; multi-index comprehensive weighted score

桑黄又称桑耳、桑臣、树鸡、胡孙眼, 是一种名贵的药用真菌, 始载于《神农本草经》, 从秦汉时期到清代的多部本草著作中都有记载, 如《本草经集注》《新修本草》《本草蒙筌》《本草纲目》等, 其

名称从“桑耳”逐步演变为“桑黄”, 且炮制方法记载有“熬令黑”“烧存性”“切碎, 酒煎”等^[1]。近年来, 桑黄作为一种珍稀菌种被广泛关注, 其药用价值极高, 但有效成分含量微小。目前桑黄的相

收稿日期: 2024-03-11

基金项目: 国家中医药管理局中药炮制技术传承创新项目(GZY-KJS-2022-049)

作者简介: 洪艺丹(1998—), 女, 硕士研究生, 研究方向为中药炮制工艺和原理。E-mail: 1349014530@qq.com

*通信作者: 鞠成国(1979—), 男, 教授, 博导, 博士后合作导师, 博士, 从事中药炮制工艺和原理研究。E-mail: jcg7092357@163.com

关研究主要集中于桑黄生品及其有效成分提取工艺的优化。《神农本草经》^[2]中记载：“桑耳，黑者，主女子漏下赤白汁，血病癥瘕积聚，阴痛，阴阳寒热无子。五木耳，名樛，益气不饥，轻身强志。”一方面说明桑黄对肿瘤有较好的疗效，另一方面表明桑黄具有增强免疫力的功效。《圣济总录》中记载有“桑黄，蜜炙熟”这一炮制方法，并且在《本草蒙筌》中提到“蜜制甘缓难化，增益元阳”这一炮制理论^[3]。本研究利用炮制“减毒增效”的作用，通过一定的炮制方法，使桑黄中有效成分的量发生改变，从而提高疗效。本研究结合桑黄的药理作用、蜜炙的功效，采用辅料蜜对桑黄进行炮制，以期达到协同增效的目的。

本课题组前期优化了桑黄的传统蜜炙工艺，即取桑黄生品中加入一定比例的蜜水闷润 2 h 后，于锅中文火炒干，但在炮制过程中发现此炮制工艺对炒制温度的要求极严格，且传统炒制过程普遍存在锅温难以控制、饮片表面易产生焦斑、成品色泽不均匀等问题。微波炮制作为一种新型炮制方法，具有能量集中、穿透力强、工艺参数可控、高效、便捷、卫生等优点^[4-5]，故本研究对桑黄微波蜜炙工艺参数进行优化。麦角甾醇作为真菌中特有的活性物质，是衡量真菌生物量的重要指标，且具有较好的抗肿瘤、抗氧化作用^[6]；原儿茶醛是桑黄发挥抗肿瘤活性的主要单体酚，具有抑制癌细胞增殖的作用，原儿茶酸同为桑黄的另一种单体酚，通过诱导癌细胞凋亡从而达到抗感染的作用^[7]。另外，外观性状是评价炮制品火候、质量的重要因素之一，对鉴别中药饮片的优劣起到一定的作用；在外观性状主观评定的基础上，采用色差仪的 Lab 颜色测定功能将外观颜色量化为具体数值，弥补肉眼难以准确区分饮片颜色的不足，有利于对炮制工艺参数、饮片质量进行进一步把控。基于此，本研究采用高效液相色谱法测定麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸，以 3 个指标成分的含量和外观性状为评价指标，采用 L₉(3⁴) 正交设计结合多指标综合加权评分法对桑黄微波蜜炙工艺进行优选，为后期研究提供科学依据。

1 仪器与材料

Waters e2695 型 HPLC 仪（美国 Waters 公司），S7G88C 型微波炉（苏州三星电子有限公司），CR8 便携式色差仪（深圳市三恩时科技有限公司），KQ-250E 型医用超声波清洗器（江苏昆山市超声仪器有限公司），HZ-A6002 型电子天平（瑞安市金讯贸易

有限公司），FA1004B 型电子天平（上海精密科学仪器有限公司），DFT-200 型高速万能粉碎机（浙江温岭市林大机械有限公司），Milli-Q 净水仪（法国 Milipore 公司）。

桑黄药材购自云南省西双版纳，批号 20230601，经辽宁中医药大学药学院张慧教授鉴定为桑黄 *Phellinus igniarius* (L. ex Fr.) Quel. [Fomes *igniarius* L. ex Fr.]。麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸对照品均购自大连美仑生物技术有限公司，质量分数均大于 98%，批号分别为 S0920CS、J1025AS、J1001AS；蜂蜜购自北京百花蜂业科技发展有限公司，批号 20230511；甲醇、乙腈、乙酸均为色谱纯，其余试剂均为分析纯，水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 桑黄蜜炙品的制备

2.1.1 炼蜜 取蜂蜜适量，于 1 000 W 下炼制 10 min 后沸腾，沸腾后下调功率至 500 W 继续炼制 5 min，可见其色泽较黄，手捻有黏性，两指间无白丝，立即停止加热，除去杂质，即得。得此炼蜜为中蜜。

2.1.2 桑黄生品 桑黄药材呈不规则块状，故炮制前需将其规格进行统一。在对桑黄进行润软切制时发现，切制规格越小，产生的碎屑越多，药材损失量大，且在炮制过程中易出现焦屑；切制规格过大又会造成后续试验中辅料无法闷润至透心、炮制不完全等问题。因此将桑黄切制规格定为 1 cm³。将桑黄药材除去杂质，加水润软，切制成 1 cm³ 方块状，置 50 °C 烘箱内烘干，备用。

2.1.3 桑黄传统蜜炙品 取桑黄生品（1 cm³ 方块状），加适量辅料拌匀，闷润 2 h 至辅料被吸尽，置炒制容器内，在炒制温度 130~140 °C 下炒制 5 min，取出，置 50 °C 烘箱内 2 h，取出，晾凉。其中每 100 kg 桑黄用炼蜜、水各 25 kg。

2.1.4 桑黄微波蜜炙品 取炼蜜适量，按照不同蜜水比稀释炼蜜，取桑黄生品 20 g，加入稀释好的炼蜜，拌匀，闷润至透心，置微波炉内于不同功率、不同时间下炮制，取出，置 50 °C 烘箱内 2 h，取出，晾凉，即得。

2.2 HPLC 法测定麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取麦角甾醇对照品适量，置 50 mL 量瓶内，加无水乙醇至刻度，摇匀，即得 24.0 μg/mL 麦角甾醇对照品溶液。精密称取原儿茶醛、原儿茶酸对照品适量，置 50 mL 量瓶内，加 50% 甲醇至刻度，摇匀，即得 24.9 μg/mL

原儿茶醛、25.0 μg/mL 原儿茶酸的单一对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备 精密称取桑黄微波蜜炙品粉末（过三号筛）0.5 g，加入甲醇 25 mL，称定质量，加热回流提取 30 min，取出，放冷，用甲醇补足损失的质量，摇匀，滤过，取续滤液，经 0.22 μm 微孔滤膜滤过，即得桑黄微波蜜炙品 1（用于测定麦角甾醇）。精密称取桑黄微波蜜炙品粉末 1.0 g，加入 60%乙醇 25 mL，称定质量，于 50 °C 下超声 30 min，取出，放冷，用 60%乙醇补足损失的质量，4 000 r/min 离心 5 min，取上清液，经 0.22 μm 微孔滤膜滤过，即得桑黄微波蜜炙品 2（用于测定原儿茶醛、原儿茶酸）^[8]。

2.2.3 色谱条件 Diamonsil Plus C₁₈-A 色谱柱（250 mm×4.6 mm，5 μm）；流动相为甲醇；检测波长为 281 nm；体积流量 1.0 mL/min；柱温 30 °C；进样量

10 μL（用于测定麦角甾醇）。Diamonsil Plus C₁₈-A 色谱柱（250 mm×4.6 mm，5 μm）；流动相为乙腈（A）-0.3%乙酸（B），梯度洗脱（0~5 min，2.5%→10% A；5~9 min，10%→15% A；9~10 min，15%→16% A；10~12 min，16%→18% A；12~17 min，18%→19% A；17~20 min，19%→100% A）；检测波长分别为 280 nm（原儿茶醛）、256 nm（原儿茶酸）；体积流量 0.8 mL/min；柱温 30 °C；进样量 20 μL（用于测定原儿茶醛、原儿茶酸）。色谱图见图 1。

2.2.4 线性关系考察 将麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸单一对照品按照逐级稀释的方法稀释成不同质量浓度的对照品溶液，进样测定。以峰面积为纵坐标，以进样量为横坐标，进行回归分析，结果见表 1。

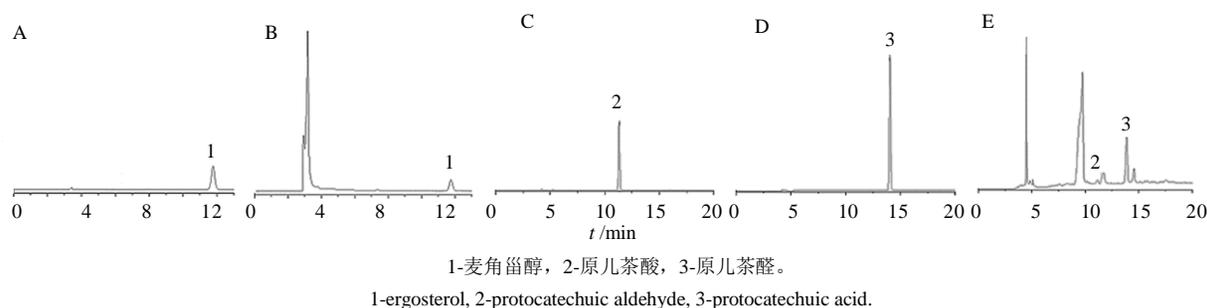


图 1 麦角甾醇对照品 (A)、桑黄微波蜜炙品 1 (B)、原儿茶醛对照品 (C)、原儿茶酸对照品 (D) 和桑黄微波蜜炙品 2 (E) 的 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC chromatogram of ergosterol reference substance (A), *Phellinus igniarius* microwave honey processed product 1 (B), protocatechuic acid aldehyde reference substance (C), protocatechuic acid reference substance (D), and *P. igniarius* microwave honey processed product 2 (E)

表 1 各成分线性关系

Table 1 Linear regression of each components

成分	回归方程	r	线性范围/μg
麦角甾醇	$Y=2 \times 10^6 X - 676.07$	0.999 8	0.24~2.40
原儿茶醛	$Y=7 \times 10^6 X + 3\ 418.90$	0.999 8	0.49~4.90
原儿茶酸	$Y=2 \times 10^6 X - 4\ 378.00$	0.999 7	0.50~5.00

2.2.5 精密度试验 精密吸取各对照品溶液，连续进样 6 次，计算得麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸峰面积的 RSD 值分别为 0.69%、0.40%、0.05%。

2.2.6 稳定性试验 精密吸取同一桑黄微波蜜炙品供试品溶液，于 0、2、4、8、12、24 h 进样，计算得麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸的峰面积 RSD 值分别为 0.55%、1.07%、1.12%，表明供试品溶液在室温放置 24 h 内稳定性良好。

2.2.7 重复性试验 取 6 份桑黄微波蜜炙品粉末，制备供试品溶液，进样测定，计算得麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸的质量分数的 RSD 值分别 0.81%、1.20%、1.41%。

2.2.8 回收率试验 精密称定已知含量的桑黄微波蜜炙品粉末，分别称取粉末 0.25 g（用于测定麦角甾醇）、0.50 g（用于测定原儿茶醛、原儿茶酸），各 6 份，按照样品中麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶

酸量 1:1 加入对照品, 制备供试品溶液, 进行测定, 计算各成分回收率。结果麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸的加样回收率分别为 96.71%、97.82%、97.64%, RSD 值分别为 1.09%、1.14%、1.31%。

2.2.9 样品测定 取桑黄传统蜜炙品、微波蜜炙品粉末适量, 制备供试品溶液, 进样测定, 记录峰面积, 并按标准曲线法计算麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸的质量分数。每份样品平行操作 3 次。

2.3 炮制工艺优化

2.3.1 外观性状评分标准 为更加全面地反映桑黄微波蜜炙工艺各个因素对其质量的影响, 本研究对桑黄微波蜜炙品外观性状进行评价。在桑黄微波蜜炙品颜色上, 难以通过肉眼准确地判定各因素下炮制品的差异, 因此采用色差仪对炮制品粉末色度值进行客观分析。Lab 模式是一个理论上包括了人眼可见的所有色彩的色彩模式, L^* 表示明暗度值, 数值越小, 颜色越暗; a^* 表示红绿色度值, b^* 表示黄蓝色度值^[9]。本研究在 Lab 评分过程中发现, 不同炮制因素下, a^* 、 b^* 数值的变化程度不大, 而 L^* 值能较好地反映炮制情况, 可以对外观性状中焦斑程度做进一步辅助说明。经参考相关文献报道^[10-11] 最终确定外观性状的评分标准, 见表 2。

2.3.2 多指标综合加权评分法 麦角甾醇是《安徽省中药饮片炮制规范(2019 年版)》^[12] 中桑黄质量控制的唯一单体指标; 原儿茶醛、原儿茶酸为桑黄发挥抗肿瘤作用的重要单体酚类成分^[7]; 外观性状

表 2 外观性状评分标准

项目	外观性状评分		
	20 分	10 分	5 分
焦斑情况	无焦斑	偶见焦斑	大量焦斑
闷润情况	闷润透心	闷润较透	闷润未透
气味情况	蜜香味浓	蜜香味淡	无蜜香味
黏度情况	不黏手	略黏手	黏手

是把控桑黄微波蜜炙品炮制火候的重要因素, 故将以上 4 个指标作为评价桑黄微波蜜炙工艺的关键指标范畴。根据层次分析法的原理, 利用 yaahp v10.3 应用软件, 将 4 个指标分为 4 个层次, 建立桑黄微波蜜炙工艺评价层次结构模型, 以含量多少、药理作用强弱为标准。麦角甾醇含量最高, 为桑黄质量检测的规定指标, 故层级占比最大; 原儿茶醛含量仅次于麦角甾醇, 药理作用指向性较强; 原儿茶酸含量最低, 药理作用与原儿茶醛相比较弱, 故层级占比最小。考虑炮制品外观性状的重要性, 炮制过火会直接导致药理作用发生改变。最终顺序麦角甾醇 > 外观性状 > 原儿茶醛 > 原儿茶酸, 根据 yaahp v10.3 应用软件中两两比较重要性的相对评分规则建立判断矩阵, 判断矩阵一致性比率 (CR) < 0.1, 表明判断矩阵一致性较好, 计算得到的权重系数合理有效、无逻辑混乱, 结果见表 3。 $\lambda_{\max} = 4.0162$; 一致性比例 = 0.0061 < 0.1, 符合一致性检验。

表 3 工艺指标的准则层判断矩阵

Table 3 Criterion layer judgment matrix of process indicators

工艺指标	麦角甾醇	原儿茶醛	原儿茶酸	外观性状	权重 (W_i)
麦角甾醇	1.000 0	2.000 0	4.000 0	2.000 0	0.451 1
原儿茶醛	0.500 0	1.000 0	1.333 3	0.900 0	0.198 8
原儿茶酸	0.250 0	0.750 0	1.000 0	0.666 7	0.134 8
外观性状	0.500 0	1.111 1	1.500 0	1.000 0	0.215 3

根据结果, 分别给予麦角甾醇 0.451 1、原儿茶醛 0.198 8、原儿茶酸 0.134 8、外观性状 0.215 3 的权重系数, 并按公式计算综合评分 (OD) 值, 综合评分越高表示桑黄微波蜜炙品质量越好。

$$OD = (0.451 1 X/X_{\max} + 0.198 8 Y/Y_{\max} + 0.134 8 W/W_{\max} + 0.215 3 Z/Z_{\max}) \times 100$$

其中 X、Y、W、Z 分别表示麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸的含量和外观性状得分, X_{\max} 、 Y_{\max} 、 W_{\max} 分别表示上

述指标的最大值, Z_{\max} 表示外观性状得分的最高值。

2.3.3 单因素考察 经参考多项文献报道的相关研究^[13-14], 最终确定以蜜水比、蜜水与桑黄质量比、微波功率、微波时间为单因素进行考察; 各因素水平在参考文献报道的基础上, 根据桑黄药材质地、预试验结果进行设定。

(1) 蜜水比: 取桑黄生品 5 份, 每份 20 g, 在闷润时间 2 h、蜜水与桑黄质量比 10:20、微波功

率 300 W、微波时间 5 min 的条件下，考察不同蜜水比对桑黄微波蜜炙品中 3 个指标成分和外观性状的影响，结果见表 4。当蜜水比为 1：1 时 OD 值最高，故选择蜜水比 2：3~3：2 进行正交试验设计。

表 4 不同蜜水比 OD 值的影响

Table 4 Effect of different honey-water ratio on OD value

蜜水比/(g g ⁻¹)	麦角甾醇/(mg g ⁻¹)	原儿茶醛/(mg g ⁻¹)	原儿茶酸/(mg g ⁻¹)	外观性状评分	OD 值
1：2	0.480	0.271	0.132	67	86.30
2：3	0.486	0.278	0.149	70	89.62
1：1	0.564	0.318	0.138	72	97.88
3：2	0.542	0.327	0.121	74	95.71
2：1	0.533	0.274	0.118	70	90.33

(2) 蜜水与桑黄质量比：取桑黄生品 5 份，每份 20 g，在闷润时间 2 h、蜜水比为 1：1、微波功率 300 W、微波时间 5 min 的条件下，考察蜜水与桑黄质量比 5：20、10：20、15：20、20：20、25：20 对桑黄微波蜜炙品中 3 个指标成分和外观性状的影响，结果见表 5。当蜜水与桑黄质量比为 10：20 时 OD 值最高，故选择蜜水与桑黄质量比 5：20~15：20 进行正交试验设计。

表 5 不同蜜水与桑黄的质量比对 OD 值的影响

Table 5 Effect of mass ratio of different honey water to *Phellinus igniarius* on OD value

蜜水与桑黄质量比/(g g ⁻¹)	麦角甾醇/(mg g ⁻¹)	原儿茶醛/(mg g ⁻¹)	原儿茶酸/(mg g ⁻¹)	外观性状评分	OD 值
5：20	0.468	0.342	0.106	60	85.79
10：20	0.553	0.315	0.139	71	97.58
15：20	0.462	0.272	0.146	72	88.46
20：20	0.402	0.269	0.117	62	77.78
25：20	0.404	0.245	0.109	55	73.73

(3) 微波功率：取桑黄生品 5 份，每份 20 g，在闷润时间 2 h、蜜水比为 1：1、蜜水与桑黄质量比为 10：20、微波时间 5 min 的条件下，考察不同微波功率对 3 个指标成分和外观性状的影响，结果见表 6。当微波功率为 450 W 时 OD 值最高，故选择微波功率 300~600 W 进行正交试验设计。

表 6 不同微波功率对 OD 值的影响

Table 6 Effect of different microwave power on OD Value

微波功率/W	麦角甾醇/(mg g ⁻¹)	原儿茶醛/(mg g ⁻¹)	原儿茶酸/(mg g ⁻¹)	外观性状评分	OD 值
100	0.517	0.294	0.129	65	80.72
180	0.535	0.305	0.130	66	82.92
300	0.541	0.349	0.137	72	87.72
450	0.616	0.375	0.162	67	94.87
600	0.502	0.439	0.171	55	86.60

(4) 微波时间：取桑黄生品 5 份，每份 20 g，在闷润时间 2 h、蜜水比为 1：1、蜜水与桑黄质量比为 10：20、微波功率为 450 W 的条件下，考察微波时间分别设定为 2、3、4、5、6 min 时对桑黄微波蜜炙品中 3 个指标成分麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸和外观性状的影响，结果见表 7。当炒制时间为 3 min 时 OD 值最高，故选择微波时间 2~4 min 进行正交试验设计。

表 7 不同微波时间对 OD 值的影响

Table 7 Effect of different microwave time on OD value

微波时间/min	麦角甾醇/(mg g ⁻¹)	原儿茶醛/(mg g ⁻¹)	原儿茶酸/(mg g ⁻¹)	外观性状评分	OD 值
2	0.566	0.296	0.131	68	82.44
3	0.658	0.360	0.146	71	93.67
4	0.601	0.372	0.157	70	90.90
5	0.569	0.379	0.168	66	88.64
6	0.502	0.450	0.176	40	79.93

2.3.4 正交试验设计和结果分析 在单因素试验的基础上,以蜜水比(A)、蜜水与桑黄质量比(B)、微波功率(C)和微波时间(D)为考察因素,使用 L₉(3⁴)正交表设计试验,因素与水平见表 8,以桑黄微波蜜炙品中 3 个指标成分和外观性状的综合 OD 值为评价指标,最终确定桑黄最佳微波蜜炙工艺。

分别取同一批次桑黄生品各 20 g,按表 9 中试验设计进行炮制,测定麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸的含量,并对外观性状进行评价。试验设计方

案与结果见表 9,方差分析结果见表 10。

表 8 因素与水平

Table 8 Factors and levels

水平	因素			
	A/(g g ⁻¹)	B/(g g ⁻¹)	C/W	D/min
1	2 : 3	5 : 20	300	2
2	1 : 1	10 : 20	450	3
3	3 : 2	15 : 20	600	4

表 9 试验设计和结果

Table 9 Test design and results

编号	A	B	C	D	麦角甾醇/(mg g ⁻¹)	原儿茶醛/(mg g ⁻¹)	原儿茶酸/(mg g ⁻¹)	外观性状评分	OD 值
1	1	1	1	1	0.562	0.273	0.104	65	75.58
2	1	2	2	2	0.445	0.346	0.091	70	71.38
3	1	3	3	3	0.503	0.354	0.108	57	72.71
4	2	1	2	3	0.575	0.365	0.099	69	81.05
5	2	2	3	1	0.653	0.364	0.161	62	88.28
6	2	3	1	2	0.681	0.338	0.104	64	85.80
7	3	1	3	2	0.410	0.488	0.194	62	79.59
8	3	2	1	3	0.611	0.287	0.119	65	80.38
9	3	3	2	1	0.620	0.302	0.114	64	80.99
K ₁	73.223	78.740	80.587	81.617					
K ₂	85.043	80.013	77.807	78.923					
K ₃	80.320	79.833	80.193	78.047					
R	11.820	1.273	2.780	3.570					

表 10 方差分析

Table 10 Analysis of variance

来源	偏差平方和	自由度	F 值	P 值
蜜水比	212.385	2	74.547	<0.05
蜜水与桑黄质量比(误差)	2.849	2	1.000	
微波功率	13.579	2	4.766	>0.05
微波时间	20.767	2	7.289	>0.05

由表 9 可知, 各因素对 3 个指标成分和外观性状影响的大小顺序均为 A>D>C>B, 最优组合为 A₂B₂C₁D₁。由表 10 可知, 因素 A 对综合评分有显著影响 ($P<0.05$), 因素 B、C、D 无显著影响, 最终确定最优工艺为 A₂B₂C₁D₁, 即取桑黄生品 (1 cm³ 方块状), 加适量辅料拌匀, 闷润 2 h 至辅料被吸尽, 于微波功率 300 W 下炮制 2 min, 取出, 置 50 °C 烤箱内 2 h, 取出, 晾凉, 每 100 kg 桑黄用炼蜜、水各 25 kg。

2.3.5 验证试验 按最佳微波蜜炙工艺进行 3 次验证试验, 得到桑黄微波蜜炙品, 测定 3 个指标成分麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸和外观性状, 计算综合 OD 值。结果麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸

的平均质量分数分别为 0.743、0.564、0.159 mg/g, 平均外观性状得分为 71, OD 值的 RSD 为 0.69%, 表明该方法稳定可靠, 合理可行。

2.4. 微波蜜炙品与传统蜜炙品比较

2.4.1 外观性状比较 桑黄传统蜜炙品的表面黄褐色, 偶见焦斑, 易产生焦屑, 蜜香味较淡; 桑黄微波蜜炙品的表面深黄色, 无焦斑、无焦屑, 蜜香味适中。

2.4.2 成分比较 取同一批桑黄生品, 进行蜜炙, 得到蜜炙品, 测定麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸的质量分数, 平行操作 3 次取平均值, 结果见表 11。与桑黄传统蜜炙品相比, 桑黄微波蜜炙品中麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸的质量分数较高。

表 11 桑黄蜜炙品中麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸的测定结果

Table 11 Determination of ergosterol, protocatechuic aldehyde and protocatechuic acid in *P. ignarius* honey processed products

样品	麦角甾醇		原儿茶醛		原儿茶酸	
	质量分数/(mg g ⁻¹)	RSD/%	质量分数/(mg g ⁻¹)	RSD/%	质量分数/(mg g ⁻¹)	RSD/%
微波蜜炙品	0.743	1.05	0.564	1.24	0.159	1.26
传统蜜炙品	0.632	1.54	0.523	1.36	0.118	1.29

3 讨论

本课题组前期优化了桑黄的传统蜜炙工艺参数, 但在实验过程中发现, 传统火制对锅温控制十分严格, 其炒制温度对整个工艺具有极显著影响, 容易因翻炒不及时、锅温过高等问题影响桑黄蜜炙品的质量。为此, 本研究采用微波炮制代替传统火制, 优化桑黄微波蜜炙工艺参数。在考察桑黄微波蜜炙工艺的各个单因素试验中发现, 桑黄微波蜜炙品中麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸和外观性状主要受蜜水比、蜜水与桑黄质量比、微波功率、微波时间的影响, 故采用正交试验对 4 个因素进行炮制工艺参数的优化。由于液体辅料要闷润至透心, 当微波功率较低、微波时间较短时炮制品的内部水分较大, 后期贮存容易霉变, 而功率过高、时间过长则饮片表面易产生焦斑, 因此在蜜炙后进行了烘干处理^[15], 且烘干能更好地达到干燥效果, 并且时间可控, 不受环境中温度、湿度等因素的影响。

桑黄中化学成分复杂, 在蜜炙的过程中, 其内在质量、外观性状均发生了不同程度的变化。影响药物变化的主要因素分别为加热和辅料蜜; 桑黄蜜炙后麦角甾醇、原儿茶醛的增加考虑存在辅料蜜中的葡萄糖、果糖等成分与桑黄中的化学成分相结合

或参与了化学成分转化的原因; 原儿茶酸的增加推测可能与炮制加热过程中糖苷键的断裂有关; 药物加热处理后, 能够更充分地提取所含的化学成分, 并且炼蜜具有增加药物溶解度的作用, 推测影响了桑黄炮制前后部分化学成分的含量; 在微波炮制时, 其穿透力较强, 使药材在加热过程中能更好地吸收能量, 分子间互相摩擦而生热, 微波形成高内部压力, 进而产生一定的膨化破壁作用, 有利于有效成分的溶出^[16], 可能影响了桑黄微波蜜炙品中指标成分的含量。

将桑黄微波蜜炙品与桑黄传统蜜炙品进行比较, 结果显示, 桑黄微波蜜炙品中麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸的量均较高; 在外观性状方面, 桑黄微波蜜炙品较传统炮蜜炙品表面颜色更均匀, 且未产生焦斑、焦屑, 从而减少了一定的损耗, 进一步说明了桑黄微波蜜炙工艺的可行性。

综上所述, 本实验优化所得的桑黄微波蜜炙工艺合理、可行, 可为规范桑黄蜜炙成品质量及其工业化生产加工提供参考。

利益冲突 所有作者均声明不存在利益冲突

参考文献

[1] 包海鹰, 杨烁, 李庆杰, 等. “桑黄”的本草补充考证 [J].

- 菌物研究, 2017, 15(4): 264-270.
- [2] 栾英杰, 侯万升. 神农本草经合注 [M]. 北京: 人民军医出版社, 2010: 218-219.
- [3] 陈嘉谟. 本草蒙筌 [M]. 北京: 中医古籍出版社, 2009.
- [4] 王斌, 梁伟龙, 林钦贤, 等. 酒制延胡索微波炮制工艺的优化研究 [J]. 中国药房, 2020, 31(20): 2503-2507.
- [5] 李越峰, 牛江涛, 曹瑞, 等. 正交试验法优选红芪的最佳微波炮制工艺 [J]. 中国医院药学杂志, 2017, 37(15): 1475-1478.
- [6] 李小欢, 谢远娇, 王欢, 等. 不同栽培基质桑黄化学成分及抗氧化活性比较 [J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(23): 9183-9188.
- [7] 李有贵, 钟石, 计东风. 野生与人工栽培桑黄子实体中的粗多糖和粗酚含量及药用活性比较 [J]. 蚕业科学, 2016, 42(5): 883-891.
- [8] 冯子旺, 俞力超, 李峰, 等. 正交试验优选桑黄多酚超声提取工艺 [J]. 中国药房, 2012, 23(3): 221-222.
- [9] 王杨, 甄臻, 隆毅, 等. 基于颜色变化的酒白芍质量标准及炮制工艺研究 [J]. 中药材, 2020, 43(9): 2141-2145.
- [10] 王文凯, 张晓婷, 张正, 等. 多指标正交设计优选建昌帮炮制辅料蜜炙谷糠的制备工艺 [J]. 中草药, 2016, 47(14): 2460-2464.
- [11] 任天航, 聂紫璇, 廉婧, 等. 层次分析法结合 Box-Behnken 响应面法优化炙黄芪炒制工艺 [J]. 中华中医药学刊, 2023, 41(7): 208-213.
- [12] 安徽省药品监督管理局. 安徽省中药饮片炮制规范 (2019 年版) [M]. 合肥: 安徽科学技术出版社, 2019.
- [13] 李媛媛, 王巍, 鞠成国, 等. 酒仙茅的微波炮制工艺建立及与传统炮制法的比较 [J]. 中国药房, 2021, 32(18): 2223-2229.
- [14] 王仁广, 隋欣彤, 汪艳群, 等. 白屈菜蜜炙工艺的优化 [J]. 中国药房, 2021, 32(12): 1473-1479.
- [15] 张志国, 杨磊, 周宜, 等. 中药“蜜炙透心”的传统操作与注意事项 [J]. 中国医院药学杂志, 2019, 39(17): 1812-1818.
- [16] 陈露梦, 贺亚男, 王芳, 等. 中药微波炮制技术的研究进展 [J]. 中国中药杂志, 2020, 45(9): 2073-2081.

[责任编辑 解学星]