

川白芷产地趁鲜切制与传统切制方法对其质量的影响

晏宇杭^{1,2}, 卢丽洁^{1,2}, 周永峰^{1,2}, 吴清华^{1,2*}, 王升菊^{1,2}, 朱兴龙^{1,2}, 饶华楠^{1,2}, 裴瑾^{1,2*}

1. 西南特色中药资源国家重点实验室, 四川 成都 611137

2. 成都中医药大学药学院, 四川 成都 611137

摘要: **目的** 通过对川白芷 *Angelica dahurica* 产地趁鲜切制与传统切制方法的研究, 优化和建立适宜的川白芷切制方法。**方法** 针对川白芷产地趁鲜切制与传统切制过程中所涉及的不同含水量鲜切方法、干燥方法、软化方式等关键操作单元, 采用 8 种不同切制方法对川白芷进行切制。用 Adobe Photoshop 2020 软件测定川白芷饮片切面颜色, 用 HPLC 法同时测定川白芷饮片中 5 种香豆素类成分(花椒毒素、佛手柑内酯、欧前胡素、珊瑚菜素、异欧前胡素)的含量, 以川白芷饮片切面颜色与 5 种香豆素类成分含量及其总量为考察指标, 结合主成分分析(principal component analysis, PCA)、饮片切面颜色与药效成分含量之间的相关性分析对川白芷饮片的质量和切制方法进行综合评价。**结果** 产地趁鲜切制与传统切制川白芷饮片切面颜色明显不同, 以传统切制方法所得川白芷饮片更白[川白芷 5~8, 其颜色明度(*L*)值范围为 61~67, 普遍高于川白芷 1~4, 其 *L* 值范围为 34~40]; 不同切制方法所得川白芷饮片 5 种香豆素类成分含量及其总量均具有显著性差异; 川白芷产地趁鲜切制过程中较适宜的切制方法为川白芷含水量 50% 时切制, 传统切制过程中以川白芷烘干(50 °C), 蒸透软化 15 min 后切制为较适宜的切制方法; 川白芷饮片切面颜色与药效成分含量之间略呈正相关。**结论** 切制方法对川白芷饮片质量的影响至关重要, 产地趁鲜切制以川白芷含水量 50% 时切制为宜; 传统切制以川白芷烘干(50 °C), 蒸透软化 15 min 后切制最佳。饮片切面颜色结合药效成分的定量测定可作为评价川白芷切制方法优选的一种快速检测方法。

关键词: 川白芷; 趁鲜切制; 传统切制方法; 颜色; Adobe Photoshop; 香豆素; HPLC; 质量评价; 花椒毒素; 佛手柑内酯; 欧前胡素; 珊瑚菜素; 异欧前胡素

中图分类号: R283.1

文献标志码: A

文章编号: 0253-2670(2021)14-4176-09

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2021.14.007

Effect of fresh cutting and traditional cutting methods on quality of *Angelica dahurica*

YAN Yu-hang^{1,2}, LU Li-jie^{1,2}, ZHOU Yong-feng^{1,2}, WU Qing-hua^{1,2}, WANG Sheng-ju^{1,2}, ZHU Xing-long^{1,2},
RAO Hua-nan^{1,2}, PEI Jin^{1,2}

1. State Key Laboratory of Characteristic Chinese Medicine Resources in Southwest China, Chengdu 611137, China

2. School of Pharmacy, Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu 611137, China

Abstract: Objective To study of fresh cutting and traditional cutting methods of Baizhi (*Angelica dahurica*), so as to optimize and establish the suitable cutting method for *A. dahurica*. **Methods** According to the key operation units of different moisture content fresh cutting methods, drying methods, softening methods in fresh cutting and traditional cutting process, eight different cutting methods were used to cut *A. dahurica*. The color of the cutting surface of *A. dahurica* decoction pieces was determined by Adobe Photoshop 2020 software, and the content of five coumarins (xanthotoxin, bergapten, imperatorin, phellopterin, and isoimperatorin) in *A. dahurica* decoction pieces was simultaneously determined by HPLC. Taking the color of the cutting surface of *A. dahurica* decoction pieces, the content of five coumarins and their total amount as indicators for investigation, the quality and cutting method of *A. dahurica* decoction pieces were comprehensively evaluated by combining principal component analysis (PCA) and correlation analysis between

收稿日期: 2021-03-03

基金项目: 国家自然科学基金青年基金项目(81703654); 国家中医药管理局全国名老中医药专家传承工作室建设项目(国中医药人函[2019]41号); 四川省科技计划重点研发项目(2020YFN0152); 成都中医药大学“杏林学者”学科人才科研提升计划(CXTD2018003)

作者简介: 晏宇杭(1997—), 硕士研究生, 研究方向为药用资源评价与综合利用。E-mail: 18843186501@163.com

***通信作者:** 裴瑾, 教授, 博士生导师, 主要从事中药资源品种、品质研究。Tel: (028)61800235 E-mail: peixjin@163.com
吴清华, 讲师, 主要从事道地药材品种、品质研究。Tel: (028)61800235 E-mail: 20122051@cdutcm.edu.cn

the color of the cutting surface of *A. dahurica* and their content of medicinal components. **Results** The color of the cutting surface of *A. dahurica* decoction pieces was significantly different between the fresh-cutting method and the traditional cutting method, with the traditional cutting method yielding whiter *A. dahurica* decoction pieces (*A. dahurica* 5—8, with *L*-values ranging from 61 to 67, generally higher than *A. dahurica* 1—4, with *L*-values ranging from 34 to 40); the content of the five coumarins and their total amount in *A. dahurica* decoction pieces from different cutting methods were significantly different; the more suitable cutting method for *A. dahurica* decoction pieces during the fresh-cutting process was when the moisture content of *A. dahurica* was 50%, and the more suitable cutting method in the traditional cutting process was to dry the *A. dahurica* herbs (50 °C) and cut them after steaming and softening for 15 min. There was a slight positive correlation between the color of the cutting surface of *A. dahurica* decoction pieces and the content of medicinal components of *A. dahurica*. **Conclusion** The influence of cutting method on the quality of *A. dahurica* decoction pieces is crucial, the best fresh-cutting method of *A. dahurica* is to cut them when the moisture content was 50%; the best traditional cutting method of *A. dahurica* is to cut them when the *A. dahurica* is dried (50 °C) and softened after steaming for 15 min. The quantification of the color of the cutting surface of *A. dahurica* decoction pieces in combination with the medicinal components can be used as a rapid detection method to evaluate the optimization of the cutting method for *A. dahurica*.

Key words: *Angelica dahurica* (Fisch. ex Hoffm.) Benth. et Hook. f.; fresh cutting; traditional cutting method; color; Adobe Photoshop; coumarin; HPLC; quality evaluation; xanthotoxin; bergapten; imperatorin; phellopterin; isoimperatorin

白芷是伞形科植物白芷 *Angelica dahurica* (Fisch. ex Hoffm.) Benth. et Hook. f. 或杭白芷 *A. dahurica* (Fisch. ex Hoffm.) Benth. et Hook. f. var. *formosana* (Boiss.) Shan et Yuan 的干燥根^[1]。川白芷作为白芷药材中的主流商品之一，其商品量大、质优^[2]，年产量可达全国总产量的 50%^[3]。饮片切制作为中药饮片生产的重要一环，所形成的切制方法不仅是中医药工作者长期生产实践的经验集成，还蕴含着丰富的科学内涵^[4-5]。此外，饮片颜色作为饮片品质的性状评价指标，在白芷饮片质量评价研究中具有重要地位^[6]。探究切制方法对川白芷饮片切面颜色及香豆素类成分含量的影响，对实现川白芷饮片质量的综合评价，建立健全川白芷饮片切制加工的质量标准和操作规范具有重要意义^[7]。

目前，有关白芷化学成分含量测定方面虽已有较多的研究报道^[8-12]，但在川白芷饮片的生产过程中，仍缺乏对指标性成分测定及饮片颜色考察的系统性研究。经课题组前期查阅相关文献及对川白芷道地产区四川遂宁的实地考察可知，不同切制方法对白芷中香豆素类成分含量有一定影响^[13-14]，川白芷目前存在产地趁鲜切制与传统切制加工的现象，其中产地趁鲜切制虽然国家在大力提倡，但其饮片数量相对较少，药企及市场的认可度目前相对较低；而传统切制方法沿用时间长，普及面广，其饮片在市场上占有较大份额，但其操作过程繁琐，费工费时。因此，针对川白芷切制过程中的不足，如何优化切制方法，是目前川白芷饮片生产过程中亟待解决的问题^[15-16]。

本实验采用 Adobe Photoshop 2020 软件对川白

芷饮片的切面颜色进行测定；应用高分辨质谱技术，结合《中国药典》2020 年版中对白芷质控成分的描述及相关文献考察，优选出佛手柑内酯、花椒毒素、异欧前胡素、珊瑚菜素、欧前胡素 5 种香豆素类成分^[17-21]，建立可同时测定以上 5 种香豆素类成分含量的 HPLC 方法；以川白芷饮片切面颜色与上述 5 种香豆素类成分含量及其总量作为川白芷饮片质量的评价指标，从川白芷饮片外观色泽和药效成分含量 2 方面对川白芷切制方法进行综合评价，以期为川白芷适宜的切制加工技术形成提供理论依据。

1 材料与仪器

1.1 材料

本实验研究用川白芷为课题组于 2019 年 7 月采集于川白芷道地产区四川省遂宁市川白芷科研示范基地，经成都中医药大学药学院裴瑾教授鉴定为伞形科植物杭白芷 *A. dahurica* (Fisch. ex Hoffm.) Benth. et Hook. F. var. *formosana* (Boiss.) Shan et Yuan 的根。欧前胡素（批号 CHB180315）、异欧前胡素（批号 CHB180903）、佛手柑内酯（批号 CHB180713）、花椒毒素（批号 CHB180302）、珊瑚菜素（批号 CHB190220）对照品均购于成都克洛玛生物科技有限公司，质量分数经 HPLC 检测均≥98%。水为超纯水，甲醇、乙腈、甲酸均为色谱纯，美国 Thermo Fisher 公司；提取样品所用无水乙醇及其他试剂为分析纯，成都市科隆化学品有限公司。

1.2 仪器

Ulti Mate 3000 型高效液相色谱仪，美国 Thermo Fisher 公司；Agilent Zorbax Eclipse XDB-C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm)；KQ 500DE 型超声波清洗器，

昆山超声仪器有限公司; TD6M 台式低速大容量离心机, 常州金坛良友仪器有限公司; DHG-9245A 型电热恒温鼓风干燥箱, 上海善志仪器设备有限公司; ZDHW 型调温电热套, 北京中兴伟业仪器有限公司; BP210S 型十万分之一电子天平、SQP 型万分之一电子天平, 北京赛多利斯科学仪器有限公司; JSC-QHW 型计重电子秤, 昆山巨天仪器设备有限公司; 尼康 (Nikon) D7500 单反相机, 尼康映像仪器销售 (中国) 有限公司。

2 方法

2.1 川白芷的切制

2.1.1 川白芷产地趁鲜切制过程中含水量的控制

本实验开展前期, 课题组将采集的川白芷样品 (已将个头过大、过小的川白芷去掉), 分为 3 组, 每组 3 份, 每份约 3 kg, 烘箱进行干燥, 干燥至恒定质量 (2 次间隔 1 h 所称质量之差小于 0.03% 药材鲜质量时的质量), 而后按照《中国药典》2020 年版四部 0832 水分测定法中第四法 (甲苯法) 对 9 份川白芷粉末含水量进行测定, 计算 9 份川白芷药材干质量, 以干质量对 9 份川白芷药材的平均干货得率进行计算, 为 31.83%, 遂将 31.83% 作为本实验川白芷干货得率对川白芷新鲜时的含水量进行计算, 并以川白芷新鲜时的含水量为 100%, 对川白芷产地趁鲜切制过程中不同含水量进行研究。川白芷含水量计算公式如下。从公式可以看出, 如需对川白芷含水量进行控制, 只需将川白芷干燥后的质量进行严格把控即可。该含水量测定方法操作简单, 具有一定的普适性与可行性。

$$\text{含水量} = (M_1 - M_2) / M_1 = [m_1(1 - 0.3183) - (m_1 - m_2)] / m_1(1 - 0.3183) = (m_2 - 0.3183 m_1) / 0.6817 m_1$$

M_1 为川白芷新鲜时的含水量, M_2 为川白芷干燥过程中的失水量, m_1 为川白芷新鲜时的质量, m_2 为川白芷干燥后的质量

2.1.2 川白芷切制处理 川白芷自坝地沙质土壤中采挖全根后, 抖去泥沙, 除去茎叶及须根, 将个头过大、过小的川白芷去掉, 分为 A、B 2 组, 每组 4 份, 每份 50 kg; A、B 2 组分别采用产地趁鲜切制方法与传统切制方法进行处理, 其中 A 组川白芷切制前期含水量采用“2.1.1”项下含水量测定方法进行控制, B 组川白芷切制前期先干燥至恒定质量, 再采用蒸透、闷润等软化方式进行软化处理; 以上川白芷均采用大型中药材超薄全自动切片机进行切制, 切制厚度均为 2 mm; 切制饮片均采用 50 °C 热风进行烘干, 而后按照随机取样原则对 8 份川白芷饮片进行样品收集, 每份川白芷饮片样品均不低于 5 kg; 以上川白芷的干燥、软化、切制均由彭州天地网中药材有限公司协助进行, 样品详细处理信息见表 1。

2.2 川白芷饮片切面颜色的测定

实验前首先按随机取样原则分别抽取经不同切制方法处理的川白芷饮片, 将其表面的尘粒去掉; 其次在角度一致 (相机镜头镜面平行于拍摄界面)、背景一致 (摄影白色卡纸作为背景)、光线一致 (LED 长条灯板作为光源) 的情况下采用尼康 (Nikon) D7500 单反相机 (全自动模式) 对川白芷饮片进行图像采集; 而后将图像导入 Adobe Photoshop 2020 软件中利用颜色取样器工具对饮片切面 RGB 色度值进行提取^[22], 共提取 12 次, 提取完毕后通过转换颜色的表示模式以实现 RGB 色度值与 Lab 色度值的转换, 最后求取平均值。

2.3 川白芷饮片中 5 种香豆素类成分的含量测定

2.3.1 对照品溶液的制备 精密称取干燥至恒定质量的对照品适量, 加甲醇制成质量浓度分别为花椒毒素 662 μg/mL、佛手柑内酯 498 μg/mL、欧前胡素 613 μg/mL、珊瑚菜素 494 μg/mL、异欧前胡素

表 1 川白芷切制处理信息

Table 1 Cutting and processing information of *A. dahurica*

处理方法	样品	切制前	切制处理	切制后
产地趁鲜切制 (A 组)	川白芷 1	50 °C 热风处理	当川白芷含水量为 40% 时切制	50 °C 热风烘干
	川白芷 2	50 °C 热风处理	当川白芷含水量为 50% 时切制	50 °C 热风烘干
	川白芷 3	50 °C 热风处理	当川白芷含水量为 70% 时切制	50 °C 热风烘干
	川白芷 4	鲜品脱泥除杂处理	当川白芷含水量为 100% 时切制	50 °C 热风烘干
传统切制方法 (B 组)	川白芷 5	晒干	蒸透软化 15 min 后切制	50 °C 热风烘干
	川白芷 6	炕干	蒸透软化 15 min 后切制	50 °C 热风烘干
	川白芷 7	烘干 (50 °C 热风)	蒸透软化 15 min 后切制	50 °C 热风烘干
	川白芷 8	烘干 (50 °C 热风)	闷润软化 2 d 后切制	50 °C 热风烘干

510 $\mu\text{g/mL}$ 的对照品溶液。分别精密吸取上述对照品若干配制成 2 份质量浓度分别为 33.10、24.90、91.95、49.40、25.50 $\mu\text{g/mL}$ 的混合对照品储备液，每份 10 mL。精密吸取其中 1 份混合对照品储备液 0.02、0.04、0.2、1、2、10 mL 至 10 mL 量瓶中，加甲醇定容至刻度，制成一系列不同质量浓度的混合对照品溶液，用以线性关系考察。混合对照品溶液在注入液相色谱仪前经 0.22 μm 微孔滤膜滤过。所有对照品溶液均在 4 $^{\circ}\text{C}$ 条件下储藏。

2.3.2 供试品溶液的制备 取本品干燥（含水量 < 14%）粉末（过 3 号筛）0.5 g，精密称定，置于 50 mL 具塞锥形瓶中，加 50% 乙醇溶液 25 mL，称定质量，超声处理（功率 500 W，频率 40 kHz）1 h，取出，放冷后加 50% 乙醇溶液补足缺失的质量，摇匀，1500 r/min 离心 5 min，上清液经 0.22 μm 微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液。所有供试品溶液均在 4 $^{\circ}\text{C}$ 条件下储藏。

2.3.3 HPLC 测定条件 Agilent Zorbax Eclipse XDB-C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm) 色谱柱；流动相为 0.1% 甲酸水溶液-乙腈；梯度洗脱：0~10 min，10%~25% 乙腈；10~30 min，25%~45% 乙腈；30~45 min，45%~65% 乙腈；45~47 min，65%~10% 乙腈；47~50 min，10% 乙腈；体积流量为 1.5 mL/min；进样量为 15 μL ；柱温 30 $^{\circ}\text{C}$ ；检测波长为 254 nm。色谱图见图 1。

2.3.4 线性关系考察 将“2.3.1”项下制备的不同质量浓度混合对照品溶液，按“2.3.3”项下色谱条件分别进样 15 μL ，测定峰面积。以对照品质量浓度为横坐标（X），峰面积为纵坐标（Y），绘制各成分的标准曲线，进行线性回归，得回归方程分别为花椒毒素 $Y=9599X+721$ ， $r=0.9999$ ，线性范围 0.066 2~33.10 $\mu\text{g/mL}$ ；佛手柑内酯 $Y=7158X+378$ ， $r=0.9999$ ，线性范围 0.049 8~24.90 $\mu\text{g/mL}$ ；欧前胡素 $Y=7949X+1322$ ， $r=0.9999$ ，线性范围 0.183 9~91.95 $\mu\text{g/mL}$ ；珊瑚菜素 $Y=4497X+390$ ， $r=0.9999$ ，线性范围 0.098 8~49.40 $\mu\text{g/mL}$ ；异欧前胡素 $Y=6707X+237$ ， $r=0.9999$ ，线性范围 0.051 0~25.50 $\mu\text{g/mL}$ ，结果表明，5 种香豆素类成分在各质量浓度范围内的线性关系良好。

2.3.5 精密度考察 精密吸取“2.3.1”项下另 1 份混合对照品储备液 15 μL ，按“2.3.3”项下色谱条件连续进样 6 次，记录各香豆素类成分的峰面积，计算花椒毒素、佛手柑内酯、欧前胡素、珊瑚菜素、

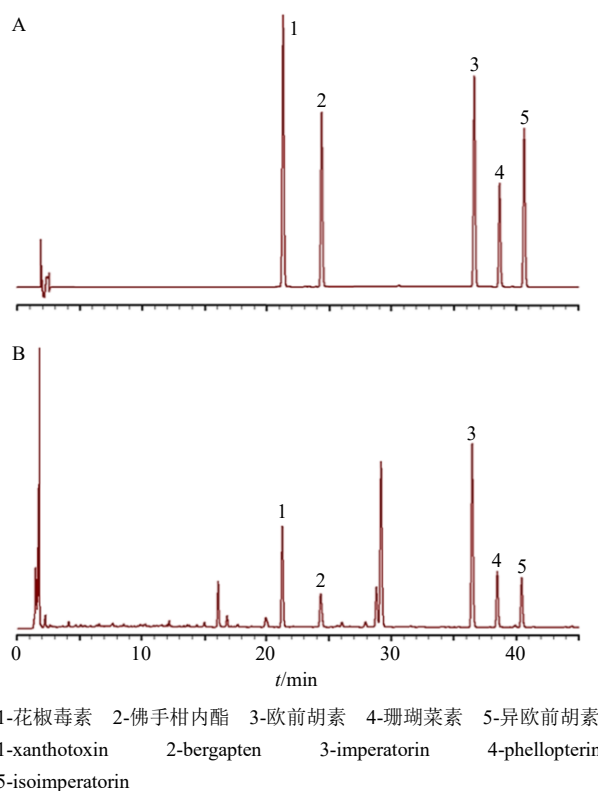


图 1 混合对照品 (A) 与白芷样品 (B) HPLC 图 (254 nm)
Fig. 1 HPLC of mixed reference substances (A) and *A. dahurica* sample (B) at 254 nm

异欧前胡素峰面积的 RSD 值分别为 1.32%、0.44%、0.07%、0.08%、0.11%，表明仪器精密度良好。

2.3.6 稳定性考察 精密称取供试样品（川白芷 7）粉末 1 份，按“2.3.2”项下方法制备成供试品溶液，室温下放置，按“2.3.3”项下色谱条件分别在 0、3、6、9、12、24、48 h 进样 15 μL 进行分析，测定各香豆素类成分的峰面积，计算花椒毒素、佛手柑内酯、欧前胡素、珊瑚菜素、异欧前胡素峰面积的 RSD 值分别为 0.17%、0.10%、0.06%、0.27%、0.33%，表明供试品溶液在 48 h 内稳定性良好。

2.3.7 重复性考察 精密称取供试样品（川白芷 7）粉末 6 份，每份 0.5 g，按“2.3.2”项下方法制备成供试品溶液，按“2.3.3”项下色谱条件进样 15 μL 进行分析，测定各香豆素类成分质量分数，计算花椒毒素、佛手柑内酯、欧前胡素、珊瑚菜素、异欧前胡素质量分数的 RSD 值分别为 1.79%、0.71%、0.54%、0.63%、0.65%，表明该方法的重复性良好。

2.3.8 加样回收率考察 精密称取已知测定指标成分含量的供试样品（川白芷 7）粉末 6 份，每份 0.25 g，分别加入一定质量浓度的花椒毒素、佛手柑内酯、欧前胡素、珊瑚菜素、异欧前胡素对照品溶液，按

“2.3.2”项下方法制备成供试品溶液,按“2.3.3”项下色谱条件进样 15 μL 进行分析,各计算平均加样回收率和 RSD。结果花椒毒素、佛手柑内酯、欧前胡素、珊瑚菜素、异欧前胡素的平均加样回收率分别为 99.15%、99.12%、103.85%、100.40%、102.33%,RSD 分别为 1.23%、0.79%、0.63%、1.30%、0.28%。

2.3.9 含量测定 精密称取不同切制方法下经干燥所得川白芷饮片粉末 3 份,每份 0.5 g,按“2.3.2”项下方法制备成供试品溶液,按“2.3.3”项下色谱条件进样 15 μL 进行分析,记录以上川白芷样品中 5 种香豆素类成分的峰面积;根据回归方程计算 5 种香豆素类成分在供试品溶液中的质量浓度;再以 3 份平行样品中这 5 种香豆素类成分的含量计算各川白芷饮片粉末中这 5 种香豆素类成分的平均含量。同时,按照《中国药典》2020 年版四部 0832 水分测定法中第四法(甲苯法)对各川白芷饮片粉末的含水量进行测定,并以干质量表示各川白芷样品中 5 种香豆素类成分的含量。

3 结果与分析

主观肉眼观察下产地趁鲜切制与传统切制方法处理所得川白芷饮片切面颜色明显不同,产地趁鲜切制饮片切面颜色整体偏黄,传统切制饮片切面颜色整体偏淡黄。采用 Adobe Photoshop 2020 软件对以上川白芷饮片的切面颜色进行客观分析,测定结果的颜色明度(L)值越大,颜色越白^[23]。结果见表 2。结果表明,不同切制方法处理所得川白芷饮片切面颜色明显不同,产地趁鲜切制川白芷饮片切面颜色的 L 值普遍低于传统切制川白芷饮片切面颜色的 L 值。

表 2 川白芷饮片切面颜色测定值

Table 2 Color measurement value of cutting surface of *A. dahurica* decoction pieces

样品	切片断面颜色					
	R	G	B	L	a	b
川白芷 1	106	74	20	34	10	36
川白芷 2	117	85	22	39	10	39
川白芷 3	125	86	24	40	13	40
川白芷 4	122	88	25	40	11	39
川白芷 5	161	144	98	61	1	27
川白芷 6	169	155	111	64	0	25
川白芷 7	168	149	114	63	3	22
川白芷 8	175	161	117	67	0	25

R 代表红色, G 代表绿色, B 代表蓝色, L 代表颜色明度, a 代表红绿色, b 代表黄蓝色

R represents red, G represents green, B represents blue, L represents color brightness, a represents red-green, b represents yellow-blue

产地趁鲜切制过程中不同含水量鲜切与传统切制过程中不同切制方法处理所得川白芷饮片在 5 种香豆素类成分含量及其总量上均具有显著性差异,其中欧前胡素是《中国药典》2020 年版中规定的白芷质量控制成分,质量分数按干燥品计算不得少于 0.080%,从所测 8 份川白芷饮片结果中可看出,各切制方法所得川白芷饮片欧前胡素质量分数按干燥品计算均在 0.107%~0.180%,符合《中国药典》2020 年版标准;除欧前胡素外,其余 4 种香豆素类成分含量也均受到不同程度影响,5 种香豆素类成分总量也有所差异。结果见表 3。

3.1 产地趁鲜切制过程中不同含水量鲜切的比较

本实验对不同含水量鲜切的川白芷饮片切面颜

表 3 川白芷饮片中 5 种香豆素类成分含量及其总量的测定 ($\bar{x} \pm s, n = 3$)

Table 3 Determination of content of five coumarins and their total amount in *A. dahurica* decoction pieces ($\bar{x} \pm s, n = 3$)

样品	含水量/%	质量分数/($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)					
		佛手柑内酯	花椒毒素	异欧前胡素	珊瑚菜素	欧前胡素	5 种香豆素类成分总量
川白芷 1	6.00	0.274 $\pm$ 0.003c	0.191 $\pm$ 0.001f	0.424 $\pm$ 0.005f	0.771 $\pm$ 0.007h	1.069 $\pm$ 0.011g	2.729 $\pm$ 0.026h
川白芷 2	5.90	0.274 $\pm$ 0.001c	0.224 $\pm$ 0.001e	0.606 $\pm$ 0.002b	0.858 $\pm$ 0.005d	1.649 $\pm$ 0.002b	3.611 $\pm$ 0.009c
川白芷 3	4.80	0.246 $\pm$ 0.001d	0.138 $\pm$ 0.001g	0.612 $\pm$ 0.005b	0.899 $\pm$ 0.006b	1.546 $\pm$ 0.009d	3.441 $\pm$ 0.021e
川白芷 4	4.71	0.277 $\pm$ 0.002c	0.335 $\pm$ 0.001b	0.540 $\pm$ 0.007c	0.839 $\pm$ 0.006e	1.563 $\pm$ 0.013c	3.554 $\pm$ 0.027d
川白芷 5	6.11	0.276 $\pm$ 0.001c	0.233 $\pm$ 0.000d	0.527 $\pm$ 0.003d	0.815 $\pm$ 0.004f	1.411 $\pm$ 0.007f	3.263 $\pm$ 0.014f
川白芷 6	6.13	0.188 $\pm$ 0.001e	0.117 $\pm$ 0.000h	0.514 $\pm$ 0.003e	0.795 $\pm$ 0.003g	1.468 $\pm$ 0.005e	3.082 $\pm$ 0.012g
川白芷 7	6.91	0.388 $\pm$ 0.001a	0.557 $\pm$ 0.004a	0.608 $\pm$ 0.004b	0.888 $\pm$ 0.003c	1.793 $\pm$ 0.004a	4.234 $\pm$ 0.013a
川白芷 8	5.43	0.341 $\pm$ 0.001b	0.295 $\pm$ 0.002c	0.667 $\pm$ 0.001a	0.978 $\pm$ 0.001a	1.802 $\pm$ 0.002a	4.082 $\pm$ 0.003b

同一列内不同小写字母表示差异显著 ($P < 0.05$)

same lowercase letters within the different lowercase letters indicate significant differences ($P < 0.05$)

色 L 值进行比较发现, 川白芷 2 (含水量为 50% 时切制)、川白芷 3 (含水量为 70% 时切制)、川白芷 4 (含水量为 100% 时切制) 三者切面颜色相近, 均较川白芷 1 (含水量为 40% 时切制) 白, 表明不同含水量鲜切对川白芷饮片切面颜色具有一定影响。

在 5 种香豆素类成分含量及其总量的分析测定中, 相比于川白芷 4, 川白芷 1 中仅佛手柑内酯含量与川白芷 4 无显著性差异, 其余 4 种香豆素类成分含量及 5 种香豆素类成分总量均显著低于川白芷 4, 其中花椒毒素含量低 43.13%、异欧前胡素含量低 21.58%、珊瑚菜素含量低 8.10%、欧前胡素含量低 31.58%、5 种香豆素类成分总量低 23.21%; 川白芷 2 中佛手柑内酯含量与川白芷 4 无显著性差异, 仅花椒毒素含量比川白芷 4 低 33.27%, 其余 3 种香豆素类成分含量及 5 种香豆素类成分总量均显著高于川白芷 4, 其中异欧前胡素含量高 12.22%、珊瑚菜素含量高 2.27%、欧前胡素含量高 5.52%、5 种香豆素类成分总量高 1.61%; 川白芷 3 中 3 种香豆素类成分含量及 5 种香豆素类成分总量均显著低于川白芷 4, 其中佛手柑内酯含量低 11.24%、花椒毒素含量低 58.83%、欧前胡素含量低 1.04%、5 种香豆素类成分总量低 3.17%, 其余 2 种香豆素类成分含量显著高于川白芷 4, 异欧前胡素含量高 13.32%、珊瑚菜素含量高 7.14%。

此外, 川白芷在不同含水量鲜切过程中虽川白芷 4 (含水量为 100% 时切制) 更加简易、节能, 但该方法所切制川白芷饮片大多切面不平整, 川白芷 3 (含水量为 70% 时切制) 亦同, 不利于川白芷饮片在药材市场的流通及销售。因此, 川白芷 2, 即川白芷含水量 50% 时切制为较适宜的川白芷产地趁鲜切制方法。

3.2 传统切制过程中不同干燥方法及软化方式的比较

3.2.1 干燥方法的比较 白芷传统切制过程中前期的干燥方法主要有晒干、炕干、烘干等^[24-25], 根据周冰的研究结果^[26], 本实验采用晒干、炕干、烘干 (50 °C) 等干燥方法对川白芷进行处理, 并比较以上 3 种干燥方法对川白芷饮片质量的影响。在川白芷饮片切面颜色测定分析中, 川白芷 6 (炕干)、川白芷 7 (烘干, 50 °C) 二者切面颜色相近, 略白于川白芷 5 (晒干), 表明传统切制过程中不同干燥方法对川白芷饮片切面颜色影响较小。

川白芷 7 在 5 种香豆素类成分含量及其总量上

均显著高于川白芷 5、川白芷 6, 其中佛手柑内酯含量高 40.75%、106.95%、花椒毒素含量高 138.89%、376.49%、异欧前胡素含量高 15.47%、18.24%、珊瑚菜素含量高 8.88%、11.70%、欧前胡素含量高 27.01%、22.13%、5 种香豆素类成分总量高 29.77%、37.40%, 表明川白芷 7, 即烘干 (50 °C) 为川白芷传统切制过程中切制前期较为适宜的干燥方法, 这与川白芷饮片实际生产过程中饮片生产企业多采用烘干对药材进行干燥处理的现象相契合, 同时也与周冰的研究结果趋于一致^[26]。

3.2.2 软化方式的比较 川白芷 7 (蒸透软化 15 min) 与川白芷 8 (闷润软化 2 d) 之间进行比较, 川白芷 7 饮片切面颜色的 L 值低于川白芷 8, 表明川白芷传统切制过程中闷润软化可使川白芷饮片切面颜色增白。

川白芷 7 中除欧前胡素含量与川白芷 8 无显著性差异外, 其余 4 种香豆素类成分含量及 5 种香豆素类成分总量均与川白芷 8 具有显著性差异, 其中异欧前胡素含量、珊瑚菜素含量比川白芷 8 低 8.83%、9.20%, 佛手柑内酯含量、花椒毒素含量、5 种香豆素类成分总量比川白芷 8 高 13.99%、88.84%、3.71%, 表明蒸透软化对川白芷香豆素类成分影响较小, 而闷润软化易使川白芷香豆素类成分损失, 降低川白芷质量。

此外, 川白芷传统切制过程中虽闷润软化所得川白芷饮片切面颜色更白, 但生产周期较长, 生产成本较高, 不利于中药材产业及饮片生产企业的高效、快速发展。因此, 川白芷 7, 即蒸透软化 15 min 为川白芷传统切制过程中较为适宜的软化方式。

3.3 产地趁鲜切制与传统切制方法的比较

川白芷 2 (含水量为 50% 时切制)、川白芷 7 (烘干, 50 °C, 蒸透软化后切制) 分别为川白芷产地趁鲜切制及传统切制过程中较为适宜的切制方法, 故对川白芷 2、川白芷 7 饮片切面颜色和 5 种香豆素类成分含量及其总量进行比较分析。川白芷 7 饮片切面颜色的 L 值高于川白芷 2, 且传统切制川白芷饮片 (川白芷 5~8) 的 L 值均普遍高于产地趁鲜切制川白芷饮片 (川白芷 1~4) 的 L 值, 表明传统切制的川白芷饮片切面颜色更白。

川白芷 7 中除异欧前胡素含量与川白芷 2 无显著性差异外, 其余 4 种香豆素类成分含量及 5 种香豆素类成分总量均显著高于川白芷 2, 其中佛手柑内酯含量高 41.62%、花椒毒素含量高 148.96%、珊

珊瑚素含量高 3.45%、欧前胡素含量高 8.73%、5 种香豆素类成分总量高 17.24%，表明川白芷在长期的生产实践中所形成的传统切制方法具有一定的科学性与合理性。

3.4 主成分分析 (principal component analysis, PCA)

为进一步综合评价不同切制方法对川白芷效应成分的影响,对已测定的 5 种香豆素类成分进行 PCA,在分析过程中采用方差最大化正交旋转对特征值及因子载荷矩阵进行处理以更好地让各主成分因子解释各变量。前 2 个主成分的特征值分别为 2.736、1.972,特征值贡献率分别为 54.716%、39.440%,二者累计贡献率达 94.156%,说明前 2 个因子能够较客观地反映不同切制方法所得川白芷饮片的内在质量,故选取前 2 个主成分进行分析。

各香豆素类成分载荷见表 4,载荷绝对值大于 0.5 者表明主成分与指标相关性较高,正、负号表示正相关与负相关^[27]。异欧前胡素、珊瑚素、欧前胡素在 PC1 上有较高载荷,说明 PC1 主要反映异欧前胡素、珊瑚素、欧前胡素等香豆素类成分的信息;同理,PC2 则主要反映花椒毒素、佛手柑内酯的信息。PC1、PC2 包含了全部 5 种香豆素类成分的信息。

表 4 旋转变换后的因子载荷矩阵

Table 4 Factor load matrix after rotation transform

测定指标	主成分	
	PC1	PC2
花椒毒素	0.179	0.965
佛手柑内酯	0.319	0.912
珊瑚素	0.929	0.236
欧前胡素	0.882	0.354
异欧前胡素	0.980	0.169

采用 2 个主成分对川白芷饮片的切制方法进行评价。以各主成分因子得分与特征值贡献率,计算川白芷饮片不同切制方法的综合评分 (F),则 $F=0.547\ 16\ F_1+0.394\ 40\ F_2$,结果见表 5。由综合评分可知, F 值由高到底依次为川白芷 7 (烘干, 50 °C, 蒸透软化 15 min 后切制) > 川白芷 8 (烘干, 50 °C, 闷润软化 2 d 后切制) > 川白芷 2 (含水量为 50% 时切制) > 川白芷 3 (含水量为 70% 时切制) > 川白芷 4 (含水量为 100% 时切制) > 川白芷 5 (晒干, 蒸透软化 15 min 后切制) > 川白芷 6

表 5 不同切制方法处理所得川白芷饮片 5 种香豆素类成分含量的综合评分结果

Table 5 Comprehensive scoring results of five coumarin components content of *A. dahurica* decoction pieces obtained by different cutting methods

样品	F_1	F_2	F	综合排序
川白芷 7	0.217	2.023	0.917	1
川白芷 8	1.521	0.211	0.915	2
川白芷 2	0.484	-0.344	0.129	3
川白芷 3	0.778	-1.033	0.018	4
川白芷 4	-0.272	0.335	-0.016	5
川白芷 5	-0.559	-0.032	-0.319	6
川白芷 6	-0.356	-1.247	-0.687	7
川白芷 1	-1.813	0.088	-0.957	8

(炕干, 蒸透软化 15 min 后切制) > 川白芷 1 (含水量为 40% 时切制), 与前文分析结果趋于一致。

3.5 川白芷饮片切面颜色与药效成分含量之间的相关性分析

在川白芷饮片 5 种香豆素类成分的研究中,欧前胡素为《中国药典》2020 年版白芷的质量控制成分,其余 4 种香豆素类成分也均为白芷的药效成分。故将欧前胡素含量及 5 种香豆素类成分总量与川白芷饮片切面颜色进行相关性分析。

首先将 8 份川白芷饮片 L 值由高到低进行排列,并调整对应欧前胡素含量与 5 种香豆素类成分总量的顺序,其次以 L 值由高到低排列的样品编号为 X ,8 份川白芷饮片 L 值、欧前胡素含量、5 种香豆素类成分总量为 Y ,分别计算三者的直线性趋势;再计算 L 值与欧前胡素含量, L 值与 5 种香豆素类成分总量之间的相关性。8 份川白芷饮片切面颜色的 L 值(Y)直线回归方程为 $Y=-5.258\ 5\ X+74.704$, $r=0.882\ 4$;欧前胡素含量 (Y_1) 直线回归方程为 $Y_1=-0.057\ 3\ X+1.795\ 4$, $r=0.355\ 1$;5 种香豆素类成分总量 (Y_2) 直线回归方程为 $Y_2=-0.106\ 1\ X+3.977$, $r=0.274\ 7$ 。

本实验采用 SPSS 25 统计软件对 8 份川白芷饮片切面颜色的 L 值与欧前胡素含量、5 种香豆素类成分总量进行 Pearson 相关性分析。结果显示,8 份川白芷饮片切面颜色的 L 值与欧前胡素含量及 5 种香豆素类成分总量之间均呈正相关,相关系数分别为 0.488 ($P>0.05$)、0.448 ($P>0.05$),总的趋势为川白芷饮片切面颜色越白,欧前胡素含量与 5 种香豆素类成分总量越高。此外,欧前胡素含量占 5 种

香豆素类成分总量 39.17%~47.63%，为 5 种香豆素类成分中的主要成分，与 5 种香豆素类成分总量之间呈显著正相关，相关系数为 0.947 ($P<0.01$)。结果见图 2。

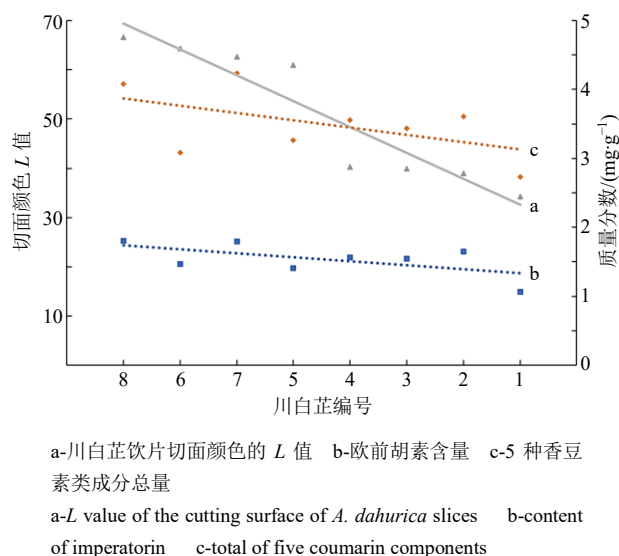


图 2 川白芷饮片切面颜色与欧前胡素含量及 5 种香豆素类成分总量之间的相关性

Fig. 2 Correlation between color of cutting surface of *A. dahurica* decoction pieces and content of imperatorin and total of five coumarin components

4 讨论

川白芷为著名的川产道地药材，为四川遂宁自明代由杭州引种杭白芷而得，有着 600 多年的栽培历史^[28]，在长期的生产实践中形成了传统的饮片切制方法。近年来，由于国家大力发展中药材产业，鼓励中药材产地趁鲜切制加工，并允许生产企业采购产地趁鲜切制的中药材。故本实验以产地趁鲜切制与传统切制方法对川白芷进行切制处理，并针对产地趁鲜切制及传统切制过程中不同含水量鲜切、干燥方法、软化方式等关键操作单元开展相关研究，以阐明切制方法对川白芷饮片质量的影响并探寻适宜的川白芷饮片切制方法。

产地趁鲜切制过程中以川白芷含水量为 50% 时切制为较适宜的川白芷饮片鲜切方法，产地趁鲜切制虽具有简易、节能、环保等优点^[29]，但所切制的川白芷饮片切面颜色整体偏黄，形成层环周围颜色加深，且药材在采挖后若不及时切制极易腐烂，故在产地趁鲜切制过程中需药农与饮片生产企业对接，以避免药材采挖后的腐烂问题^[25]及饮片在药材市场的销售问题。川白芷传统切制过程中较适宜的

切制方法为川白芷烘干 (50 ℃)，蒸透软化 15 min 后切制，传统切制川白芷饮片虽切面颜色更白，佛手柑内酯含量、花椒毒素含量、珊瑚菜素含量、欧前胡素含量、5 种香豆素类成分总量更高，但切制过程繁琐，费工费时^[29]，不利于中药材产业的健康快速发展。在川白芷饮片切面颜色与药效成分含量之间的相关性分析中，川白芷饮片切面颜色与药效成分含量之间略呈正相关，表明传统的白芷饮片质量评价及《中国药典》2020 年版中对白芷饮片的质量要求均具有一定的科学性与合理性。

综上分析，给出如下建议：①以切制过程简便、节能、环保为目的，建议在药农与生产企业实现对接的情况下将川白芷干燥至含水量 50% 时切制，该方法操作简单，节能环保，符合中药材产业健康发展的要求，所切制的川白芷饮片切面较为平整，欧前胡素含量位列第 3，5 种香豆素类成分总量位列第 3，PCA 综合评分位列第 3，但其切面颜色的 L 值位列第 6，颜色较差。②以川白芷饮片切面颜色更白、欧前胡素含量更高为目的，建议先将川白芷烘干 (50 ℃)，蒸透软化 15 min 后切制，该方法切制的川白芷饮片切面颜色的 L 值位列第 2，欧前胡素含量位列第 2，5 种香豆素类成分总量位列第 1，PCA 综合评分位列第 1，但在该切制方法中，增加了软化环节，切制过程相对繁琐。

利益冲突 所有作者均声明不存在利益冲突

参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2020: 109-110.
- [2] 马逾英, 郭丁丁, 蒋桂华, 等. 白芷种质资源的调查报告 [J]. 华西药学杂志, 2009, 24(5): 457-460.
- [3] 朱艺欣, 李宝莉, 马宏胜, 等. 白芷的有效成分提取、药理作用及临床应用研究进展 [J]. 中国医药导报, 2014, 11(31): 159-162.
- [4] 段金廛, 宿树兰, 吕洁丽, 等. 药材产地加工传统经验与现代科学认识 [J]. 中国中药杂志, 2009, 34(24): 3151-3157.
- [5] 段金廛, 肖小河, 宿树兰, 等. 中药材商品规格形成模式的探讨: 以当归为例 [J]. 中国现代中药, 2009, 11(6): 14-17.
- [6] 王佳琪, 罗婷, 江宇勤, 等. 白芷饮片等级标准初步研究 [J]. 时珍国医国药, 2020, 31(6): 1476-1480.
- [7] 陈林伟, 秦昆明, 朱艳汇, 等. 中药材产地加工的研究现状及展望 [J]. 中国中药杂志, 2015, 40(4): 602-606.
- [8] 马玉翠, 吴翠, 徐靓, 等. 白芷的产地盐水腌制干燥技术分析 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2018, 24(22): 17-21.
- [9] Li B, Zhang X, Wang J, et al. Simultaneous

- characterisation of fifty coumarins from the roots of *Angelica dahurica* by off-line two-dimensional high-performance liquid chromatography coupled with electrospray ionisation tandem mass spectrometry [J]. *Phytochem Anal*, 2014, 25(3): 229-240.
- [10] Pfeifer I, Murauer A, Ganzera M. Determination of coumarins in the roots of *Angelica dahurica* by supercritical fluid chromatography [J]. *J Pharm Biomed Anal*, 2016, 129: 246-251.
- [11] 雷云, 王威, 史洋, 等. 基于化学指纹图谱和多指标成分含量测定的白芷质量评价 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2015, 21(2): 36-39.
- [12] 舒翔, 叶小春, 陈军, 等. 高效液相色谱法同时测定白芷中欧前胡素和异欧前胡素的含量 [J]. 中国医院药学杂志, 2017, 37(5): 427-429.
- [13] 刘培, 陈京, 周冰, 等. 不同干燥加工方法及其条件对杭白芷中香豆素及挥发油类化学成分的影响 [J]. 中国中药杂志, 2014, 39(14): 2653-2659.
- [14] 李丽, 张村, 肖永庆, 等. 白芷饮片产地加工方法探索 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(5): 60-62.
- [15] 赵润怀, 段金彪, 高振江, 等. 中药材产地加工过程传统与现代干燥技术方法的分析评价 [J]. 中国现代中药, 2013, 15(12): 1026-1035.
- [16] 熊耀坤, 李斐, 刘志勇, 等. 中药材干燥研究现状及基础理论探讨 [J]. 江西中医药, 2015, 46(2): 56-60.
- [17] 陈琳, 唐志书, 宋忠兴, 等. 不同产地白芷药材 9 个呋喃香豆素成分的含量测定及其质量评价 [J]. 中国中药杂志, 2019, 44(14): 3002-3009.
- [18] 肖永庆, 李丽, 游小琳, 等. 白芷质量标准研究 [J]. 中国中药杂志, 2004, 29(7): 654-657.
- [19] 唐策, 范刚, 张艺, 等. 道地药材川白芷的质量标准提高研究 [J]. 中国药房, 2013, 24(3): 235-238.
- [20] 梁波, 徐丽珍, 邹忠梅, 等. 川白芷化学成分研究 [J]. 中草药, 2005, 36(8): 1132-1135.
- [21] 黄新苹, 包淑云, 杨隆河, 等. 中药川白芷的化学成分研究 [J]. 河南师范大学学报: 自然科学版, 2011, 39(4): 88-90.
- [22] 王洋, 权瑞, 刘扬. 以花蚤科为例的昆虫图像处理软件应用研究 [J]. 西南大学学报: 自然科学版, 2021, 43(1): 95-105.
- [23] 门宇凤, 马越, 于涵, 等. 白芍药材不同加工方法与其质量的相关性研究 [J]. 中草药, 2020, 51(8): 2214-2220.
- [24] 桑迎迎, 周国燕, 王爱民, 等. 中药材干燥技术研究进展 [J]. 中成药, 2010, 32(12): 2140-2144.
- [25] 徐博, 吴翠, 徐靓, 等. 白芷药材采后各环节影响质量的因素调研与对策建议 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2021, 27(3): 149-155.
- [26] 周冰. 白芷药材品质评价与适宜干燥加工方法优化研究 [D]. 南京: 南京中医药大学, 2015.
- [27] 张黄琴, 刘培, 钱大玮, 等. 基于多元功效成分的瓜蒌皮药材产地现代干燥加工方法研究 [J]. 中草药, 2020, 51(4): 950-964.
- [28] 王艺涵, 赵佳琛, 翁倩倩, 等. 经典名方中白芷的本草考证 [J]. 中国现代中药, 2020, 22(8): 1320-1330.
- [29] 赵志刚, 郜舒蕊, 闫滨滨, 等. 丹参药材产地趁鲜切制可行性初探 [J]. 中华中医药杂志, 2017, 32(2): 797-800.

[责任编辑 郑礼胜]