

多指标综合评价玉竹蜜蒸炮制工艺研究

王冬梅¹, 吕振江¹, 王永红², 刘丹¹

1. 西北农林科技大学林学院, 陕西 杨凌 712100

2. 上海睿智化学研究有限公司, 上海 201203

摘要: 目的 优选玉竹蜜蒸炮制工艺。方法 兼顾多糖、皂苷、黄酮、醇提物、水提物和水分各指标的量及抗氧化活性, 研究蜜润时间、料液比(炼蜜-玉竹)、蜜蒸时间、蜜蒸温度对各指标的影响, 采用多指标综合评分法, 利用正交试验优化玉竹的蜜蒸炮制条件。结果 在蜜润时间为2 h, 料液比(炼蜜-玉竹)为1:4, 蜜蒸时间1 h, 蜜蒸温度70 ℃条件下, 综合得分为84.07, 与未炮制玉竹相比, 多糖、皂苷、醇提物、水提物的量分别提高了32.02%、206.95%、55.60%、48.78%, 水分和黄酮的量稍有下降。结论 该方法有效提高了玉竹各指标的提取率, 提高了玉竹的利用价值。

关键词: 玉竹; 蜜蒸工艺; 多指标综合评分法; 抗氧化活性; 正交试验

中图分类号: R283.1 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2012)10-1934-05

Honey-steam processing technology of *Polygonatum odoratum* by multi-index comprehensive evaluation

WANG Dong-mei¹, LV Zhen-jiang¹, WANG Yong-hong², LIU Dan¹

1. College of Forestry, Northwest Sci-Tech University of Agriculture and Forestry, Yangling 712100, China

2. Shanghai Chempartner Co., Ltd., Shanghai 201203, China

Abstract: Objective To optimize the honey-steam processing technology of *Polygonatum odoratum*. **Methods** The content and anti-oxidant activity of polysaccharides, saponins, flavonoids, ethanol extracts, water soluble substance, and water were taken into consideration. The effects of honey-moistening time, solid-liquid ratio, honey-steam time, and honey-steam temperature on each index were studied. The best extraction condition was optimized using the orthogonal test coupled with the multi-index comprehensive evaluation. **Results** The results showed that the comprehensive score was 84.07 under the optimal condition, 2 h for honey-moistening, honey-*P. odoratum* was 1:4, and honey-steam temperature was 70 ℃ for 1 h. The contents of polysaccharides, saponins, ethanol extract, and water soluble substance were raised by 32.02%, 206.95%, 55.60%, and 48.78%, respectively, compared with those of unprocessed *P. odoratum*. The contents of flavonoids and water decreased slightly. **Conclusion** This method could be used to raise the comprehensive score of all indexes and the utility value of *P. odoratum*.

Key words: *Polygonatum odoratum* (Mill.) Druce; honey-steam technology; multi-index comprehensive evaluation; anti-oxidant activity; orthogonal test

玉竹 *Polygonatum odoratum* (Mill.) Druce 为百合科黄精属多年生草本植物。玉竹含有多糖、皂苷、黄酮、挥发油等多种化学成分^[1]。其干燥根茎可入药, 性甘、微寒, 归肺、胃经, 具有养阴润肺、生津止渴等功能^[2]。药理实验研究表明, 玉竹提取物具有抑制肿瘤生长、提高机体的免疫功能、治疗和缓解糖尿病症状的作用, 同时具有扩张血管、抗急性心肌缺血、降血压、抗衰老、抗菌等作用^[3]。

玉竹为传统中药, 临床需炮制后方可入药。药

材经炮制后可以增强药效、扩大治疗范围、缓和药性、降低毒性起到解毒的作用, 同时可以提高苷元的溶解度, 促进吸收, 还可以防止药材有效成分的氧化, 从而提高药效, 保证药材的质量^[4-5]。

目前, 国内外对玉竹的研究主要集中在化学成分、药理作用、临床疗效等方面, 而对玉竹的炮制方法、炮制工艺及饮片的质量控制鲜有研究^[6-11]。虽然陈胜璜等^[12]研究结果表明, 在清蒸、蜜蒸、酒蒸、清炒、蜜炒等几种玉竹炮制方法中, 蜜蒸的效果最

收稿日期: 2012-03-07

基金项目: 陕西省科技攻关项目(2009K19-06); 国家林业公益性行业科研专项(200904004)

作者简介: 王冬梅, 女, 博士, 副教授, 硕士生导师, 主要研究方向为天然产物化学和药用植物开发利用。E-mail: dmwli@163.com

网络出版时间: 2012-09-07 网络出版地址: <http://www.cnki.net/kcms/detail/12.1108.R.20120907.1021.006.html>

佳，但却未对玉竹蜜蒸工艺进行进一步的深入研究。本研究综合考虑多糖、皂苷、黄酮、醇提物、水提物和水分各指标的量及其抗氧化活性，采用多指标综合评分法，利用正交试验优化玉竹的蜜蒸炮制工艺，以期为改善玉竹炮制品的质量，提升玉竹在药用或保健等方面的价值提供理论依据。

1 仪器与材料

TU1810型紫外可见分光光度计（北京普析通用仪器有限责任公司）；JA5003型分析天平（上海舜宇恒平科学仪器有限公司）；R—GG17型旋转蒸发仪（上海申生科技有限公司）；HHSY2—N18型电热恒温水浴锅（哈尔滨东联公司）；SHB—III型循环水式多用真空泵（郑州长城科工贸有限公司）；101—1型电热恒温鼓风干燥箱（北京科伟永兴仪器有限公司）。

无水葡萄糖（广东光华化学厂有限公司，批号20100508），芦丁（批号080-9303）、薯蓣皂苷元（批号100001-200504）中国药品生物制品检定所。苯酚、浓硫酸、高氯酸、甲醇、无水乙醇、亚硝酸钠、氢氧化钠、三氯化铝均为分析纯。

玉竹 *Polygonatum odoratum* (Mill.) Druce 根茎于2010年9月采自秦岭太白山厚畛子，样品由西北农林科技大学林学院李登武教授鉴定为正品，切成薄片，自然干燥后备用。

2 方法与结果

2.1 多糖的测定^[13]

2.1.1 线性关系考察 精密称取60 mg无水葡萄糖，用蒸馏水溶解定容至100 mL，精密吸取1.0、1.5、2.0、2.5、3.0、3.5、4.0、4.5、5.0 mL上述溶液定容至50 mL。分别吸取2.0 mL置试管中，加入5%苯酚1.0 mL、浓硫酸7.0 mL，摇匀，静置5 min，沸水浴加热15 min，置冰水浴5 min。另吸取2.0 mL蒸馏水重复上述操作，做空白对照。在波长490 nm处测吸光度(A)值。以质量为横坐标(X)，A值为纵坐标(Y)进行线性回归，得回归方程 $Y=5.733\ 3 X+0.032\ 4$ ， $r=0.999\ 6$ ，线性范围0.024~0.120 mg。

2.1.2 样品中多糖的测定 称取样品2.00 g，加水200 mL，浸泡12 h，80 °C浸提1.5 h，提取1次，合并滤液，浓缩至约5 mL，加无水乙醇至醇体积分数为95%，加入1 mol/L NaOH溶液调节pH值至7，静置12 h，滤过，将滤渣于60 °C下鼓风烘干即得多糖精制品。取多糖精制品25 mg，加水溶解并定

容至50 mL，吸取3 mL加水定容至50 mL，得样品溶液。吸取样品溶液2 mL，按“2.1.1”项方法显色，测定A值，计算多糖的质量分数。

2.2 皂苷的测定^[14]

2.2.1 线性关系考察 精密称取3.00 mg薯蓣皂苷元，用甲醇溶解并定容至10 mL，精密移取0.2、0.3、0.4、0.5、0.6、0.7、0.8 mL上述溶液，高氯酸定容至10 mL，漩涡混匀1 min。置70 °C水浴中加热15 min，立即置于冰水浴中5 min以停止反应，以高氯酸为空白对照，在波长408 nm处测定A值。以质量为横坐标(X)，A值为纵坐标(Y)进行线性回归，得回归方程 $Y=3.549\ 8 X-0.077$ ， $r=0.999\ 9$ ，线性范围0.06~0.24 mg。

2.2.2 样品中皂苷的测定 称取样品5.00 g，加60 mL石油醚脱脂2 h，加入70%乙醇45 mL浸泡12 h，80 °C水浴中回流提取2次，每次1.5 h，合并滤液，浓缩至干。再用50 mL蒸馏水溶解，用正丁醇萃取3次(20、20、10 mL)，合并正丁醇部分，浓缩至干即得皂苷粗品。用甲醇溶解粗品并定容至50 mL，取溶液0.5 mL，按“2.2.1”项方法操作，测定A值，根据回归方程计算粗提物中皂苷的质量分数。

2.3 黄酮的测定^[15]

2.3.1 线性关系考察 精密称取4.0 mg芦丁对照品，用60%乙醇溶解，定容至100 mL量瓶中，即得对照品溶液。移取1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL对照品溶液于25 mL量瓶中，加入0.50 mol/L NaNO₂溶液1 mL，5 min后加0.30 mol/L AlCl₃溶液1 mL，摇匀，5 min后加入1 mol/L NaOH溶液5 mL，60%乙醇定容至刻度，空白对照用60%乙醇代替对照品溶液，在525 nm波长处测定A值。以质量为横坐标(X)，A值为纵坐标(Y)进行线性回归，得回归方程 $Y=0.500\ 1 X-0.003\ 4$ ， $r=0.999\ 3$ ，线性范围0.04~0.40 mg。

2.3.2 样品中黄酮的测定 称取样品5.00 g，加70%乙醇60 mL，浸泡1 h，在80 °C水浴中回流提取2次，每次2 h，合并滤液，定容至250 mL。吸取溶液5 mL，按“2.3.1”项方法操作，测定A值，根据回归方程计算粗提物中黄酮的质量分数。

2.4 水分的测定

将蜜蒸玉竹冷却至室温，称取样品3份，均为1.00 g，60 °C下鼓风烘干至恒定质量。计算失水量。

2.5 水提物的测定

称取蜜蒸玉竹样品2.00 g于锥形瓶中，加水50

mL, 静置1 h, 80 ℃水浴浸提1 h, 取滤液, 减压浓缩至干, 记录质量。计算水提物量。

2.6 醇提物的测定

称取样品2.00 g于锥形瓶中, 加50 mL无水乙醇, 静置1 h, 80 ℃水浴回流1 h, 取滤液, 减压浓缩至干, 记录质量。计算醇提物量。

2.7 权重系数的确定

采用归一化法解决指标间量纲不一致问题, 根据指标间的重要性差异给出指标的权重系数, 综合评分后进行统计分析^[16]。本研究综合考虑各指标的质量分数和抗氧化能力, 确定各指标的权重系数, 使得优选出的工艺条件更加合理。根据层次分析法原理, 以多糖、皂苷、黄酮、醇提物、水提物和水分6个指标为评价标准, 以6类成分的抗氧化活性及其质量分数为基础, 反映玉竹蜜蒸工艺的总评价目标, 建立评价目标树, 确定权重系数^[17-19]分别为多糖0.353 2、皂苷0.042 6、黄酮0.050 4、醇提物0.251 0、水提物0.163 2、水分0.139 6。经一致性检验, 判别矩阵的一致性比例CR<0.10, 表明权重系数合理有效。

$$\text{初始权重系数} (w_i') = (a_{i1}a_{i2}a_{i3}\cdots a_{in})^{1/m}$$

$$\text{归一化权重系数} (w_i) = w_i' / (w_1' + w_2' + w_3' + \cdots + w_m')$$

a_{in} 为各指标成对比较判断优选矩阵的元素

2.8 单因素试验

选取影响蜜蒸工艺的几个主要参数: 蜜润时间、料液比(炼蜜-玉竹)、蜜蒸时间、蜜蒸温度, 分别讨论各个参数对各指标的影响。

2.8.1 蜜润时间 称取40 g干燥玉竹各5份, 分别加5 g炼蜜, 搅拌混匀。室温下分别静置1、2、3、4、5 h, 然后在80 ℃下蒸5 h后测定各指标。结果表明(表1), 综合得分随蜜润时间的增加先增加后降低, 在蜜润时间为2 h时, 综合得分最高, 随后缓慢下降。综合得分对蜜润时间响应变化较小, 在正交试验中不再考虑该因素。

2.8.2 料液比 称取36 g干燥玉竹各5份, 分别加18、9、6、4.5、3.6 g炼蜜, 搅拌混匀。室温下静置2 h, 然后在80 ℃下蒸5 h后测定各指标。结果表明(表1), 在料液比为1:6时, 综合得分最高, 随后逐渐下降。

2.8.3 蜜蒸时间 称取36 g干燥玉竹各5份, 分别

表1 单因素试验

Table 1 Single factor test

因素与水平	多糖 / %	皂苷 / %	黄酮 / %	醇提物 / %	水提物 / %	水分 / %	综合评分
蜜润时间 1 h	28.22	0.277	0.106	9.50	69.88	6.60	92.14
	27.93	0.238	0.126	11.62	73.85	6.40	96.92
	22.35	0.294	0.093	11.97	74.58	6.90	91.33
	21.78	0.289	0.094	10.83	72.33	6.75	87.40
	24.06	0.246	0.095	10.58	72.73	6.80	89.34
料液比 1:2	21.52	0.315	0.120	5.75	59.43	6.40	72.04
	21.27	0.290	0.125	10.08	62.31	6.60	81.36
	28.08	0.310	0.165	12.45	64.28	6.70	96.66
	28.55	0.230	0.110	5.42	56.38	7.40	79.51
	28.77	0.190	0.080	5.20	57.33	8.10	79.32
蜜蒸时间 1 h	26.11	0.260	0.130	11.65	64.48	7.70	91.60
	28.47	0.250	0.140	11.25	65.69	7.75	94.22
	26.88	0.230	0.130	9.45	62.40	9.10	88.47
	17.38	0.230	0.130	8.58	62.47	11.05	77.14
	24.91	0.240	0.135	8.05	62.33	11.75	86.48
蜜蒸温度 60 ℃	21.62	0.336	0.130	10.35	57.63	7.95	66.87
	27.43	0.330	0.130	12.13	61.98	8.80	77.87
	29.02	0.332	0.140	19.05	64.43	8.15	89.36
	21.88	0.342	0.150	9.42	60.18	10.00	68.46
	16.77	0.328	0.230	9.38	59.15	21.30	70.91

加6 g炼蜜，搅拌混匀。室温下静置2 h，80 °C下分别蒸1、2、3、4、5 h后测定各指标。结果表明(表1)，综合得分呈现出先上升后下降再上升的趋势，在蜜蒸时间为2 h时，综合得分最高。

2.8.4 蜜蒸温度 称取36 g干燥玉竹各5份，分别加6 g炼蜜，搅拌混匀。室温下静置2 h，分别在60、70、80、90、100 °C下蒸2 h后测定各指标。结果表明(表1)，随温度的增加，综合得分先上升后下降，在80 °C时有最大值。

2.9 工艺优化试验

根据正交试验设计原理，利用单因素试验结果筛选的因素与水平，选择对综合评分有较大影响的料液比(A)、蜜蒸时间(B)、蜜蒸温度(C)为考察因素，进行L₉(3⁴)正交试验，采用层次分析法进行多指标评价，以各指标综合评分为考察指标，进一步优选玉竹蜜蒸工艺^[20-21]。称取干燥玉竹9份，均为36 g，按正交试验设计进行试验，试验设计与

结果见表2，方差分析见表3。

$$各指标综合评分 V_i = v_{i1} + v_{i2} + v_{i3} + \dots + v_{i6}$$

$$v_{ij} = 100 \times w_j \times m_{ij} / m_{j\max}$$

V_i 为第*i*次处理的综合评分， m_{ij} 为指标*j*在第*i*次处理中的量， $m_{j\max}$ 为指标*j*在所有处理中的最大值， w_j 为指标*j*的归一化权重系数

直观分析结果表明，以综合评分为评价指标，在所选的因素水平范围内，蜜蒸温度对玉竹各指标的提取效果影响最大，料液比影响较小，蜜蒸时间影响最小。方差分析结果表明，蜜蒸温度对综合评分的影响均达到显著水平，具有统计学意义($P < 0.05$)，料液比、蜜蒸时间影响不显著。选取最佳蜜蒸条件为A₁B₁C₁，即料液比为1:4，蜜蒸时间1 h，蜜蒸温度70 °C。各因素不同水平间多重比较结果显示(表4)，料液比、蜜蒸时间的3个水平之间差异不显著，蜜蒸温度的前2个水平差异不显著，因此从节约原料、降低成本、减少能耗等方面考虑，

表2 L₉(3⁴) 正交试验结果
Table 2 Result of L₉(3⁴) orthogonal test

试验号	A	B/h	C/°C	D(误差)	多糖 / %		皂苷 / %		黄酮 / %		醇提物 / %		水提物 / %		水分 / %		综合评分
					%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	
1	1:4(1)	1(1)	70(1)	(1)	27.96	0.143	0.093	14.58	73.20	6.55	84.07						
2	1:4(1)	2(2)	80(2)	(2)	26.56	0.150	0.097	12.73	67.55	9.20	82.22						
3	1:4(1)	3(3)	90(3)	(3)	14.12	0.164	0.104	10.72	68.12	8.80	64.94						
4	1:6(2)	1(1)	80(2)	(3)	27.13	0.325	0.098	11.67	65.45	10.50	83.67						
5	1:6(2)	2(2)	90(3)	(1)	13.44	0.186	0.095	10.85	66.35	8.45	63.29						
6	1:6(2)	3(3)	70(1)	(2)	26.77	0.281	0.086	11.53	63.28	9.75	81.77						
7	1:8(3)	1(1)	90(3)	(2)	15.04	0.209	0.102	10.72	61.52	7.30	63.12						
8	1:8(3)	2(2)	70(1)	(3)	25.21	0.200	0.095	9.30	62.18	8.65	74.80						
9	1:8(3)	3(3)	80(2)	(1)	23.83	0.219	0.102	6.15	60.58	11.35	72.65						
K ₁	231.23	230.86	240.64	220.01													
K ₂	228.73	220.31	238.54	227.11													
K ₃	210.57	219.36	191.35	223.41													
R	20.66	11.50	49.29	7.10													

表3 方差分析
Table 3 Analysis of variance

变异来源	离均差平方和	自由度	F值	显著性
A	84.763	2	10.082	
B	27.162	2	3.231	
C	517.868	2	61.600	$P < 0.05$
D(误差)	8.407	2		

$F_{0.05}(2, 2) = 19.00$ $F_{0.01}(2, 2) = 99.00$

本研究最终选取的蜜蒸条件科学合理。

2.10 验证试验

2.10.1 优选工艺与正交试验的比较 本研究最终选取的蜜蒸条件为A₁B₁C₁，与正交试验中第一组试验条件相符，从综合评分结果可以看出，该条件下的综合评分最高，说明选取结果合理。

2.10.2 蜜蒸玉竹与未炮制玉竹的比较 玉竹有效成分提取、定量测定方法与蜜蒸玉竹有效成分提取、

表4 各因素不同水平间多重比较 ($n=3$)Table 4 Multiple comparisons among factors at different levels ($n=3$)

因素	水 平		
	1	2	3
A	76.65a	76.24a	70.19a
B	76.53a	73.44a	73.12a
C	79.79a	79.51a	63.78b

不同小写字母者表示同一因素不同水平间比较差异显著 ($P<0.05$)

Values with different lowercase letters mean significant difference at different levels of same factor ($P<0.05$)

测定方法相同。定量测定结果说明，采用优选工艺炮制后的玉竹综合评分提高了 45.19%，多糖、醇提物、皂苷、水提物的量均上升，其中醇提物上升比率最大为 206.95%，水分和黄酮的量稍有下降(表5)。

3 讨论

玉竹主要含有多糖以及少量皂苷和黄酮类化合物，其水提物、醇提物等成分均具有抗氧化能力，能够延缓衰老，对免疫功能有一定的调节作用。以单一指标成分进行工艺优选与中药多组分、多靶点的作用特点有一定的距离。本研究以多糖、皂苷、

表5 炮制前后玉竹中各成分的量及其变化趋势

Table 5 Ingredient content and its change trend in *P. odoratum* before and after processing

样 品	水 分 / %	水 提 物 / %	醇 提 物 / %	多 糖 / %	黄 酚 / %	皂 苷 / %	综 合 评 分
炮制后	6.55	73.20	19.58	27.96	0.092 8	0.142 9	84.07
未炮制	7.05	49.20	4.75	21.18	0.099 8	0.091 8	57.90
提高率	-7.09	48.78	206.95	32.02	-7.01	55.60	45.19

黄酮、醇提物、水提物和水分 6 个指标的量为考察对象，综合考虑其抗氧化能力，采用层次分析法、多指标加权综合评分法优选了玉竹蜜蒸工艺，符合降低能耗、节约原料的原则，达到提高玉竹有效成分提取率的要求。

参考文献

- [1] 竺平晖, 陈爱萍. GC-MS 法对湖南产玉竹挥发油成分的分析研究 [J]. 中草药, 2010, 41(8): 1264-1265.
- [2] 中国药典 [S]. 一部. 2010.
- [3] 江苏新医学院. 中药大辞典 [M]. 上海: 上海人民出版社, 1977.
- [4] 袁国卿. 张仲景中药炮制学术思想探析 [J]. 中国中药杂志, 2010, 35(6): 799-802.
- [5] 熊鹏辉. 蜂蜜在中药炮制及制剂中的应用 [J]. 时珍国医国药, 2005, 16(1): 35-36.
- [6] Qian Y, Liang J Y, Qu W, et al. Two new homoiso-flavanones from *Polygonatum odoratum* (Mill.) Druce [J]. Chin Chem Lett, 2010, 21(6): 706-708.
- [7] 王冬梅, 张京芳, 李登武. 秦岭地区玉竹根茎的高异黄烷酮化学成分 [J]. 林业科学, 2008, 44(9): 125-129.
- [8] Kim J S, Kim J C, Lee S, et al. Biological activity of L-2-azetidinecarboxylic acid isolated from *Polygonatum odoratum* var. *pluriflorum*, against several algae [J]. Aquat Bot, 2006, 85(1): 1-6.
- [9] 王冬梅, 张京芳, 李登武. 秦岭地区玉竹根茎的脂溶性成分及其抑菌活性研究 [J]. 武汉植物学研究, 2010, 28(5): 644-647.
- [10] Lan G S, Chen H X, Wang Z S, et al. Extraction of *Polygonatum odoratum* polysaccharides using response surface methodology and preparation of a compound beverage [J]. Carbohydr Polym, 2011, 86(3): 1175-1180.
- [11] 彭秧锡, 陈启元, 钟世安, 等. 玉竹中总黄酮的提取工艺研究 [J]. 武汉理工大学学报, 2005, 27(12): 38-41.
- [12] 陈胜璜, 蒋孟良, 周日宝. 不同炮制方法对玉竹质量的影响 [J]. 湖南中医药大学学报, 2007, 27(3): 18-19.
- [13] 彭秧锡, 彭月明. 苯酚-硫酸分光光度法测定玉竹中多糖含量 [J]. 化学分析计量, 2006, 15(5): 29-31.
- [14] 王光忠, 刘伟伟, 葛如斌, 等. 分光光度法测定盾叶薯蓣总皂苷的含量 [J]. 湖北中医学院学报, 2008, 10(2): 44-45.
- [15] 彭秧锡, 陈启元, 钟世安, 等. 分光光度法测定玉竹中黄酮类化合物的含量 [J]. 华西药学杂志, 2006, 21(6): 604-605.
- [16] 任爱农, 卢爱玲, 田耀洲, 等. 层次分析法用于中药复方提取工艺的多指标权重研究 [J]. 中国中药杂志, 2008, 33(4): 372-374.
- [17] 阎欲晓, 石庆师. 玉竹多糖分离纯化及自由基清除能力研究 [J]. 食品工业科技, 2009, 30(2): 149-151.
- [18] 徐大量, 林 辉, 李盛青, 等. 玉竹水提液体内外抗氧化的实验研究 [J]. 中药材, 2008, 31(5): 729-731.
- [19] 张轩铭, 王冬梅, 王瑾, 等. 不同产地玉竹黄酮提取物体外抗氧化活性研究 [J]. 西北植物学报, 2011, 31(3): 628-631.
- [20] 罗琳, 窦志华, 丁宏伟, 等. 多指标正交试验优选复方五仁醇胶囊含药血清的制备方法 [J]. 中草药, 2009, 40(2): 238-241.
- [21] 刘先琼, 徐腊英. 多指标综合加权评分研究乌梅炭炮制工艺 [J]. 中草药, 2009, 40(12): 1898-1900.