

基于化学成分变化优化麦冬硫熏工艺

席啸虎¹, 刘 蓉², 刘 霞¹

1. 山西省中医药研究院, 山西 太原 030012

2. 西安工程大学, 陕西 西安 710048

摘要: **目的** 基于麦冬经不同程度硫熏后, 相关检测指标的变化情况, 优化麦冬硫熏的适宜工艺。**方法** 运用苯酚-硫酸法测定麦冬多糖的量; 运用 HPLC-ELSD 法测定麦冬皂苷 D 和 D' 的量, 流动相为乙腈-水 (50 : 50), 漂移管温度 40 ℃, 氮气体积流量 2.0 L/min; 运用 HPLC-UV 法进行麦冬正丁醇部位指纹图谱研究, 流动相为乙腈-0.1%磷酸水梯度洗脱, 检测波长 297 nm, 同法测定甲基麦冬二氢高异黄酮 A 和 B 的量。以硫熏麦冬的总多糖、麦冬皂苷 D 和 D'、甲基麦冬二氢高异黄酮 A 和 B 的质量分数及指纹图谱得分为综合考察指标, 以硫磺用量和硫熏时间为考察因素, 运用星点设计-效应面法优化麦冬硫熏工艺。**结果** 在实验设计范围内, 随着硫磺用量和硫熏时间的增加, 多糖的量先增加后降低, 麦冬皂苷 D 和 D' 的量轻微增加后降低, 甲基麦冬二氢高异黄酮 A 和 B 的量逐步降低。最终确定麦冬硫熏工艺为硫磺用量 120~200 g/m³, 硫熏时间 0.6~1.5 h, 多元 2 项式方程为 $Y=0.574+0.0543X_1-0.00813X_2-0.518X_1^2+0.131X_2^2+0.153X_1X_2$, R-Sq=0.971。工艺验证结果表明偏差绝对值小于 3%。**结论** 本研究明确麦冬硫熏后相关化学成分变化情况, 建立适宜麦冬的硫熏工艺。

关键词: 麦冬; 总多糖; 麦冬皂苷; 甲基麦冬二氢高异黄酮; 硫磺熏蒸; 指纹图谱; 星点设计-效应面法

中图分类号: R284.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 0253-2670(2017)07-1327-07

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2017.07.011

Optimization of processing technology for sulfur smoked *Ophiopogon japonicus* based on changes in chemical composition

XI Xiao-hu¹, LIU Rong², LIU Xia¹

1. Shanxi Provincial Institute of traditional Chinese Medicine, Taiyuan 030012, China

2. Xi'an Polytechnic University, Xi'an 710048, China

Abstract: Objective To optimize the suitable technology of *Ophiopogon japonicus* (OJ) fumigation based on the changes of relative indexes after the different levels of sulfur fuming. **Methods** The phenol-sulfuric acid method was used to determine the content of polysaccharide. HPLC-ELSD method was used to determine the contents of *Ophiopogon* saponins D (OPD) and D' (OPD') with the mobile phase of acetonitrile-water (50 : 50), drift tube temperature at 40 ℃, and nitrogen volumetric flow of 2.0 L/min. The fingerprints of OJ were determined by HPLC-UV method, the mobile phase was eluted with acetonitrile-0.1% phosphoric acid gradient, and the detection wavelength was 297 nm. The contents of ethylophiopogonanones A (MA) and B (MB) were determined using the same method. Using the contents of total polysaccharides of OJ, OPD and OPD', MA and MB, and the contents of other components in the fingerprints as control indexes, and the dosage of sulfur and the time of sulfur fumigation as factors, the central composite design-response surface methodology (CCD-RSM) was used to optimize sulfur fumigation process. **Results** In the experimental design range, the content of polysaccharides increased first and then decreased with the increase of sulfur dosage and sulfur fumigation time, and the contents of OPD and OPD' increased slightly and then decreased. The contents of MA and MB were slightly reduced. The sulfur fuming process was determined as follows: sulfur dosage was 120—200 g/m³, sulfur fuming time was 0.6—1.5 h, binomial equation: $Y=0.574+0.0543X_1-0.00813X_2-0.518X_1^2+0.131X_2^2+0.153X_1X_2$ (R-Sq = 0.971). Process validation: the absolute value of deviation was less than 3%. **Conclusion** In this study, the changes of chemical composition of OJ were studied, and the sulfur smelting process suitable for OJ was established.

收稿日期: 2016-10-18

基金项目: 山西省中医药研究院院级课题 (201508)

作者简介: 席啸虎 (1986—), 男, 中药师, 从事中药物质基础研究。E-mail: huzi0607@126.com

Key words: *Ophiopogon japonicus* (L. f.) Ker-Gawl.; total polysaccharides; *Ophiopogon* saponins; methylophiopogonanone; sulfur fumigation; fingerprint; central composite design-response surface methodology

麦冬为百合科植物麦冬 *Ophiopogon japonicus* (L. f.) Ker-Gawl. 的干燥块根^[1]。麦冬的主要成分包括甾体皂苷^[2]、多糖^[3]和高异黄酮^[4-5]。麦冬皂苷 D (ophiopogonin D, OPD)^[6-7]是其中量最高的皂苷类成分,是麦冬治疗心血管系统疾病的主要药理活性成分^[8]。硫磺熏蒸中药材是一种传统的中药炮制工艺^[9-10],尤其是针对一些含糖量高、不易贮存中药材应用效果显著,例如麦冬等。这也体现硫熏中药材积极作用的一面。此外,硫熏会带来一定的二氧化硫残留、中药饮片化学成分的变化等,这是现代研究发现其不利的一方面。是否选择硫熏这个关键点需要科研工作者去研究、去平衡,而不是一味地排斥或者随意硫熏。

目前,有一些文献对菊花^[11]、山药^[12]、浙贝母^[13]、白芍^[14]等经硫熏后化学成分的变化开展了实验研究,对麦冬的相关研究报道不具体。本实验拟通过自制硫熏设备,制备不同硫熏程度的麦冬,单纯从检测其中化学成分的变化情况考虑,运用星点设计-效应面法(central composite design-response surface methodology, CCD-RSM)优化适宜麦冬硫熏的最佳工艺,为进一步以化学成分、二氧化硫残留、贮存质量、药效学、中药配伍为综合评价指标优化麦冬硫熏工艺奠定基础。为基层医院入库麦冬的检测项目及水平控制提供一种新思路。

1 仪器和试剂

Agilent 1200 高效液相色谱仪, Agilent 公司; BP211D、BP310P 电子天平, 德国 Sartorius 公司; Synergy H1 酶标仪, Biotek 公司; Alltech 3300 蒸发光散射检测器, Grace 公司。

对照品无水 *D*-葡萄糖(批号 110833-201506, 质量分数 99.9%), 中国食品药品检定研究院。OPD(批号 150916, 质量分数 99.24%)、麦冬皂苷 D'(OPD', 批号 150923, 质量分数 98.81%)、甲基麦冬二氢高异黄酮 A (MA, 批号 160109, 质量分数 99.24%)、甲基麦冬二氢高异黄酮 B (MB, 批号 160107, 质量分数 99.10%), 由上海融禾医药科技发展有限公司提供。其余试剂为分析纯或色谱纯。

麦冬购自安徽亳州中药材市场(共一批, 批号 151101), 经山西省食品药品检验所高天爱教授鉴定, 药材无硫熏, 为百合科植物麦冬 *Ophiopogon*

japonicus (L. f.) Ker-Gawl. 的干燥块根, 符合《中国药典》2015 年版规定。

2 方法与结果

2.1 多糖定量测定

2.1.1 供试品溶液制备 取麦冬粉末 20 g, 精密称定, 石油醚 250 mL, 回流提取 1 h, 滤过弃提取液, 药渣挥干, 加 500 mL 蒸馏水回流提取 3 次, 每次 1 h, 趁热抽滤, 合并水溶液, 浓缩至 100 mL, 加 95% 乙醇 300 mL, 静置冷却, 滤过, 残渣先后用丙酮、无水乙醇洗涤 2 次, 60 °C 烘干, 称定质量, 取 1 g, 精密称定, 于 100 mL 量瓶中用蒸馏水定容, 即得供试品溶液。

2.1.2 葡萄糖对照品溶液制备 精密称取于 105 °C 干燥至恒定质量的水无 *D*-葡萄糖对照品 8.582 mg, 加适量蒸馏水溶解, 转移至 100 mL 量瓶中, 加蒸馏水至刻度, 配成葡萄糖对照品溶液备用。

2.1.3 葡萄糖标准曲线的建立 精密量取葡萄糖对照品溶液 2、4、6、8、10 μL, 加蒸馏水至 10 μL, 精密加入 5% 苯酚溶液 10 μL 和浓硫酸 50 μL, 5 min 后于沸水浴加热 15 min, 放冷至室温, 于酶标仪测定 486 nm 处吸光度 (*A*) 值。以 *A* 值为纵坐标, 质量浓度 (*C*) 为横坐标进行线性回归, 得回归方程为 $A = 0.0145C - 0.012$, $r = 0.9995$, 结果表明葡萄糖在 17.65~85.82 μg/mL 线性关系良好。

2.1.4 多糖定量测定 取星点设计各试验号下制备的麦冬饮片, 分别按照“2.1.1”项方法制备供试品溶液。分别吸取供试品溶液 10 μL, 按“2.1.3”项方法操作, 测定样品中葡萄糖量。

2.2 应用 HPLC-ELSD 法测定 OPD 和 OPD'^[15]

2.2.1 色谱条件 色谱柱为 Agilent Zorbax SB-C₁₈ 柱 (150 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相为乙腈-水 (50:50); 体积流量 1 mL/min; 柱温为室温; 检测器为蒸发光散射检测器, 漂移管温度 40 °C, 氮气体积流量 2.0 L/min; 进样量 20 μL。色谱图见图 1。

2.2.2 对照品溶液的制备 精密称取 OPD 对照品 12.354 mg 于 25 mL 量瓶中, 加入甲醇溶解并定容至刻度, 备用; 精密称取 OPD' 对照品 11.804 mg 于 25 mL 量瓶中, 加入甲醇溶解并定容至刻度, 备用。

2.2.3 供试品溶液的制备 取麦冬粉末 5 g, 精密称定, 于 250 mL 平底烧瓶中用 100 mL 甲醇水浴回流

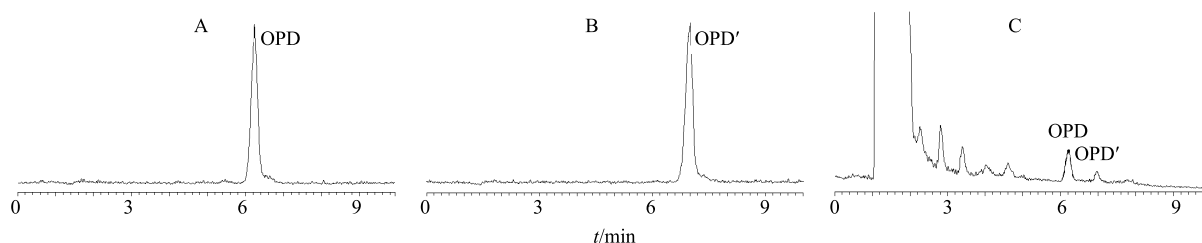


图 1 OPD 对照品 (A) 和 OPD' 对照品 (B) 及供试品 (星点设计试验号 1 为例) (C) 的 HPLC 图
Fig. 1 HPLC of OPD reference substance (A) and OPD' reference substance (B) and test product (C)

提取 2 次, 每次 1 h, 滤过并合并滤液, 蒸干, 用 20 mL 水溶解, 水饱和正丁醇萃取 3 次, 每次 30 mL, 合并正丁醇层, 蒸干, 甲醇溶解并转移至 5 mL 量瓶中, 甲醇定容。

2.2.4 OPD 和 OPD' 定量测定 取星点设计各试验号下制备的麦冬饮片, 分别按照“2.2.3”项方法制备供试品溶液。分别吸取供试品溶液 20 μ L, 按“2.2.1”项方法操作, 测定样本中 OPD 和 OPD' 量。每个供试品溶液平行制备并检测 3 次, 取平均值。

2.3 应用 HPLC-UV 法进行正丁醇部位指纹图谱研究并同法测定 MA 和 MB^[16]

2.3.1 色谱条件 色谱柱为 Agilent Zorbax SB-C₁₈ 柱 (150 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m); 流动相为乙腈-0.1% 磷酸水梯度洗脱; 体积流量 1 mL/min; 柱温为室温; 检测波长 297 nm; 进样量 10 μ L。

2.3.2 对照品溶液的制备 精密称取 MA 对照品

13.051 mg 于 25 mL 量瓶中, 加入甲醇溶解并定容至刻度, 备用; 精密称取 MB 对照品 12.275 mg 于 25 mL 量瓶中, 加入甲醇溶解并定容至刻度, 备用。

2.3.3 供试品溶液的制备 同“2.2.3”项。

2.3.4 指纹图谱建立和指纹图谱共有峰指认 在上述色谱条件下, 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10 μ L 注入液相色谱仪, 记录色谱图。按上述方法检测 10 份麦冬饮片的指纹图谱 (包括未经硫熏麦冬随机抽取 5 份, 图见 S1~S5; 硫熏样本抽取星点设计试验号 1、2、4、5、8 等各 1 份, 图见 S6~S10)。指纹图谱 (图 2) 选择 16 个共有峰, 其中 15、16 号峰分别与对照品 MA、MB (图 3) 有相同保留时间, 分别指认为 MA 和 MB。以 15 号峰作为对照峰 (S)。其他共有峰用相对保留时间表示 (括号中为相对保留时间): 峰 1 (0.359)、峰 2 (0.379)、峰 3 (0.433)、峰 4 (0.446)、峰 5 (0.454)、峰 6 (0.568)、

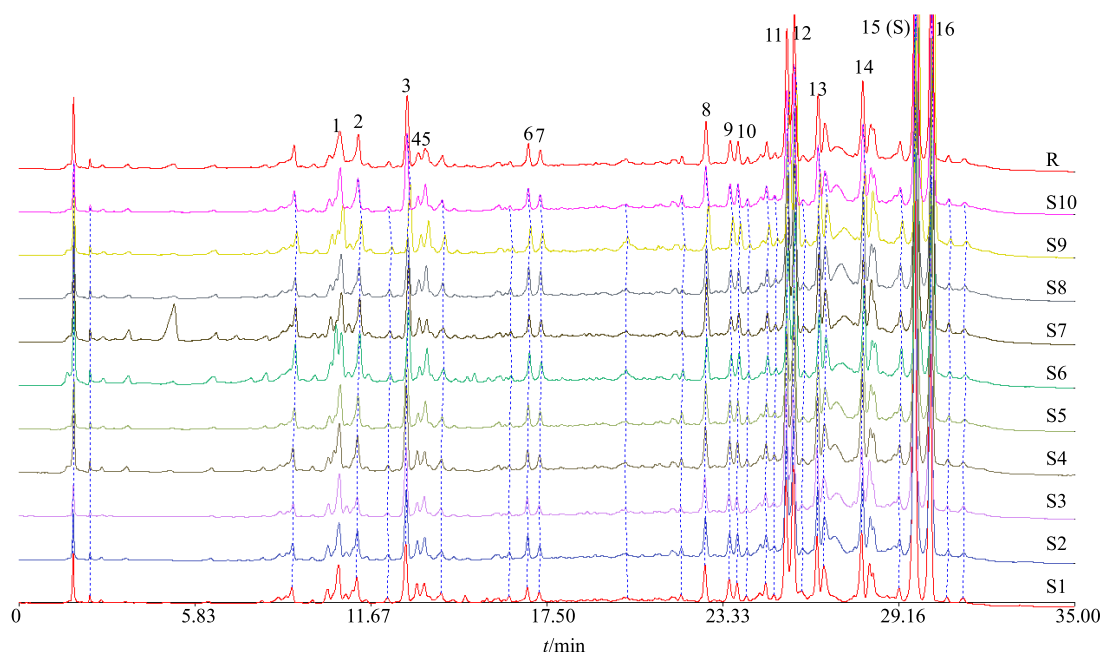


图 2 麦冬指纹图谱叠加图及对照指纹图谱 (R)
Fig. 2 Fingerprints overlay of *O. japonicus* and control fingerprints (R)

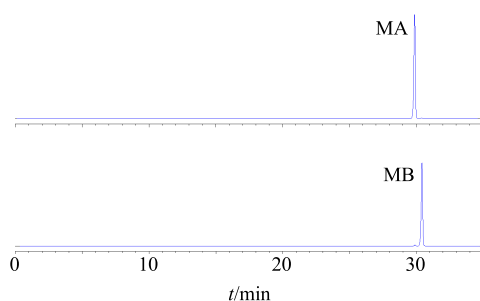


图3 MA和MB对照品溶液的HPLC图

Fig. 3 HPLC of MA and MB reference substance

峰7(0.581)、峰8(0.766)、峰9(0.793)、峰10(0.802)、峰11(0.856)、峰12(0.865)、峰13(0.891)、峰14(0.941)、峰15(1.000)、峰16(1.018)。

2.3.5 指纹图谱得分计算方法 指纹图谱相对峰面积(f_n)=实际检测峰面积(f)/麦冬取样量(m), $n=1\sim 16$ 。指纹图谱得分(Z_n)= $(f_1f_2\cdots f_{14})^{1/14}$, 考虑15、16号峰为已知成分,评分以其实际质量分数为准,故其不重复计入指纹图谱得分。

2.3.6 MA和MB定量测定 色谱条件、供试品溶液制备、对照品溶液制备同指纹图谱研究。按照供试品制备方法,每个供试品溶液平行制备并检测3次,取平均值。

2.4 方法学考察

2.4.1 HPLC-ELSD法测OPD、OPD'及HPLC-UV法测MA、MB的方法学考察

由于2种方法供试品溶液制备方法相同,只有色谱条件和检测器不同,故将2种方法的方法学考察汇总。

(1)精密度试验:取同一供试品溶液(按星点设计试验号1方法制备),分别按照各自色谱条件(“2.2.1”和“2.3.1”项下方法)连续进样6次,计算OPD、OPD'及MA、MB峰面积的RSD分别为1.85%、1.47%、0.45%、0.98%,结果表明仪器精密符合规定。

(2)重复性试验:取同一批麦冬饮片6份,每份200g,按照星点设计试验号1平行制备硫熏麦冬。分别按照各自色谱条件(“2.2.1”和“2.3.1”项下方法)进样检测,计算OPD、OPD'及MA、MB质量分数的RSD依次为2.83%、2.75%、2.03%、1.65%,结果表明本方法重复性较好。

(3)稳定性试验:取同一供试品溶液(星点设计试验号1),分别于制备后0、1、2、4、8、12h测定,计算OPD、OPD'及MA、MB峰面积的RSD

依次为1.22%、1.36%、0.57%、0.63%,结果表明供试品溶液在12h内稳定。

(4)加样回收率试验:称取(星点设计试验号1)硫熏麦冬(分别含OPD128.1mg/kg、OPD'43.2mg/kg、MA36.7mg/kg、MB24.6mg/kg)粉末9份于锥形瓶中,每份5g,精密称定。分别精密加入OPD、OPD'、MA、MB对照品溶液0.80、1.00、1.20mL各3份。按供试品溶液制备方法制备,按色谱条件进样测定。计算OPD、OPD'、MA、MB的平均回收率依次为98.11%、97.34%、98.66%、99.05%,RSD依次为1.14%、1.45%、1.27%、1.29%。

2.4.2 指纹图谱方法学考察

(1)精密度试验:取同一供试品溶液(星点设计试验号1)按照指纹图谱色谱条件连续进样10次,结果16个共有峰的相对保留时间的RSD均小于1%,相对峰面积的RSD均小于3%,提示仪器精密良好。

(2)稳定性试验:取同一供试品溶液(星点设计试验号1)按照指纹图谱色谱条分别在0、2、4、6、8、10、12、16、20、24h进样。结果16个共有峰的相对保留时间的RSD均小于1%,相对峰面积的RSD均小于3%,提示供试品溶液在24h内稳定性较好。

(3)重复性试验:取同一批麦冬饮片10份,分别按照星点设计试验号1制备硫熏麦冬并按照2.2.3项下制备供试品溶液。按照指纹图谱色谱条件进样检测,结果16个共有峰的相对保留时间的RSD均小于1%,相对峰面积的RSD均小于3%,提示重复性良好。

2.5 星点设计优化麦冬硫熏工艺

2.5.1 星点设计^[17]因素及水平选择:课题组初步选择硫磺用量、硫熏时间及通风时间为硫熏工艺考察因素。以麦冬总多糖、OPD、OPD'和MA、MB的质量分数为综合评价指标进行单因素实验考察,结果显示,通风时间对麦冬硫熏后化学成分变化没有显著性影响,硫磺用量影响最大,其次是硫熏时间。最终确定硫磺用量(X_1)和硫熏时间(X_2)2因素为硫熏工艺考察因素,并确定各因素水平高低值(+1.414、+1、0、-1、-1.414水平),因素水平见表1。

控制指标选择:(1)本研究旨在单纯从麦冬化学成分变化考察硫熏工艺,暂时避免其他指标引入带来的复杂性和不易控制性;(2)OPD和OPD'及

MA 和 MB 是麦冬的主要化学成分, 而且是可提供
的单体化合物; (3) 前期预试验发现以上所述成分
和总多糖在麦冬硫熏后有一定的变化; (4) 考虑到
麦冬的主要成分为黄酮和皂苷类, 故将麦冬提取液
正丁醇萃取部位其他未知成分考虑在内, 如发现有
明显变化, 拟进一步对其进行分离纯化鉴定。综合
上述理由, 最终将麦冬总多糖、OPD、OPD' 和 MA、
MB 的质量分数及麦冬指纹图谱得分为综合考察指

标, 每个指标的评分均标准化为 0~1 的归一值(d),
各指标 d 按下式计算几何平均数, 得总评归一值
(OD)。结果见表 1。

$$OD = (d_1 d_2 \cdots d_k)^{1/k}, \quad k \text{ 为指标数}$$

对取值越小越好的指标和取值越大越好的指
标, 分别采用 Hassan 方法进行数学转换求归一值
 $d_{\min}$ [$d_{\min} = (Y_{\max} - Y_i) / (Y_{\max} - Y_{\min})$] 和 $d_{\max}$ [$d_{\max} = (Y_i - Y_{\min}) / (Y_{\max} - Y_{\min})$]。

表 1 星点设计与结果

Table 1 Central composite design and results

试验号	$X_1 / (\text{g} \cdot \text{m}^{-3})$	X_2 / h	总多糖/%	质量分数/ $(\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1})$				指纹图谱得分	SO_2 残留量/ $(\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1})$	OD 值
				OPD	OPD'	MA	MB			
1	80 (-1)	3.0 (+1)	11.6	131.0	42.6	38.0	25.8	100	155	0.226
2	240 (+1)	1.0 (-1)	18.6	128.0	30.2	37.8	26.4	113	268	0.322
3	240 (+1)	3.0 (+1)	10.6	86.8	26.0	37.8	26.7	95	338	0.411
4	273 (+1.414)	2.0 (0)	13.4	95.6	28.8	43.3	29.6	99	341	0.172
5	47 (-1.414)	2.0 (0)	11.4	112.0	40.7	34.5	24.0	115	56	0.000
6	80 (-1)	1.0 (-1)	10.7	156.0	56.0	48.1	33.1	148	99	0.443
7	160 (0)	3.4 (+1.414)	16.8	125.0	44.5	48.2	34.2	153	253	0.764
8	160 (0)	2.0 (0)	13.1	127.0	39.4	44.6	32.7	139	246	0.555
9	160 (0)	0.6 (-1.414)	13.2	168.0	40.7	49.6	34.5	140	197	0.706
10	160 (0)	2.0 (0)	13.2	128.0	39.7	45.2	33.7	142	236	0.585
11	160 (0)	2.0 (0)	13.4	129.0	39.9	46.9	31.1	138	242	0.571
12	160 (0)	2.0 (0)	13.1	126.0	39.5	49.4	32.6	133	237	0.575
13	160 (0)	2.0 (0)	13.5	124.0	39.6	48.7	31.5	141	231	0.585

2.5.2 硫熏麦冬制备方法 取麦冬药材适量约 200
g, 于自制硫熏设备 (40 cm×40 cm×50 cm 密闭耐
高温罩) 内, 称取星点设计规定用量硫磺于坩埚内,
放入底部, 用少许乙醇点燃, 待硫磺形成明显蓝色
火焰, 关闭箱门和排风口, 用胶带封闭箱门。至规
定时间, 排风 4 h, 开门, 取出 60 °C 烘干, 充分摊
晾, 即得, 备用。

2.5.3 模型拟合^[18] 根据表 1 结果, 用 Minitab 15.0
统计数据, 以 OD 值为因变量对各因素进行多元线
性回归和多元 2 项式方程拟合, 模型的好坏通过
R-Sq (R-Sq 是衡量回归方程解释观测数据变异的能
力, 是回归平方和占总离差平方和的比率, 其数值
越接近于 1, 代表模型拟合越好) 进行判断。拟合
后所得多元线性拟合方程 $Y = 0.455 + 0.038 \ 4 \ X_1 -$
 $0.005 \ 75 \ X_2$, R-Sq=0.020 5; 多元 2 项式拟合方程
 $Y = 0.574 + 0.054 \ 3 \ X_1 - 0.008 \ 13 \ X_2 - 0.518 \ X_1^2 +$
 $0.131 \ X_2^2 + 0.153 \ X_1 X_2$, R-Sq=0.971。多元 2 项式回

归方程的 R-Sq 较高, 拟合度高, 预测性较好, 故
选择为最佳模型。

2.5.4 效应面优化^[18] 根据所拟合的多元 2 项式方
程, 应用 Minitab 7.0 统计软件绘制出 OD 值对 2 个
因素的效应面三维图, 结果见图 4、5。根据效应面
和等值线预测, 同时考虑到随着硫熏时间增加, SO_2
残留增加的问题, 最终确定 2 个因素较佳范围为 X_1

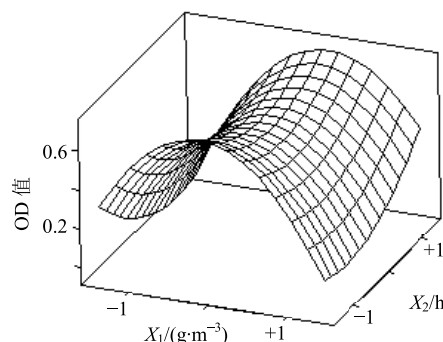


图 4 星点设计效应曲面图

Fig. 4 Central composite design-response surface graph

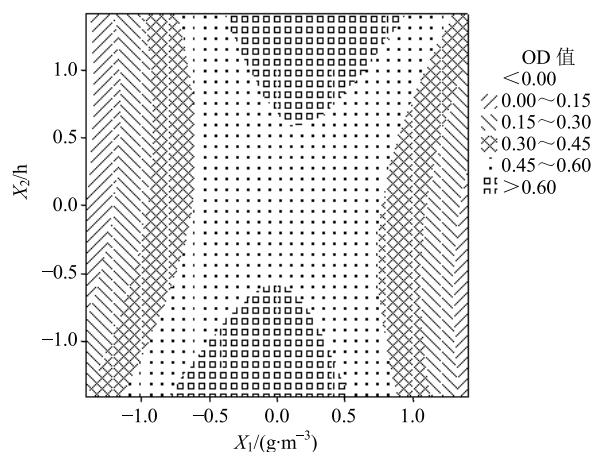


图 5 星点设计等值线图

Fig. 5 Central composite design contours

表 2 工艺验证

Table 2 Process validation

序号	OD 预测值	OD 实测值	偏差绝对值/%	SO ₂ 残留量/(mg·kg ⁻¹)
1	0.713	0.695	2.5	146
2	0.713	0.701	1.7	172
3	0.713	0.692	2.9	159

控制指标,运用星点设计初步明确硫磺用量和硫熏时间的合理区间范围,以及各个区间范围内麦冬化学成分的综合评分情况。为进一步以化学成分、二氧化硫残留、贮存质量、药效学、中药配伍为综合评价指标优化麦冬硫熏工艺奠定基础。

3.2 各个指标变化情况分析

在星点设计各因素水平范围内,与无硫熏麦冬原药材比较,多糖量变化情况:从因素水平(X_1 : -1.414, X_2 : -1.414)起随着硫磺用量和硫熏时间的单独增加而增加,但随着 2 因素的共同增加,多糖量先增加后降低;OPD:在低水平硫磺用量下较高,随着 2 因素水平增加轻微增加后逐步下降;OPD':在低水平质量分数较高,在低硫熏时间水平下,随硫磺用量增加而降低,在高硫熏时间水平下变化不显著;MA、MB:在低水平质量分数较高,随硫磺用量增加而降低,随硫熏时间变化不显著(在低硫磺用量下轻微下降,在高硫磺用量下轻微上升)。综上所述,各指标有部分相似的变化趋势,不存在显著反向变化的指标,适宜运用多指标综合评价麦冬硫熏工艺。

3.3 硫熏麦冬理论分析

硫熏中药材有其积极的作用,同时也有其不利的一方面,这个关键点需要科研工作者去研究、去

-0.5~0.5 水平 120~200 g/m³, X_2 -1.414~-0.5 水平 0.6~1.5 h,在此区间内,SO₂ 残留量检测结果为 103~280 mg/kg。

2.5.5 工艺验证 在最佳工艺参数范围内随机选择 1 个参数水平(X_1 0 水平 160 g/m³, X_2 -1 水平 1 h)制备硫熏麦冬,单次取麦冬 200 g 进行验证试验,平行制备 3 批硫熏麦冬进行测定和计算。计算偏差[偏差=(预测值-实测值)/预测值],偏差绝对值均小于 3%,说明模型可靠。结果见表 2。

3 讨论

3.1 控制指标选择分析^[19]

本研究旨在发现麦冬经硫磺熏蒸后多种化学成分的变化情况。单纯从麦冬化学成分的质量分数为

平衡,而不是一味地排斥或者随意硫熏。首先,这体现了质变和量变的关系。任何事物的变化总是在一定质的基础上先从量变开始的,量变积累到一定程度必然引起质变,然而质变又会引起新的量变,这提示科技工作者需要去做大量的实验研究,对不同产地、不同品种、不同硫熏程度的中药材等进行检测,从而归纳总结出针对不同中药材适宜的硫熏方式。其次,要有创新的意思,不能因为硫熏的危害就完全否定这种传统的加工方式,因为这种历史悠久的方式肯定有其得以留存下来的优势和原因。需要做的是最大化地发掘和利用其优势,同时运用现代先进技术去最大限度地避免和降低其危害。最后,实践才是检验真理的唯一标准,需要集合广大人民群众的智慧去重新定义硫熏中药材的质量标准。通过实践去检验标准,优化实践过程,不断进步。硫熏工艺是一个得以留存的传统工艺,不应该用一些所谓的新技术武断的替代,而应该全面深入研究,重新认识,合理应用。

参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2015.
- [2] 苏雪梅, 冷 光. 川麦冬的化学成分研究 [J]. 中国药物与临床, 2014, 14(10): 1364-1365.
- [3] 黄光辉, 孙连娜. 麦冬多糖的研究进展 [J]. 现代药物

- 与临床, 2012, 27(5): 523-529.
- [4] 罗 霄, 张兴国, 杨言琛, 等. 麦冬黄酮类成分的研究进展 [J]. 中国中医药科技, 2015, 22(5): 603-605.
- [5] 童菊华, 庞小存, 王 威, 等. 杭麦冬与川麦冬中高异黄酮类成分和抗氧化活性的比较 [J]. 中草药, 2015, 46(20): 3091-3095.
- [6] 何 礼, 金 虹, 梁雪兰, 等. HPLC 测定川麦冬块根及须根中的麦冬皂苷 D [J]. 华西药学杂志, 2014, 29(5): 583-584.
- [7] 缪菊连, 黄照昌, 王成军, 等. HPLC-ELSD 法测定生脉饮中麦冬皂苷 D [J]. 中成药, 2015, 37(2): 462-464.
- [8] 袁嘉瑞, 汪春飞, 宋 捷, 等. 麦冬醇提物抑制肺癌生长及自噬作用研究 [J]. 中草药, 2016, 47(9): 1541-1547.
- [9] 曹婷婷, 孙志蓉, 杨春宁, 等. 硫黄熏蒸中药材的研究现状分析 [J]. 中国现代中药, 2016, 18(5): 678-681.
- [10] 李 铎. 硫熏中药材快速检测装置设计研究 [D]. 保定: 河北大学, 2016.
- [11] 汤 坚, 汪华君, 蒋 俊, 等. 基于主成分分析和硫熏前后无机元素含量变化的硫熏与非硫熏菊花鉴别方法 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2014, 20(13): 97-101.
- [12] 刘丽芳. 硫熏对山药的内在质量影响及无硫护色工艺研究 [D]. 南昌: 南昌大学, 2016.
- [13] 杜伟锋, 张 浩, 岳显可, 等. 高效液相色谱法同时测定浙贝母硫熏前后 8 个水溶性成分的含量 [J]. 中国药理学杂志, 2016, 51(8): 659-662.
- [14] 王 赵, 陈玉武, 王 琼, 等. 硫熏白芍的质量评价 [J]. 中国中药杂志, 2014, 39(16): 3074-3078.
- [15] 吴笑如, 徐德生, 冯 怡, 等. HPLC-ELSD 测定川麦冬须根大孔树脂富集物中麦冬皂苷 D、D' 的含量 [J]. 中成药, 2006, 28(11): 1638-1640.
- [16] 王 进, 刘汉清, 刘 霖, 等. HPLC 定量指纹图谱法评价川麦冬质量研究 [J]. 中药材, 2013, 36(5): 721-725.
- [17] 李美云, 雷小小, 周 江, 等. 星点设计-效应面法优化莲心总碱固体分散体渗透泵控释片处方 [J]. 中草药, 2016, 47(18): 3204-3210.
- [18] 张雪峰, 杨 轲, 欧 燕, 等. 星点设计-效应面法优化天山雪莲提取物磷脂复合物制备工艺 [J]. 中草药, 2014, 45(16): 2326-2332.
- [19] 岳国超, 陈丽华, 刘红宁, 等. 多指标综合评分法考察健胃消食片的流化制粒工艺 [J]. 中草药, 2014, 45(7): 949-954.