

基于 Weibull 分布函数模型及多指标分析探究不同干燥方法对酒苁蓉的影响

孙佳惠^{1,2,3}, 窦志英^{1,2,3*}, 汤世缘^{1,2,3}, 江张莉^{1,2,3}, 张 惠^{1,2,3}

1. 天津中医药大学中药学院, 天津 301617

2. 国家中医药管理局中药炮制技术传承基地, 天津 301617

3. 全国老药工传承工作室, 天津 301617

摘要: 目的 探究酒苁蓉 wine-steamed *Cistanche deserticola* 鼓风干燥、远红外干燥和真空微波干燥的干燥特性, 比较 3 种干燥方法对酒苁蓉饮片的影响, 并建立酒苁蓉饮片的筛选方法。方法 使用 Weibull 分布函数拟合酒苁蓉的水分比, 计算水分扩散系数和干燥活化能, 用以探究酒苁蓉的干燥特性; 测定酒苁蓉硬度、复水比、微观结构、颜色、滋味、气味和苯乙醇苷类成分松果菊苷、肉苁蓉苷 A、管花苷 A、毛蕊花糖苷、异毛蕊花糖苷和 2'-乙酰基毛蕊花糖苷, 分析不同方法干燥酒苁蓉的质地结构、性状和成分变化; 通过相关性分析建立了基于电子舌的酒苁蓉饮片筛选方法。结果 Weibull 分布函数的拟合效果良好; 水分扩散系数的变化解释了不同方法干燥酒苁蓉时的传质差异; 鼓风干燥、远红外干燥和真空微波干燥的能耗分别为 14.31、21.18、65.20 kJ/mol。基于酒苁蓉饮片质地、性状的偏最小二乘-判别分析 (partial least squares-discriminant analysis, PLS-DA) 模型可以区分真空微波干燥、远红外干燥和鼓风干燥饮片, 不同方法干燥酒苁蓉间的差异主要由整体滋味 (通用传感器, general-purpose sensor, PKS)、酸味、黄蓝色值 (blue/yellow coordinate, b^*) 和硬度产生。滋味与苯乙醇苷类成分间的相关性系数高, 具有显著性差异 ($P < 0.05$ 、 0.01), 可以用于酒苁蓉饮片的筛选。在所有干燥方法中, 远红外 60 °C 干燥酒苁蓉饮片中 6 种成分总量最高, 其次是远红外 40 °C 干燥、鼓风 80 °C 干燥和真空微波 76 °C 干燥。结论 Weibull 分布函数能够用于酒苁蓉饮片的干燥特性分析, 干燥对酒苁蓉的质地结构、性状和苯乙醇苷类成分均存在影响, 电子舌可以用于酒苁蓉饮片的初步筛选。

关键词: 酒苁蓉; 干燥; Weibull 分布函数; 质地结构; 性状; 苯乙醇苷; 鼓风干燥; 远红外干燥; 真空微波干燥; 水分扩散系数; 干燥活化能; 硬度; 复水比; 微观结构; 颜色; 滋味; 气味; 电子舌; 偏最小二乘法-判别分析

中图分类号: R283.6 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2024)21-7266-13

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2024.21.008

Effects of different drying methods on wine-steamed *Cistanche deserticola* based on Weibull function model and multi-index analysis

SUN Jiahui^{1,2,3}, DOU Zhiying^{1,2,3}, TANG Shiyuan^{1,2,3}, JIANG Zhangli^{1,2,3}, ZHANG Hui^{1,2,3}

1. School of Chinese Materia Medica, Tianjin University of Traditional Chinese Medicine, Tianjin 301617, China

2. Traditional Chinese Medicine Processing Techniques Heritage Base, National Administration of Traditional Chinese Medicine, Tianjin 301617, China

3. National Inheritance Studio of Expert Chinese Materia Medica, Tianjin 301617, China

Abstract: Objective To explore the drying process of wine-steamed *Cistanche deserticola* (WCD) by hot-air drying, far-infrared drying and vacuum microwave drying, compare the effects of three drying methods on WCD pieces, and establish a screening method for the quality of decoction pieces. **Methods** The Weibull distribution function is used to fit the moisture ratio of WCD, and the moisture diffusion coefficient and drying activation energy are calculated to explore the drying mechanism of WCD. The hardness, rehydration ratio, microstructure, color, taste, smell and phenylethanoid glycoside components (PGC) of WCD including echinacoside, cistanoside A, tubuloside A, acteoside, isoacteoside and 2'-acetylacteoside were determined to analysis the texture structure, properties and composition changes. Through correlation analysis, the quality screening method of WCD based on electronic tongue was

收稿日期: 2024-04-22

基金项目: 国家自然科学基金项目 (82274100)

作者简介: 孙佳惠 (1998—), 女, 硕士研究生, 研究方向为中药炮制与分析。E-mail: sunjiahui2021@163.com

*通信作者: 窦志英, 教授, 博士生导师, 从事中药炮制分析与质量控制研究。E-mail: zhiyingdou@163.com

established. **Results** The fitting effect of Weibull distribution function is good. The change of water diffusion coefficient explains the difference of mass transfer in different drying methods of WCD. The energy consumption of hot-air drying, far infrared drying and vacuum microwave drying are 14.31, 21.18, 65.20 kJ/mol respectively. Partial least squares-discriminant analysis (PLS-DA) model based on the texture and properties of WCD can distinguish vacuum microwave drying, far infrared drying and hot-air drying. The differences between different methods of drying WCD are mainly caused by the general-purpose sensor (PKS), sour taste, bule/yellow coordinate (b^*) and hardness. And the correlation coefficient between taste and PGC is high, with significant differences ($P < 0.05$, 0.01), which can be used to screen the quality of WCD. Among all the drying methods, the total amount of six components in the WCD pieces at 60 °C by far infrared is the highest, followed by far infrared drying at 40 °C, hot-air drying at 80 °C and vacuum microwave drying at 76 °C. **Conclusion** Weibull distribution function can be used to analyze the drying characteristics of WCD. Drying affects the texture structure, properties and PGC of WCD, and electronic tongue can be used to screen the quality of WCD.

Key words: wine-steamed *Cistanche deserticola* Y. C. Ma; drying; Weibull distribution function; texture structure; character; phenylethanoid glycosides; hot-air drying; far infrared drying; vacuum microwave drying; water diffusion coefficient; drying activation energy; hardness; rehydration ratio; microstructure; color; taste; smell; electronic tongue; partial least squares-discriminant

酒苁蓉是由肉苁蓉经黄酒蒸制后干燥得到的饮片。肉苁蓉是始载于《神农本草经》的上品药^[1],主五劳七伤、补中、补诸精虚之证,是中国传统名贵药材之一。《中国药典》2020 年版记载肉苁蓉的基原植物为列当科肉苁蓉属植物肉苁蓉 *Cistanche deserticola* Y. C. Ma 或管花肉苁蓉 *C. tubulosa* (Schenk) Wight 的干燥带鳞叶的肉质茎,归肾与大肠经,具有补肾阳、益精血、润肠通便的功效^[2]。

中药饮片的生产加工包括中药材净制、切制、炮炙、干燥等工序。干燥作为饮片生产加工过程中的重要环节,不仅决定了成品饮片的质量,也是实现中药饮片智能化、产业化生产中不可缺少的环节。酒苁蓉是滋补方剂中的常用饮片,相较于肉苁蓉干燥研究中引入的真空微波干燥、真空冷冻干燥、气体射流冲击干燥等新技术^[3-4],酒苁蓉的干燥方式主要是晒干和烘干。目前关于酒苁蓉的研究主要集中在炮制工艺^[5]、炮制前后成分及药效变化^[6-9]、增效物质基础研究^[10]及市售饮片质量分析^[11]等方面,针对酒苁蓉干燥环节的深入研究较少。因此,本实验选择具有实际可操作性的鼓风干燥、远红外干燥和真空微波干燥 3 种干燥方法,针对酒苁蓉干燥过程中的传质传热变化和不同方法干燥酒苁蓉饮片的品质变化进行研究。通过 Weibull 分布函数模型拟合酒苁蓉干燥过程中的水分变化,来分析酒苁蓉的干燥特性。相较于其他薄层干燥数学模型,Weibull 分布函数模型能够不受物料干燥阶段的限制拟合干燥曲线,通过公式中的参数 α 、 β 将干燥工艺与干燥过程直接关联,实现饮片干燥时间和含水率的控制,并对干燥工艺的筛选、优化具有重要指导作用^[12-13]。

干燥是一个动态过程,饮片干燥时往往伴随着性状、质地等多维度的变化。本实验从质构、微观

结构、颜色、滋味、气味、成分 6 个方面对酒苁蓉饮片进行多指标数字化表征,分析不同干燥条件对酒苁蓉饮片的影响。结合化学计量学与相关性分析建立酒苁蓉饮片的快速识别方法,为酒苁蓉饮片生产工艺的建立与质量控制提供新思路与方法。

1 仪器与材料

1.1 仪器

DHG-9245A 型电热恒温鼓风干燥箱,上海跃进医疗器械有限公司; YHG.300-BS-II 型远红外干燥箱,上海百典仪器设备有限公司; TD100020 型百分之一电子天平,天津天马衡基仪器有限公司; CM-5 型示差仪,日本柯尼卡美能达公司; FA2004 型万分之一电子天平,上海舜宇恒平仪器公司; EZ-LX 型质构仪,日本株式会社岛津制作所; RWBZ-08S 型真空微波干燥箱,南京苏恩瑞干燥设备有限公司; Merlin Compact 型高分辨率场发射扫描电子显微镜 (SEM),德国 ZEISS 公司; ASTREE II 型电子舌、ASTREE II 型电子鼻,法国 Alpha MOS 公司; Agilent 1260 型高效液相色谱,美国安捷伦科技有限公司。

1.2 材料

黄酒,酒精度 13%,浙江古越龙山绍兴酒股份有限公司酿造;蒸馏水、甲醇、乙醇、叔丁醇均为分析纯,屈臣氏集团;对照品毛蕊花糖苷(批号 Y21A9H59554)、松果菊苷(批号 Y29M10H84490)、肉苁蓉苷 A(批号 P14N9F74960)、2'-乙酰基毛蕊花糖苷(批号 O13GB163872)、异毛蕊花糖苷(批号 Y23D7H27551)、管花苷 A(批号 Y17J10H93295),质量分数均 $\geq 98.0\%$,上海源叶生物科技有限公司;肉苁蓉饮片购买自内蒙古阿拉善盟,内蒙古宏魁生物药业有限公司,经天津中医药大学李天祥教授鉴定为列当科肉苁蓉属植物肉苁蓉 *C. deserticola* Y. C.

Ma 干燥带鳞叶的肉质茎。肉苁蓉饮片与酒苁蓉饮片均保存于天津中医药大学中药学院炮制教研室。

2 方法

2.1 酒苁蓉饮片的制备

取适量肉苁蓉饮片(R)黄酒闷润后,参考课题组前期建立的酒蒸工艺蒸制酒苁蓉饮片^[5],取出放凉后分别用鼓风干燥 40、60、80 °C (G1~G3),远红外干燥 40、60、80 °C (H1~H3),真空微波干燥 70、76、80 °C (W1~W3),实时监控,至按《中国药典》2020 年版方法测定含水量<10%为止,即得各种干燥方法的酒苁蓉饮片。取干燥后的酒苁蓉饮片,经粉碎机粉碎后过四号筛,作为酒苁蓉饮片粉末使用,并保存在玻璃干燥器中。

2.2 基于 Weibull 分布函数模型的干燥机制分析

2.2.1 干燥方法 取蒸制后的酒苁蓉饮片记录初始质量(W_0)。将酒苁蓉饮片按照“2.1”项下设置的条件进行干燥。鼓风干燥和远红外干燥每 20 min 取出称定质量,真空微波干燥每 1.5 min 称定质量,记录饮片质量(W_t),直到饮片质量恒定,再称定质量(G)。每种干燥条件平行 3 份。

2.2.2 干燥动力学参数计算 干燥时的干基含水率(M)、干燥速率(drying rate, DR)和水分比(moisture ratio, MR)按公式(1)~(3)计算^[12-15]。

$$M=(W_t-G)/G \quad (1)$$

W_t 为干燥过程中任意时刻的酒苁蓉饮片质量, G 为酒苁蓉饮片质量恒定时的质量

$$DR=(M_t-M_{t-1})/\Delta t \quad (2)$$

$$MR=M_t/M_0 \quad (3)$$

M_t 为 t 时刻酒苁蓉饮片的干基含水率, M_{t-1} 为 $t-1$ 时刻酒苁蓉饮片的干基含水率, Δt 为两相邻时刻之间的时间差, M_0 为 0 时刻酒苁蓉饮片的干基含水率

2.2.3 Weibull 分布函数模型的建立 按公式(4)对酒苁蓉饮片干燥时的 MR 进行 Weibull 分布函数模型拟合^[12-15]。

$$MR=e^{-(t/\alpha)^\beta} \quad (4)$$

α 为尺度参数,其值约等于饮片干燥 63%时所用时间(min); β 为形状参数,其值与干燥初始阶段的干燥速率有关

使用 Origin pro 2021 软件对酒苁蓉饮片 MR- t 曲线进行 Weibull 分布函数模型拟合,拟合结果由均方根误差(root mean square error, RMSE)、离差平方和(χ^2)、决定系数(R^2)评价优劣。 R^2 越接近 1,曲线精度越高, χ^2 、RMSE 越小,表明模型的拟合误差越小,拟合越好。

2.2.4 有效水分扩散系数 (effective moisture diffusion coefficient, D_{eff})和干燥活化能(activation energy, E_a)的计算 基于 Fick 第 2 定律整理得到有关 D_{eff} 的计算公式(5)^[12-15],理论水分扩散系数(calculation moisture diffusion coefficient, D_{cal})根据公式(6)^[12-15]计算。

$$\ln MR=\ln(8/\pi^2)-\pi^2 t D_{\text{eff}}/L^2 \quad (5)$$

$$D_{\text{cal}}=L^2/\alpha \quad (6)$$

L 为酒苁蓉饮片厚度(m); t 为干燥时间(min); α 为模型中的尺度参数(min)

干燥 E_a 由公式(7)^[12-15]计算。

$$\ln D_{\text{eff}}=\ln D_0-E_a/RT \quad (7)$$

D_0 为 D_{eff} 的频率因子,是常数, m^2/s ; R 为摩尔气体常数,其值为 8.314 J/(mol·K); T 为热力学温度,其值为摄氏温度+273.15, K

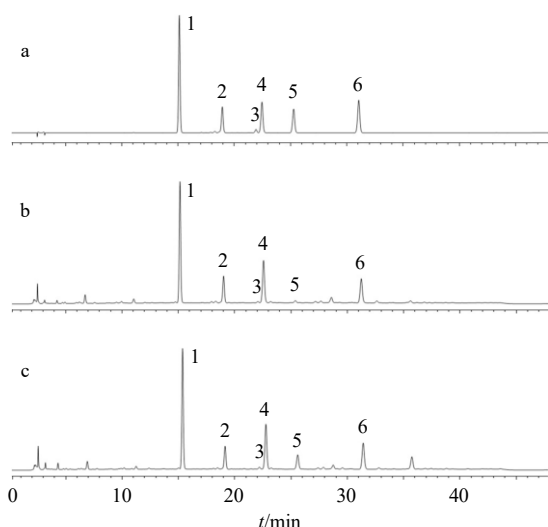
2.3 苯乙醇苷类成分含量测定

2.3.1 对照品溶液的制备 精密称取松果菊苷、肉苁蓉苷 A、管花苷 A、毛蕊花糖苷、异毛蕊花糖苷和 2'-乙酰基毛蕊花糖苷对照品适量,置于 5 mL 棕色量瓶中,用 50%甲醇溶解并定容,配制成质量浓度分别为 382.0、108.0、20.0、124.0、108.0、154.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合对照品溶液。

2.3.2 供试品溶液的制备 精密称定酒苁蓉饮片粉末(过四号筛) 0.5 g 于锥形瓶中,精密加入 50%甲醇 25 mL,密塞摇匀,称定质量,静置 30 min,超声(功率 150 W、频率 40 kHz) 40 min,放冷后补足减失的质量,4 500 r/min 离心(离心半径 16 cm) 10 min,取上清液,0.45 μm 微孔滤膜滤过,取续滤液作为供试品溶液^[5]。

2.3.3 色谱条件 参考文献方法^[5]。采用 Agilent Eclipse XDB-C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相为 0.1%甲酸水溶液-乙腈,梯度洗脱: 0~10 min, 9%~15%乙腈; 10~40 min, 15%~26%乙腈; 40~45 min, 26%~9%乙腈; 45~48 min, 9%乙腈;柱温 30 °C;进样量 10 μL ;检测波长 330 nm;体积流量 1.0 mL/min。典型色谱图见图 1。

2.3.4 线性关系考察 分别取“2.3.1”项下混合对照品溶液 100、200、400、600、800、1 000 μL 于 1 mL 量瓶中,定容,配置成系列质量浓度的混合对照品溶液,按照“2.3.3”项下色谱条件检测松果菊苷、肉苁蓉苷 A、管花苷 A、毛蕊花糖苷、异毛蕊花糖苷和 2'-乙酰基毛蕊花糖苷的峰面积。以各成分的质量浓度为横坐标(X),峰面积为纵坐标(Y)绘制标



1-松果菊苷; 2-肉苁蓉苷 A; 3-管花苷 A; 4-毛蕊花糖苷; 5-异毛蕊花糖苷; 6-2'-乙酰基毛蕊花糖苷。

1-echinacoside; 2-cistanoside A; 3-tubuloside A; 4-acteoside; 5-isoacteoside; 6-2'-acetylacteoside.

图 1 混合对照品 (a)、肉苁蓉饮片样品 (b) 和酒苁蓉饮片样品 (W1, c) 的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC of mixed reference substances (a), *C. deserticola* sample (b) and WCD sample (W1, c)

准曲线, 进行线性回归, 得线性回归方程分别为松果菊苷 $Y=12.341X+2.0127$, $R^2=0.9995$, 线性范围 $19.1\sim382.0\text{ }\mu\text{g/mL}$; 肉苁蓉苷 A $Y=11.622X-0.0608$, $R^2=0.9994$, 线性范围 $5.0\sim108.0\text{ }\mu\text{g/mL}$; 管花苷 A $Y=8.3971X-0.8203$, $R^2=0.9994$, 线性范围 $1.0\sim20.0\text{ }\mu\text{g/mL}$; 毛蕊花糖苷 $Y=13.359X-2.0066$, $R^2=0.9993$, 线性范围 $6.2\sim124.0\text{ }\mu\text{g/mL}$; 异毛蕊花糖苷 $Y=12.634X-2.1007$, $R^2=0.9992$, 线性范围 $5.4\sim108.0\text{ }\mu\text{g/mL}$; 2'-乙酰基毛蕊花糖苷 $Y=12.613X-1.1899$, $R^2=0.9993$, 线性范围 $7.7\sim154.0\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

2.3.5 精密度考察 取“2.3.1”项下混合对照品溶液, 按照“2.3.3”项下色谱条件连续进样 6 次, 6 种苯乙醇苷类成分松果菊苷、肉苁蓉苷 A、管花苷 A、毛蕊花糖苷、异毛蕊花糖苷和 2'-乙酰基毛蕊花糖苷峰面积的 RSD 分别为 0.08%、0.48%、0.92%、0.04%、0.10%、0.06%, 结果表明该仪器的精密度良好。

2.3.6 稳定性考察 取酒苁蓉饮片粉末 (W2), 按照“2.3.2”项下方法制备供试品溶液, 分别在制备后 0、2、4、6、8、12、24 h 进样测定, 6 种苯乙醇苷类成分松果菊苷、肉苁蓉苷 A、管花苷 A、毛蕊花糖苷、异毛蕊花糖苷和 2'-乙酰基毛蕊花糖苷峰面积的 RSD 分别为 0.35%、0.42%、1.92%、0.63%、

1.88%、0.45%, 结果表明供试品溶液在 24 h 内稳定性良好。

2.3.7 重复性考察 取同一酒苁蓉饮片粉末 (W2) 6 份, 按“2.3.2”项下方法制备 6 份供试品溶液, 按照“2.3.3”项下色谱条件进样检测, 6 种苯乙醇苷类成分松果菊苷、肉苁蓉苷 A、管花苷 A、毛蕊花糖苷、异毛蕊花糖苷和 2'-乙酰基毛蕊花糖苷质量分数的 RSD 分别为 0.39%、0.44%、1.66%、0.78%、1.79%、0.96%, 结果表明该方法的重复性良好。

2.3.8 加样回收率考察 取 6 种苯乙醇苷类成分含量已测知的酒苁蓉饮片粉末 (W2) 6 份, 每份 0.25 g, 精密称定, 加入与饮片中各成分含量相当的对照品, 按照“2.3.2”项下方法制备供试品溶液, 按照“2.3.3”项下色谱条件进样检测, 6 种苯乙醇苷类成分松果菊苷、肉苁蓉苷 A、管花苷 A、毛蕊花糖苷、异毛蕊花糖苷和 2'-乙酰基毛蕊花糖苷的平均加样回收率分别为 96.18%、96.58%、100.01%、99.12%、98.73%、98.88%, RSD 分别为 0.56%、0.86%、0.87%、0.43%、0.36%、0.19%, 结果表明该方法的加样回收率合格。

2.4 硬度与复水比测定

质构仪加载棒状探头直径 2 mm, 下行速度 1.0 mm/s, 测试速度 0.5 mm/s, 测试后回程速度 1.0 mm/s, 行程 13 mm。样品重复测定 6 次, 取平均值。

酒苁蓉饮片以 1:10 的比例加水浸泡, 20 min 后沥干, 用吸水纸吸干表面水分后称定其质量, 按照公式 (8) 计算饮片的复水比, 每份饮片平行 3 次, 取平均值。

$$\text{复水比} = \text{沥水后质量} / \text{饮片质量} \quad (8)$$

2.5 微观结构观察

将酒苁蓉饮片切制成 1 cm 见方的块状, 用甲醇浸泡固定, 然后使用乙醇梯度脱水, 叔丁醇置换, 于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冷冻 24 h, $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 真空冷冻干燥。

酒苁蓉块表面镀层导电, 设置电压 3.00 kV, 放大 500 倍, 保持真空系统 $\leq 5\text{ mPa}$, 调节聚焦无拉长后拍摄样品图像。使用 Image J 软件对 SEM 的微观结构图片进行处理。

2.6 颜色测定

将酒苁蓉饮片粉末 (过四号筛) 置于无色平皿中, 保持高度一致, 设置检测观察角度 2° , D65 光源, 照明口径 30 mm。经白板 (明亮度值 $L^*=100$ 、黄蓝色值 $a^*=0$ 、红绿色值 $b^*=0$) 参照校正后, 测得各样品的 L^* 、 a^* 、 b^* 值, 通过公式 (9) 计算总色

度值 (E_{ab}^*)。

$$E_{ab}^* = (L^{*2} + a^{*2} + b^{*2})^{1/2} \quad (9)$$

2.7 滋味测定

取酒苁蓉粉末(过四号筛) 0.5 g, 精密称定, 加入蒸馏水 25 mL, 混合均匀后静置 30 min, 30 °C 超声(功率 150 W、频率 40 kHz) 20 min, 4 500 r/min 离心(离心半径 16 cm) 10 min, 滤取上清液; 滤渣加入 25 mL 水, 再次超声、离心, 滤取上清液; 合并上清液, 并于 50 mL 量瓶中定容, 作为待测样品溶液。电子舌使用 0.01 mol/L 的盐酸溶液和蒸馏水预平衡、校准后使用。将待测样品溶液倒入电子舌专用烧杯(25 mL)中, 按编号放入自动进样器, 每份样品检测 5 次, 取后 3 次结果的平均值用于数据分析。

2.8 气味测定

取酒苁蓉粉末(过四号筛) 1.0 g, 精密称定, 放入 20 mL 顶空进样瓶中, 加盖密封后 60 °C 加热震荡 15 min, 设置进样体积 4 000 μ L, 进样口温度 200 °C, 捕集阱初始温度 40 °C, 初始柱温 40 °C,

程序升温以 1 °C/s 的速率升温至 80 °C, 以 2 °C/s 的速率升温至 204 °C, 10 s 后以 1 °C/s 的速率升温至 250 °C 并持续 20 s, 样品采集时间为 181 s。每份样品平行 5 次。使用正构烷烃($C_6 \sim C_{16}$)作为标准品对气味峰进行校准, 计算 Kavots 保留指数(Kavots retention index, KRI), 并在 Arochembase 数据库中定性可能存在的气味成分。

3 结果

3.1 干燥动力学过程分析

图 2 结果显示, 酒苁蓉饮片鼓风干燥过程中温度越高, 酒苁蓉饮片的初始干燥速率越高, 单位时间内失水越多, 曲线越“陡”, 干燥时间越短。60、80 °C 干燥条件下, 酒苁蓉饮片的干燥以降速干燥阶段为主, 水分从饮片内部到表面的迁移速率决定了饮片的干燥速率。40 °C 干燥条件下, 酒苁蓉饮片的鼓风干燥过程出现了恒速干燥和降速干燥 2 个干燥阶段, 干燥速率由内外部水分迁移速率共同决定, 逐渐转变为由水分内部迁移速率决定。

基于图 3 分析远红外干燥过程可知, 温度越高,

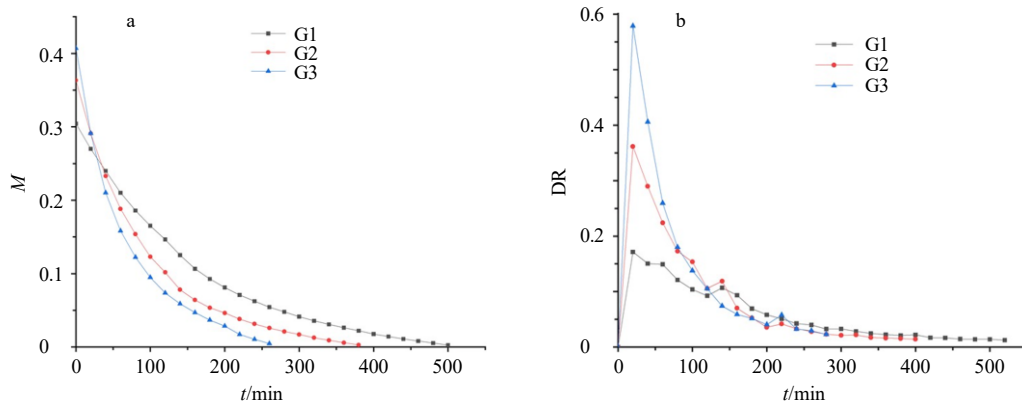


图 2 酒苁蓉饮片鼓风干燥 3 种温度下的 $M-t$ (a) 和 $DR-t$ (b) 曲线

Fig. 2 $M-t$ (a) and $DR-t$ (b) curves of three temperatures for hot-air drying of WCD decoction pieces

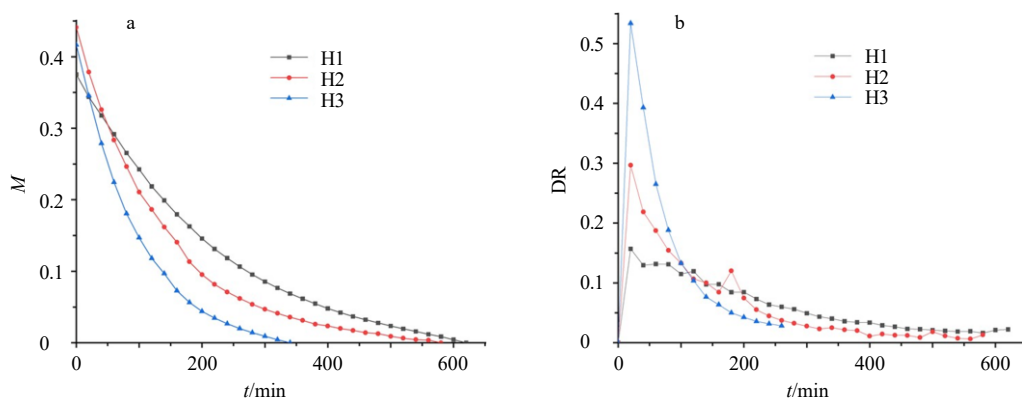


图 3 酒苁蓉饮片远红外干燥 3 种温度的 $M-t$ (a) 和 $DR-t$ (b) 曲线

Fig. 3 $M-t$ (a) and $DR-t$ (b) curves of three temperatures for far infrared drying of WCD decoction pieces

饮片初始干燥速率越高,水分散失越快,干燥时间越短。40 ℃干燥时酒苁蓉饮片存在约 140 min 的恒速干燥阶段。60、80 ℃干燥条件下,酒苁蓉饮片的干燥整体以降速干燥过程为主。

图 4 结果显示,真空微波干燥 3 个温度条件下,酒苁蓉饮片的 M 变化相似,符合温度越高,失水越快,干燥时间越短的趋势。真空微波干燥的干燥时间较其他 2 种干燥方法有明显的缩短,这是由真空

微波干燥的原理所致,也是其优势之一。随着温度的升高,饮片干燥速率增大。真空微波 70、76 ℃干燥过程中存在明显的恒速干燥阶段。

3.2 Weibull 分布函数模型拟合结果

采用 Weibull 分布函数模型对不同干燥方法酒苁蓉饮片 $MR-t$ 曲线的拟合结果见图 5。由表 1 可知,所有拟合曲线的 R^2 均在 0.998 6~0.999 6, RMSE 在 5.34~10.60 mg/g, χ^2 在 $3.162\ 6\times 10^{-5}$ ~ $4.426\ 6\times$

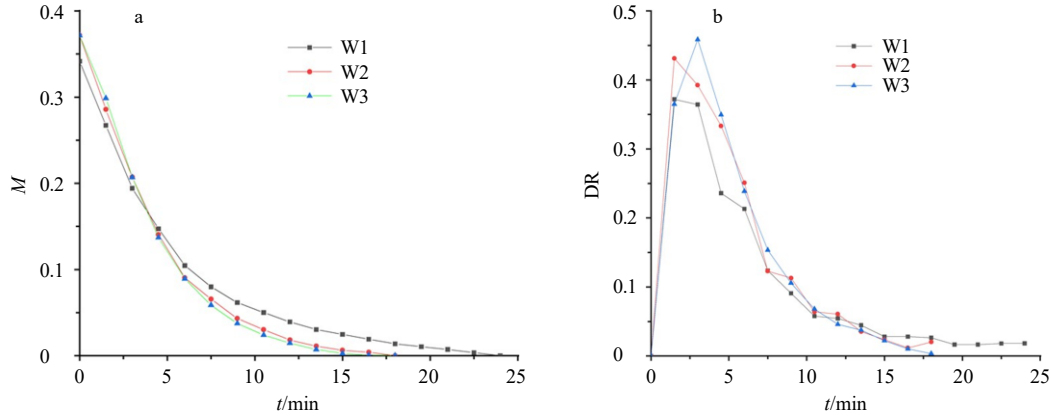


图 4 酒苁蓉饮片真空微波干燥 3 种温度下的 $M-t$ (a) 和 $DR-t$ (b) 曲线

Fig. 4 $M-t$ (a) and $DR-t$ (b) curves of three temperatures for vacuum microwave drying of WCD decoction pieces

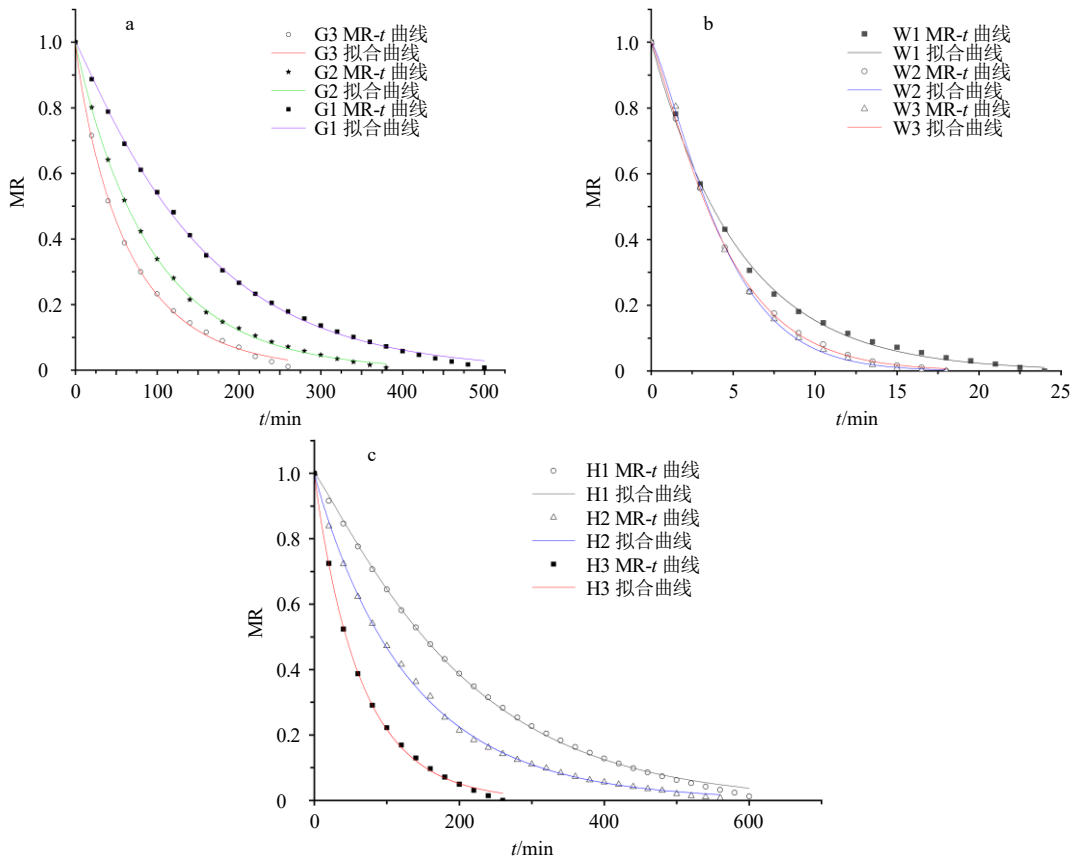


图 5 酒苁蓉饮片鼓风干燥 (a)、真空微波干燥 (b)、远红外干燥 (c) 的 Weibull 分布函数模型拟合曲线

Fig. 5 Weibull distribution function model fitting curves of hot-air drying (a), vacuum microwave drying (b) and far infrared drying (c) of WCD decoction pieces

表 1 Weibull 分布函数模型的拟合参数
Table 1 Fitting parameters of Weibull distribution function model

干燥方法	α	β	R^2	RMSE/(mg·g ⁻¹)	χ^2
G1	155.091 4	1.081 3	0.999 2	7.94	6.823 0×10 ⁻⁵
G2	92.706 9	0.971 0	0.999 6	5.34	3.162 6×10 ⁻⁵
G3	65.167 7	0.899 1	0.999 0	8.90	9.228 0×10 ⁻⁵
H1	208.609 2	1.125 0	0.999 1	8.46	7.667 2×10 ⁻⁵
H2	132.296 0	0.970 3	0.999 2	7.54	6.105 5×10 ⁻⁵
H3	64.298 5	0.959 6	0.999 1	8.54	8.538 4×10 ⁻⁵
W1	5.362 7	1.005 6	0.998 6	10.60	1.273 0×10 ⁻⁴
W2	4.621 7	1.179 4	0.999 6	6.12	4.426 6×10 ⁻⁴
W3	4.605 3	1.284 0	0.999 6	6.58	5.120 5×10 ⁻⁵

10⁻⁴, 表明该模型对酒苁蓉饮片 MR 随 t 变化的拟合精度良好、误差较小, 具有很好的拟合效果, 可以用于酒苁蓉饮片的干燥过程分析。

α 为与干燥时间有关的参数, α 值越大, 表明饮片干燥完成所需的时间越长。鼓风干燥、远红外干燥和真空微波干燥的 α 值均呈现随温度升高而减小的趋势, 表明随着温度的升高, 饮片的干燥时间缩短; 真空微波干燥时间最短; 相同温度条件下, 鼓风干燥时间小于远红外干燥时间。

β 为与干燥阶段有关的参数, $\beta > 1$, 干燥过程中存在恒速干燥阶段, 干燥速率曲线中存在“z”形部分, 此时干燥速率由内外水分迁移共同决定; β 在 0~1 时, 干燥过程以降速干燥为主。酒苁蓉饮片大部分干燥条件下均存在恒速干燥阶段, 仅在 60、80 °C 鼓风干燥和远红外干燥 4 个干燥条件下酒苁蓉饮片整体呈现降速干燥阶段。

3.3 水分扩散系数及干燥 E_a 计算结果

从表 2 中可以发现, D_{eff} 和 D_{cal} 具有相同的变化

表 2 水分扩散系数及干燥 E_a 计算结果

Table 2 Moisture diffusion coefficient and drying activation energy calculation results

样品	$D_{\text{eff}}/(\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1})$	$D_{\text{cal}}/(\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1})$	$E_a/(\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1})$
G1	7.386 0×10 ⁻⁹	5.803 0×10 ⁻⁸	14.31
G2	1.021 3×10 ⁻⁸	9.708 8×10 ⁻⁸	
G3	1.377 0×10 ⁻⁸	1.381 1×10 ⁻⁷	
H1	5.745 0×10 ⁻⁹	4.314 0×10 ⁻⁸	21.18
H2	7.204 0×10 ⁻⁹	6.803 0×10 ⁻⁸	
H3	1.459 0×10 ⁻⁸	1.399 7×10 ⁻⁷	
W1	1.685 2×10 ⁻⁷	1.678 3×10 ⁻⁶	65.20
W2	2.527 8×10 ⁻⁷	1.947 3×10 ⁻⁶	
W3	3.212 6×10 ⁻⁷	1.954 3×10 ⁻⁶	

趋势。酒苁蓉饮片各干燥条件按 D_{eff} 排序为远红外 40 °C 干燥 < 远红外 60 °C 干燥 < 鼓风 40 °C 干燥 < 鼓风 60 °C 干燥 < 鼓风 80 °C 干燥 < 远红外 80 °C 干燥 < 真空微波 70 °C 干燥 < 真空微波 76 °C 干燥 < 真空微波 80 °C 干燥。在同一干燥方法中, 水分扩散系数随温度增加而增大, 饮片中水分更快地迁移、蒸发, 从而使干燥速率升高、干燥时间缩短。在 3 种干燥方法中, 真空微波干燥酒苁蓉的水分扩散系数最大。酒苁蓉饮片干燥 E_a 计算结果显示, 相较于真空微波干燥, 鼓风干燥和远红外干燥能耗更小。

3.4 苯乙醇苷类成分含量测定

酒苁蓉饮片中苯乙醇苷类成分的含量测定结果见表 3。经计算, 不同干燥方法酒苁蓉饮片中松果菊苷和毛蕊花糖苷总量在 0.65%~1.53%, 均 > 0.30%, 均符合《中国药典》2020 年版要求。

表 3 酒苁蓉饮片中 6 种苯乙醇苷类成分含量测定结果

Table 3 Content determination results of six phenylethanoid glycosides in WCD decoction pieces

样品	质量分数/(mg·g ⁻¹)						总量
	松果菊苷	肉苁蓉苷	管花苷 A	毛蕊花糖苷	异毛蕊花糖苷	2'-乙酰基毛蕊花糖苷	
W1	7.55	1.86	0.22	3.51	1.28	2.53	16.95
W2	8.87	2.95	0.18	2.62	1.05	1.50	17.17
W3	8.19	2.59	0.14	2.51	0.96	1.56	15.95
H1	11.16	2.49	0.17	3.30	1.20	2.30	20.62
H2	11.02	2.69	0.17	4.27	1.86	1.94	21.95
H3	4.81	1.83	0.12	1.69	0.62	0.85	9.92
G1	7.64	1.80	0.17	2.44	0.87	2.11	15.03
G2	8.34	2.36	0.22	2.29	1.18	1.39	15.78
G3	9.37	3.09	0.27	3.35	1.28	1.75	19.11
R	8.98	2.52	0.18	3.92	0.21	2.68	18.47

酒苁蓉饮片鼓风干燥时, 随着温度升高, 毛蕊花糖苷和 2'-乙酰基毛蕊花糖苷的含量先降低后升高, 其余 4 种成分含量均随温度升高而升高; 以 80 °C 干燥条件下 6 种成分总量最高。酒苁蓉饮片远红外干燥时, 随着温度升高, 松果菊苷、管花苷 A 和 2'-乙酰基毛蕊花糖苷含量降低, 其余 3 种成分均出现含量先升高后降低的变化; 以 60 °C 干燥条件下 6 种成分总量最高。酒苁蓉饮片真空微波干燥时, 随着温度升高, 松果菊苷和肉苁蓉苷 A 含量先升高后降低, 其余 4 种成分含量均随着温度升高而降低; 3 个干燥温度条件下, 酒苁蓉饮片中 6 种成分的总量相近, 以 76 °C 干燥条件下最高。在所有干燥方法中, 远红外 60 °C 干燥酒苁蓉饮片中 6 种

成分总量最高,其次是远红外 40 ℃干燥、鼓风 80 ℃干燥和真空微波 76 ℃干燥。

3.5 酒苁蓉饮片的微观结构观察及质地测定结果

不同干燥酒苁蓉饮片的微观结构观察结果见图 6~8。在真空微波干燥过程中,受真空和微波的双重影响,水分快速气化蒸发产生膨化作用,使酒苁蓉饮片内部结构产生孔洞和孔隙。由表 4 结果可知,随着温度升高,真空微波干燥酒苁蓉饮片的膨化作用明显,孔隙率也随之增大,并使酒苁蓉饮片硬度降低。复水比受酒苁蓉饮片表面致密层影响,出现温度升高复水比下降的变化趋势。随着温度升高,

远红外干燥酒苁蓉饮片的孔隙率、复水比和硬度先增加后减小,80 ℃干燥酒苁蓉饮片结构致密,使孔隙率与复水比均有所减小。鼓风干燥酒苁蓉饮片的复水比和孔隙率变化不大,硬度随温度增加而增加。

3.6 酒苁蓉饮片的性状测定结果

由表 5 可知,干燥对酒苁蓉饮片的红绿色值 a^* 影响较小,总色度值 E_{ab}^* 、明亮度值 L^* 和黄蓝色值 b^* 的变化趋势相似。在远红外干燥过程中,随着温度升高,酒苁蓉饮片出现明亮度值 L^* 减小、黄蓝色值 b^* 减少的变化,饮片整体颜色加深;在真空微波干燥过程中,饮片颜色随温度的变化与远红外干燥

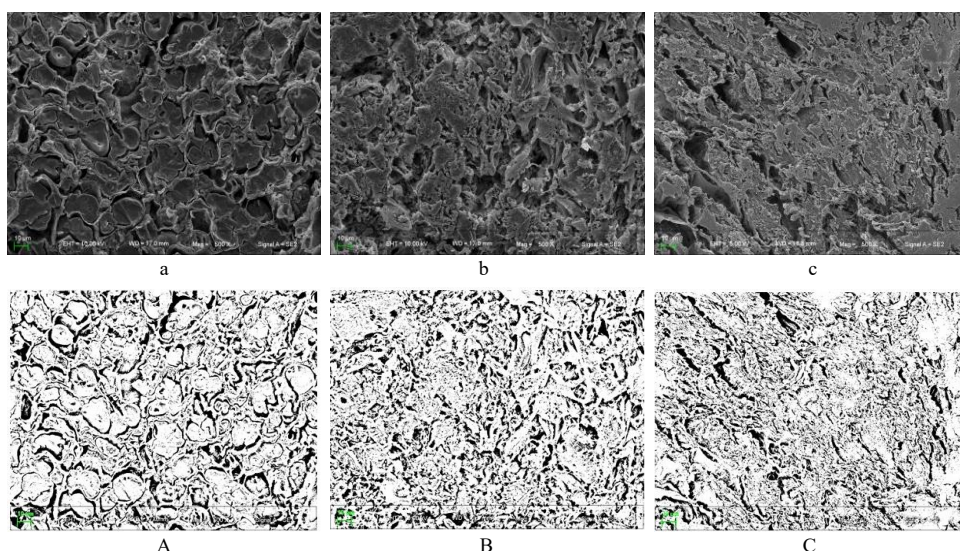


图 6 鼓风 40、60、80 ℃干燥酒苁蓉饮片微观结构的 SEM 图 (a~c) 和二值化图 (A~C) (×500)

Fig. 6 SEM diagram (a—c) and binary diagram (A—C) of WCD decoction pieces microstructure of hot-air drying 40, 60, 80 ℃ (×500)

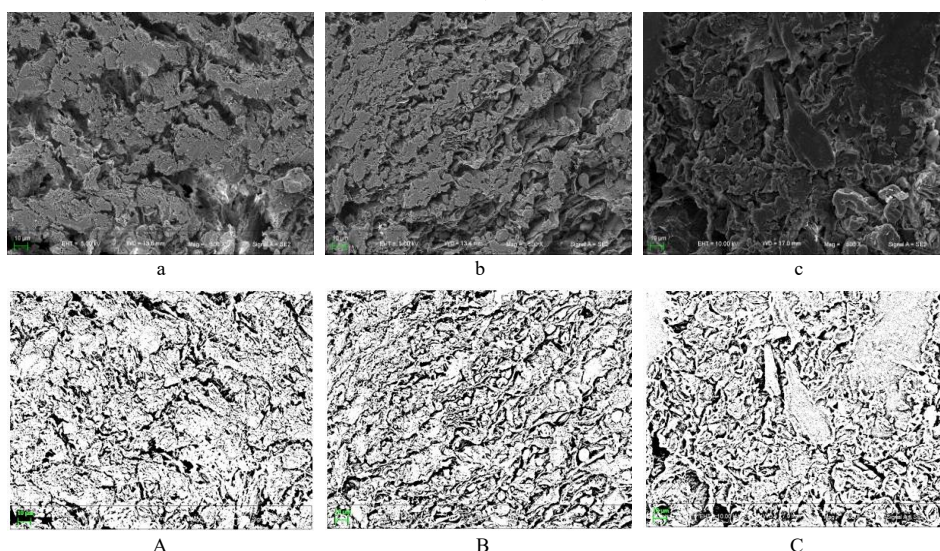


图 7 远红外 40、60、80 ℃干燥酒苁蓉饮片微观结构的 SEM 图 (a~c) 和二值化图 (A~C) (×500)

Fig. 7 SEM diagram (a—c) and binary diagram (A—C) of WCD decoction pieces microstructure of far infrared drying 40, 60, 80 ℃ (×500)

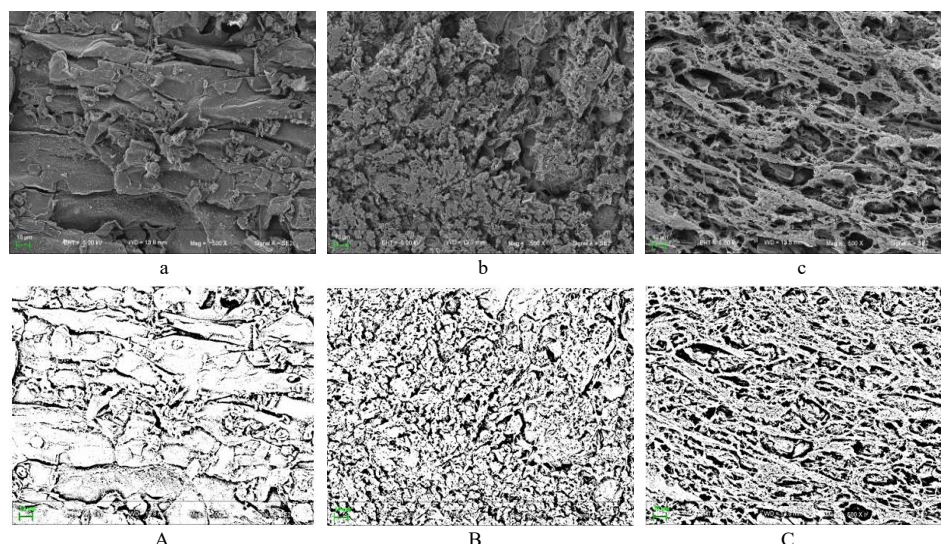


图 8 真空微波 70、76、80 °C 干燥酒苁蓉饮片微观结构的 SEM 图 (a~c) 和二值化图 (A~C) (×500)

Fig. 8 SEM diagram (a—c) and binary diagram (A—C) of WCD decoction pieces microstructure of vacuum microwave drying 70, 76, 80 °C (× 500)

表 4 酒苁蓉饮片硬度、复水率和孔隙率测定结果

Table 4 Results of hardness, rehydration ratio and poriness of WCD decoction pieces

样品	硬度/N	复水比	孔隙率/%	样品	硬度/N	复水比	孔隙率/%
W1	85.71	1.44	19.93	H3	83.78	1.21	26.86
W2	36.90	1.35	29.60	G1	98.47	1.24	25.92
W3	19.79	1.34	36.11	G2	103.51	1.23	25.38
H1	39.98	1.20	28.11	G3	121.28	1.23	25.36
H2	95.17	1.25	32.29				

表 5 酒苁蓉饮片颜色测定结果

Table 5 Color determination results of WCD decoction pieces

样品	L^*	a^*	b^*	E_{ab}^*	样品	L^*	a^*	b^*	E_{ab}^*
H1	32.72	8.34	19.27	38.88	W3	26.84	9.96	18.21	33.93
H2	28.16	10.13	19.03	35.46	G1	21.80	9.27	14.35	27.70
H3	25.51	10.66	18.09	33.04	G2	26.53	10.34	17.54	33.44
W1	35.24	10.17	23.25	43.43	G3	28.63	9.97	17.60	35.05
W2	34.56	9.61	22.37	42.28					

相似；在鼓风干燥过程中，饮片颜色随温度的变化与远红外干燥相反，随着温度升高，明亮度值 L^* 增加、黄蓝色值 b^* 增加，饮片整体颜色变浅。从饮片总色度值 E_{ab}^* 来看，真空微波 70 °C 干燥 > 真空微波 76 °C 干燥 > 远红外 40 °C 干燥 > 远红外 60 °C 干燥 > 鼓风 80 °C 干燥 > 真空微波 80 °C 干燥 > 鼓风 60 °C 干燥 > 远红外 80 °C 干燥 > 鼓风 40 °C 干燥，这表明真空微波干燥酒苁蓉饮片颜色较浅，其次是低温远红外干燥和高温鼓风干燥。

由图 9 酒苁蓉饮片滋味考察结果可知，不同干

燥方法饮片的滋味呈现苦味 (sensitive to bitterness, SCS) 突出，酸味 (sensitive to sourness, AHS) 和整体滋味 (通用传感器, general-purpose sensor, PKS) 波动明显的变化；AHS 和 PKS 变化趋势为远红外干燥 > 鼓风干燥 > 真空微波干燥；说明远红外干燥的饮片滋味偏酸苦，真空微波干燥的饮片苦味明显，鼓风干燥饮片的滋味处于二者之间。

由图 10 可知，酒苁蓉饮片含量较高的气味成分较少，前 90 s 包含酒苁蓉饮片的主要气味，干燥主要影响了酒苁蓉饮片中的气味含量。基于 KRI 定性酒苁蓉饮片中可能存在的气味成分，表 6 结果显示，3 种干燥方法处理的酒苁蓉饮片中定性出 37 种可能存在的气味成分，酒苁蓉饮片的整体气味描述为草木香、花果甜香，并带有部分酸味、酒味和焦香气。

3.7 化学计量学分析

使用 Simca 13.0 软件对酒苁蓉饮片的性状和质地测定结果进行化学计量学分析，采用颜色、滋味和硬度数据用于建立分析模型。PCA 结果见图 11-a，双主成分的累积方差解释率 $R_X^2_{cum}=0.695$ ，预测值 $Q^2_{cum}=0.482$ ，双主成分能够解释 69.5% 的信息，且 PCA 模型的预测能力较好。结合层次聚类分析发现，酒苁蓉饮片的干燥方法可以聚为 3 类，3 种温度鼓风干燥与远红外 80 °C 干燥、真空微波 80 °C 干燥聚为一类 (III 类)。

建立偏最小二乘-判别分析 (partial least squares-discriminant analysis, PLS-DA) 模型对酒苁蓉饮片的干燥方法进行分析，结果如图 11-b 所示，解释率

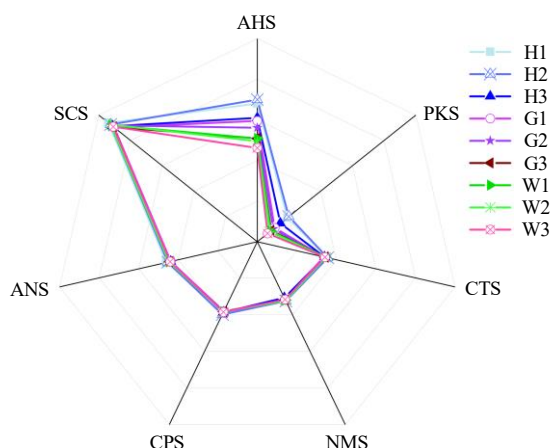


图 9 酒苁蓉饮片滋味结果

Fig. 9 Taste test results of WCD decoction pieces

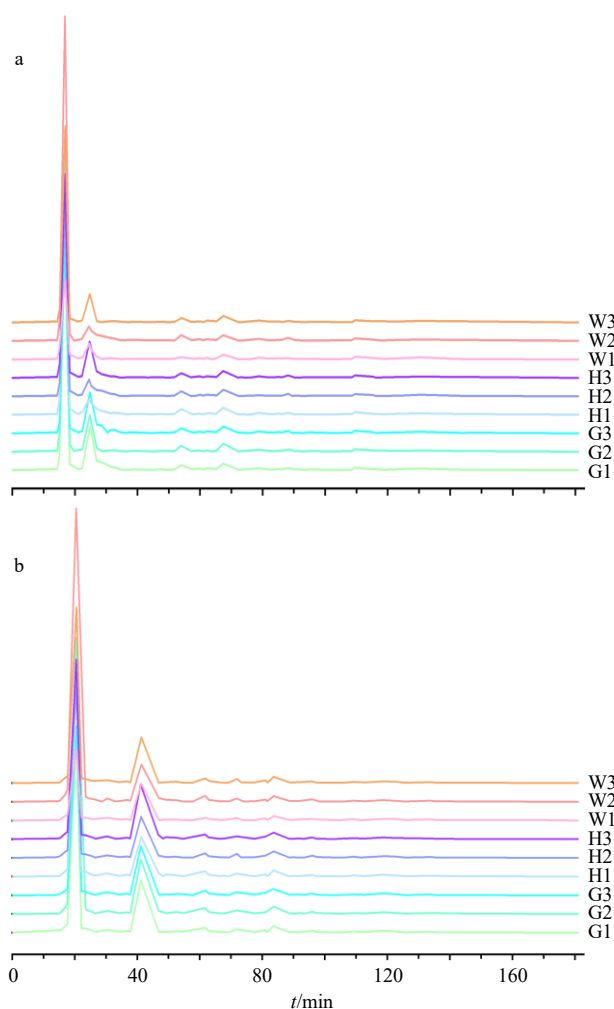


图 10 酒苁蓉饮片 MXT-5-FID1 气味峰 (a)、MXT-1701-FID2 气味峰 (b)

Fig. 10 Smell peak of WCD decoction pieces in MXT-5-FID1 (a) and MXT-1701-FID2 (b)

$R^2_{cum}=0.683$, $R^2_{Ycum}=0.711$, 预测值 $Q^2_{cum}=0.614$, 相比于 PCA 模型, PLS-DA 模型的双主成解释释

变化不大,但对酒苁蓉饮片干燥方法的预测性增加。图 11-b 显示,鼓风干燥、远红外干燥和真空微波干燥酒苁蓉饮片在性状、质地方面区分明显。

从图 12 变量投影重要性 (variable importance in projection, VIP) 结果可以发现,3 种干燥方法之间, $VIP>1$ 的变量为整体滋味 PKS ($VIP=1.5181$)、酸味 AHS ($VIP=1.4539$)、黄蓝色值 b^* ($VIP=1.1128$) 和硬度 ($VIP=1.0063$),这表明 3 类酒苁蓉饮片之间的性状差异主要由以上 4 个变量产生。

对已建立的 PLS-DA 模型进行 200 次置换检验,图 13 结果显示, R^2 的 Y 轴截距为 $0.0592<0.3$, Q^2 的 Y 轴截距为 $-0.286<0.05$,说明构建的 PLS-DA 模型不存在过度拟合,预测能力良好,能够有效描述不同干燥方法的酒苁蓉饮片之间的成分差异,可以用于酒苁蓉饮片干燥方法的区分。

3.8 酒苁蓉饮片的筛选

以上研究发现,真空微波干燥酒苁蓉饮片硬度小,孔隙率和复水比高,饮片亮度高,颜色最浅,苦味明显,酸味小,以 76°C 干燥饮片的苯乙醇苷类成分含量高;远红外干燥酒苁蓉饮片硬度、复水比和孔隙率适中,饮片颜色随温度升高而加深,滋味以苦酸明显, 60°C 干燥饮片的苯乙醇苷类成分含量高;鼓风干燥酒苁蓉饮片硬度高,复水比适中,孔隙率小,结构致密,饮片颜色随温度升高而变浅,滋味呈现苦中略酸,苯乙醇苷类成分含量以 80°C 干燥品为高。

为了建立酒苁蓉饮片的筛选方法,将酒苁蓉中的苯乙醇苷类成分含量与颜色、主要气味峰、滋味和硬度数据进行相关性分析。结果见图 14,颜色、硬度和气味与苯乙醇苷类成分之间的相关性系数较小,显著性差异指标少,不建议作为酒苁蓉饮片的筛选指标;滋味与苯乙醇苷类成分含量之间相关性系数高,相关系数 (r) 在 $0.382\sim0.827$,差异显著 ($P<0.05$ 、 0.01),因此可以使用电子舌测定饮片滋味用以初步判断酒苁蓉饮片的质量。当酒苁蓉饮片的 CTS、NMS 和 ANS 值较高时,表明饮片中松果菊苷、毛蕊花糖苷和异毛蕊花糖苷的含量相对较高,饮片质量好。

4 讨论

从 Weibull 分布函数干燥模型的拟合结果来看,参数 α 、 β 的变化与酒苁蓉饮片的干燥动力学过程一致,且结果更直观、简便,表明基于 Weibull 分布函数建立的干燥模型可以有效模拟酒苁蓉饮片干燥过

表 6 不同干燥方法酒苁蓉饮片中可能存在的气味成分

Table 6 Possible odor components in WCD decoction pieces with different drying methods									
编号	tr/min	KRI		化学式	名称	保留 指数	感官描述		
		MXT-5	MXT-1701						
1	14.37	440	492	C ₂ H ₄ O	乙醛	96.56	醛基、新鲜、水果、辛辣的		
2	16.83	498	623	C ₄ H ₁₀ O	叔丁醇	95.03	樟脑		
3	18.36	534	551	C ₂ H ₂ Cl ₂	1,1-二氯乙烯	94.09	氯仿、淡味的、甜的		
4	20.97	596	941	C ₂ H ₆ OS	巯基乙醇	90.95	强烈的、含硫的		
5	24.86	688	859	C ₄ H ₈ O ₂	3-羟基-2-丁酮	92.51	咖啡、乳制品、油腻的、甜的、木头味		
6	26.94	714	698	C ₇ H ₁₆	正庚烷	96.70	烷烃、水果、汽油、甜的		
7	28.61	728	731	C ₇ H ₁₄	甲基环己烷	96.07	头晕的、水果、甜的		
8	31.42	753	828	C ₅ H ₈ O ₂	巴豆酸甲酯	97.59	黑加仑、水果		
9	32.70	764	828	C ₅ H ₈ O ₂	2-丁烯酸甲酯	98.73	水果、新割青草的、尖锐的		
10	34.54	780	1 053	C ₈ H ₁₆	1-ethyl-3-methylcyclopentane	98.65	辛辣的、无味的合成酸		
11	36.81	800	900	C ₆ H ₁₄ O	2-己醇	92.96	花椰菜、油腻的、水果、萜烯的、葡萄酒		
12	38.76	813	809	C ₈ H ₁₆	反-2-辛烯	98.44	-		
13	44.18	850	981	C ₆ H ₁₂ O	反式-2-己烯-1-醇	97.22	香蕉、黄油（熟）、新割青草的、药的、核桃		
14	44.36	851	911	C ₇ H ₁₄ O ₂	3-甲基丁酸乙酯	92.77	茴香、苹果、黑加仑、腰果、果味（甜）、菠萝		
15	47.66	873	1 065	C ₆ H ₁₂ OS	3-mercapto-4-methyl-2-pentanone	94.98	黑加仑		
16	51.77	901	958	C ₈ H ₁₀	邻二甲苯	97.62	芳烃味、油腻的、天竺葵、辛辣的、甜的		
17	54.02	918	1 012	C ₄ H ₆ O ₂	γ-丁内酯	92.96	芳烃味、焦糖、奶油的、头晕的、油腻的、甜的		
18	57.15	941	918	C ₁₀ H ₁₆	α-蒎烯	96.29	樟脑、桔子、土的、新割青草的、青柠味、酸橙味、 松树、甜的、萜烯的、松脂、木头味		
19	59.91	962	941	C ₁₀ H ₂₂	4-ethyloctane	93.73	-		
20	60.06	963	1 022	C ₆ H ₈ OS	2,5-二甲基-3-呋喃硫醇	91.17	肉的、含硫的		
21	61.13	971	1 065	C ₈ H ₁₆ O ₂	丙酸正戊酯	98.10	杏、果味（甜）、菠萝		
22	62.13	979	1 022	C ₈ H ₂₀ O ₄ Si	正硅酸乙酯	96.22	酯、头晕的、尖锐的		
23	65.29	1 003	959	C ₁₀ H ₂₀	5-methyl-4-nonene	96.16	-		
24	67.42	1 022	1 223	C ₇ H ₈ O	苯甲醇	92.26	芳烃味、香料香、头晕的、花的、水果、苯酚、玫瑰、甜的		
25	76.01	1 100	1 077	C ₁₁ H ₂₄	正十一烷	94.09	烷烃、头晕的、杂醇		
26	78.83	1 130	1 377	C ₁₀ H ₁₄	2-methyl-5-prop-1-en-2-ylcyclohexa-1,3-diene	94.09	烤、含硫的、萜烯的		
27	81.72	1 160	1 282	C ₉ H ₁₆ O	反-2-壬醛	97.91	醛基、桔子、黄瓜、土的、植物的、新割青草的、塑料、 肥皂、甜的、牛油、潮湿的		
28	83.39	1 178	1 159	C ₁₂ H ₂₆	2-甲基十一烷	96.13	-		
29	85.35	1 199	1 397	C ₈ H ₁₀ O ₃	2,6-dimethoxyphenol	92.99	香料香、药的、苯酚、粉末味、烟熏味、木头味		
30	86.17	1 209	1 323	C ₈ H ₈ O ₃	水杨酸甲酯	95.94	浆果、薄荷味、甜的、温暖的、葡萄酒、冬青树		
31	88.27	1 234	1 378	C ₁₀ H ₁₄ O	L-香芹酮	97.11	罗勒叶、茴香、草本植物的、甘草、薄荷味、辣、甜		
32	90.30	1 258	1 396	C ₁₀ H ₁₆ O	柠檬醛	98.24	桔子、新割青草的、柠檬、强烈的、甜的		
33	102.33	1 413	1 500	C ₁₂ H ₂₄ O	十二醛	99.17	醛基、辛酸、桔子、油腻的、花的、新割青草的、百合、 肥皂、蜡烛味		
34	108.54	1 499	1 521	C ₁₅ H ₂₄	α-selinene	96.03	琥珀、橙、胡椒		
35	115.14	1 585	1 727	C ₁₂ H ₁₄ O ₂	肉桂酸正丙酯	98.84	桃子		
36	118.43	1 624	1 893	C ₁₃ H ₁₀ O	二苯甲酮	95.18	香料香、天竺葵、金属、粉末味、玫瑰		
37	123.89	1 686	1 872	C ₁₀ H ₁₀ O ₂ S ₂	二巯基二硫	96.98	卷心菜、咖啡、肉的、洋葱		

程中的水分变化，并通过参数 α 、 β 关联干燥工艺，便于干燥工艺的调整与优化^[12-15]。

饮片干燥的本质是饮片内部的水分扩散及饮片表面与介质间的对流传质^[16]。水分扩散系数从水分迁移的角度阐释了不同方法干燥酒苁蓉饮片时的传质差异^[16-17]。真空微波干燥可以在一定真空度条件

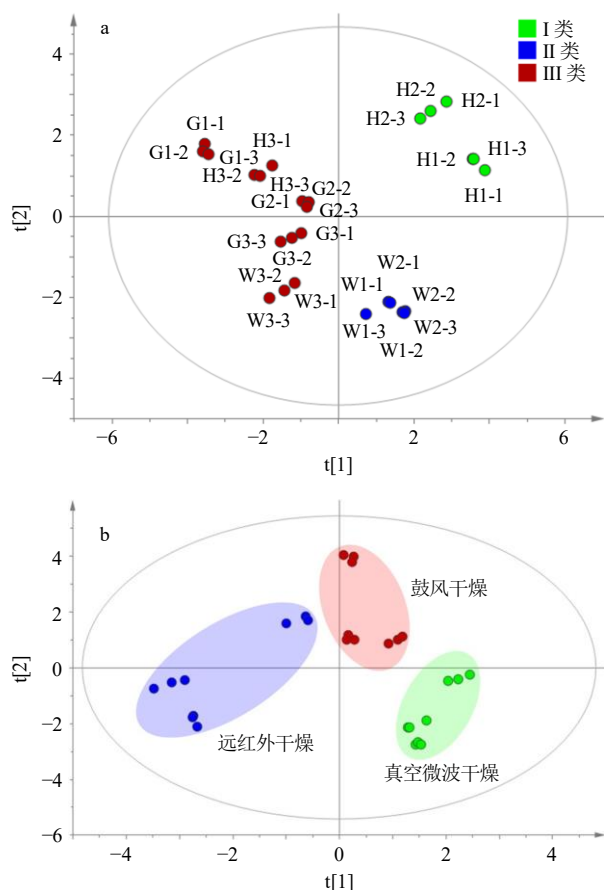


图 11 酒苁蓉饮片性状的 PCA (a) 和 PLS-DA (b) 结果
Fig. 11 PCA (a) and PLS-DA (b) results of characters of WCD decoction pieces

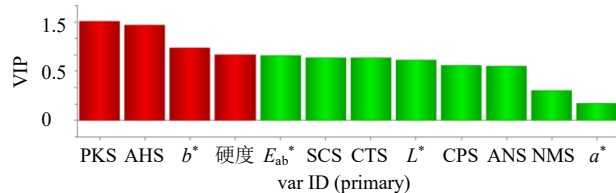


图 12 PLS-DA 模型的 VIP 结果
Fig. 12 VIP results of PLS-DA model

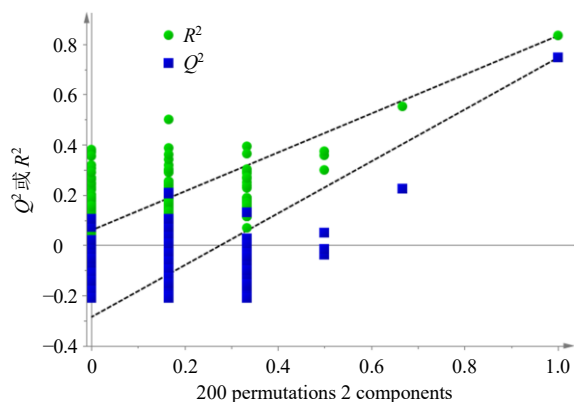
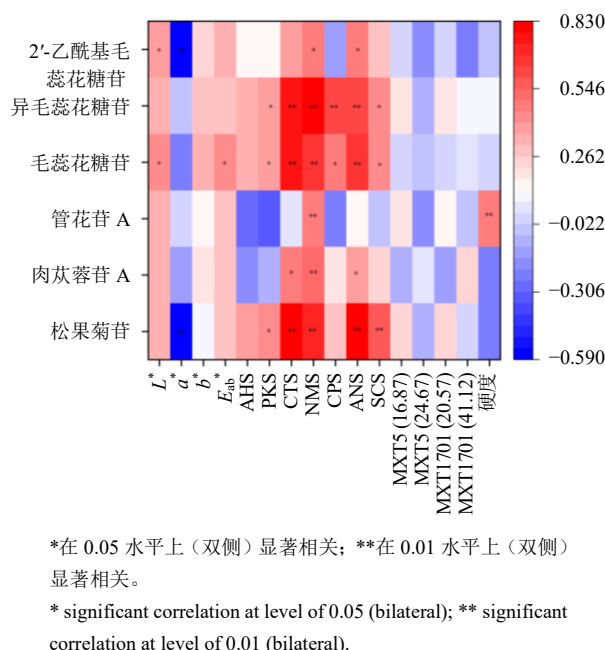


图 13 PLS-DA 模型的 200 次转换检验结果
Fig. 13 Results of 200 transformation tests of PLS-DA model



*在 0.05 水平上 (双侧) 显著相关; **在 0.01 水平上 (双侧) 显著相关。
* significant correlation at level of 0.05 (bilateral); ** significant correlation at level of 0.01 (bilateral).

图 14 苯乙醇苷类成分与性状、质地的相关性热图
Fig. 14 Correlation heat map between phenylethanolic glycosides composition, character and texture

下通过介电加热的原理干燥酒苁蓉饮片, 饮片中水分蒸发所需的温度低, 水分与干燥介质间的浓度梯度大^[18-19]; 相较于鼓风干燥和远红外干燥而言, 真空微波干燥时, 水分更快地迁移、蒸发, 因而真空微波干燥酒苁蓉饮片具有更大的水分扩散系数, 干燥时间更短。水分扩散系数可以用于酒苁蓉饮片干燥时的传质分析, 水分扩散系数越大, 饮片干燥时间越短。

由于 D_{eff} 是基于 Fick 第 2 定律建立的描述饮片内部水分扩散情况的参数, 因此当饮片处于降速干燥阶段时, 即由饮片内部水分扩散速率决定干燥速率时, 水分扩散系数对于水分迁移情况的描述更准确^[12]。 D_{eff} 与 α 的结果结合分析发现, 远红外 60 °C 干燥和鼓风 40 °C 干燥条件下的 D_{eff} 变化与 α 不一致, 这可能是受鼓风 40 °C 干燥过程中恒速干燥阶段的影响, 导致二者变化趋势出现差异。

PLS-DA 是一种用于多变量判别分类的分析方法^[20]。基于此建立的判别模型, 可以综合分析多变量数据, 对研究对象进行分类, 并通过 VIP 值寻找不同类别之间的差异^[21]。靳婉君等^[11]使用 PLS-DA 模型区分肉苁蓉片、肉苁蓉鲜干片、肉苁蓉冻干片和酒苁蓉饮片, 并对差异性物质进行分析, 发现 4 种炮制品的差异成分主要为肉苁蓉多糖、松果菊苷、浸出物和水分。从本实验研究结果来看, PLS-DA 模

型也可以基于性状和质地对酒苁蓉饮片的干燥方法进行区分,并分析不同方法干燥的酒苁蓉饮片间的性状、质地差异。

本实验从苯乙醇苷类成分、质地结构和性状 3 个方面对酒苁蓉饮片展开研究,实验结果仅对酒苁蓉饮片真空微波干燥、远红外干燥和鼓风干燥的变化进行了分析。从生产工艺来看,缺少与目前常用干燥工艺的对比分析,因此关于各干燥工艺在生产中的优劣势还需进一步的实验和讨论。

利益冲突 所有作者均声明不存在利益冲突

参考文献

- [1] 凯乐,赵旌屹,张艳娇,等. 重构本草:肉苁蓉[J]. 长春中医药大学学报, 2024, 40(4): 371-373.
- [2] 中国药典[S]. 一部. 2020: 135.
- [3] Ai Z P, Lin Y W, Xie Y K, et al. Effect of high-humidity hot air impingement steaming on *Cistanche deserticola* slices: Drying characteristics, weight loss, microstructure, color, and active components [J]. *Front Nutr*, 2022, 9: 824822.
- [4] Ai Z P, Xie Y K, Li X Y, et al. Revealing color change and drying mechanisms of pulsed vacuum steamed *Cistanche deserticola* through bioactive components, microstructural and starch gelatinization properties [J]. *Food Res Int*, 2022, 162(Pt B): 112079.
- [5] 李捷. 基于化学轮廓分析和“辨状论质”对肉苁蓉产地加工与炮制工艺的研究[D]. 天津: 天津中医药大学, 2021.
- [6] 雷慧博,余雅婷,韩璐,等. 基于 HPLC-QQQ-MS 技术探讨炮制对肉苁蓉中 5 个活性成分的含量影响[J]. 天然产物研究与开发, 2024, 36(1): 86-93.
- [7] 张超,华悦,廉婧,等. 肉苁蓉炮制过程中苯乙醇苷类成分含量变化规律研究[J]. 中国中医药信息杂志, 2022, 29(4): 92-97.
- [8] 熊慧,刘宇琦,屈文佳,等. 酒苁蓉 HPLC 特征图谱及 5 个苯乙醇苷类成分含量测定[J]. 药物分析杂志, 2019, 39(2): 233-239.
- [9] 范亚楠,黄玉秋,贾天柱,等. 肉苁蓉炮制前后对衰老模型大鼠抗衰老及免疫功能的影响[J]. 中华中医药学刊, 2017, 35(11): 2882-2885.
- [10] 黄林芳,李文涛,王冬梅,等. 基于 UPLC-Q-TOF/MS 技术研究酒苁蓉增效的物质基础[J]. 中草药, 2013, 44(24): 3471-3475.
- [11] 靳婉君,倪琳,蔺瑞丽,等. 基于肉苁蓉内在品质结合化学计量学评价鲜制与传统炮制的差异性[J]. 药物分析杂志, 2023, 43(11): 1935-1945.
- [12] 薛广,李敏,关志强. 基于 Weibull 函数的超声渗透罗非鱼片真空微波干燥模拟[J]. 食品与发酵工业, 2020, 46(1): 157-165.
- [13] 张记. 山药切片真空干燥特性及模型研究[D]. 重庆: 西南大学, 2021.
- [14] 罗燕,李武强,万芳新,等. 基于 Weibull 分布函数的桔梗切片热风干燥特性[J]. 中国农业科技导报, 2020, 22(8): 132-140.
- [15] 李武强,万芳新,刘英,等. 基于 Weibull 分布函数的胡萝卜切片远红外干燥过程模拟及应用[J]. 甘肃农业大学学报, 2020, 55(1): 204-212.
- [16] 李望铭,马荣琨,贾庆超,等. 基于反演法计算不同温度下小麦面团的水分扩散系数[J]. 食品工业科技, 2023, 44(11): 111-117.
- [17] 张艮,牛坡,赖于树,等. 干燥条件对西兰花干燥特性及理化性质的影响[J/OL]. 食品与发酵工业, (2024-05-24) [2024-08-26]. <https://doi.org/10.13995/j.cnki.11-1802/ts.039775>.
- [18] 何秀. 基于微波真空干燥过程的海参水分迁移及品质变化规律研究[D]. 大连: 大连工业大学, 2021.
- [19] He X, Lin R, Cheng S S, et al. Effects of microwave vacuum drying on the moisture migration, microstructure, and rehydration of sea cucumber [J]. *J Food Sci*, 2021, 86(6): 2499-2512.
- [20] 刘效良,江小均,汪殿钟,等. 磷灰石主、微量元素的偏最小二乘判别分析在斑岩型矿床中的应用[J]. 矿物岩石地球化学通报, 2024, 43(3): 593-606.
- [21] 梁晓莉,高雁茹,王龙远,等. 秋海棠花香挥发性成分分析[J/OL]. 热带亚热带植物学报, (2024-04-10) [2024-08-26]. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/44.1374.Q.20240409.0859.002.html>.

[责任编辑 郑礼胜]