

九蒸九制多花黄精化学成分、抗氧化活性及挥发性风味的动态变化及其机制

郑梅霞¹, 刘伟², 侯国华³, 张龙涛³, 方扬辉⁴, 牛雨晴¹, 朱雁鸣¹, 苏海兰^{1*}, 朱育菁^{1*}

1. 福建省农业科学院作物研究所(福建省种质资源中心), 福建 福州 350013

2. 福建农林大学生命科学学院, 福建 福州 350002

3. 福建农林大学食品科学学院, 福建 福州 350002

4. 福建省林业科学技术推广总站, 福建 福州 350003

摘要: 目的 探讨不同蒸制次数对多花黄精 *Polygonatum cyrtoneura* 化学成分、抗氧化活性及挥发性风味的影响, 为优化其加工工艺和开发新型功能食品提供科学依据。方法 采用九蒸九制传统工艺, 对多花黄精进行不同次数的蒸制处理, 并通过多元仪器分析和化学计量学方法, 系统比较其化学成分、抗氧化活性及挥发性风味化合物的变化。利用 CRITIC 客观权重赋值法建立综合评分模型。结果 随着蒸制次数的增加, 多花黄精的颜色逐渐加深, 多糖含量降低, 而总黄酮和总多酚含量显著增加, 抗氧化活性显著增强。HS-SPME-GC-MS 分析结果显示, 蒸制次数对挥发性风味化合物的组成有显著影响, 部分短链挥发性化合物逐渐减少或消失, 而美拉德反应相关产物显著增加, 风味变得更加柔和、甜美。蒸制 7 次以上可显著提升抗氧化活性和风味, 结合聚类分析和主成分分析 (principal component analysis, PCA), “七蒸七制”多花黄精为多花黄精炮制的理想终点, 使其更适合开发为功能性食品或药用产品。多花黄精从生品到第九次蒸制的 CRITIC 法综合评分分别为 0.680 9、0.646 9、0.687 8、0.660 8、0.674 4、0.692 9、0.678 1、0.853 8、0.838 1 和 0.908 8。综合评分 (Y) 与黄色调 b^* 、亮度 L^* 、饱和度 c^* 和色调 h 显著相关; 与红色调 a^* 没有明显的相关性。综合评分 Y 与色调 h 的回归方程为 $Y=1.35-0.01 h$, 模型具有统计学意义 ($R^2=0.742$, $P=0.014$)。结论 为优化多花黄精的传统炮制工艺提供了科学依据, 并为其在食品和药用领域的应用提供了理论支持。

关键词: 多花黄精; 九蒸九制; 抗氧化活性; 化学计量学; CRITIC 客观权重赋值法; 颜色; 多糖; 总黄酮; 总多酚; HS-SPME-GC-MS

中图分类号: R283.6 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2025)20-7332-12

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2025.20.007

Chemical constituents, antioxidant activity and dynamic changes of volatile flavor and its mechanism of nine-steaming and nine-processing *Polygonatum cyrtoneura*

ZHENG Meixia¹, LIU Wei², HOU Guohua³, ZHANG Longtao³, FANG Yanghui⁴, NIU Yuqing¹, ZHU Yanming¹, SU Hailan¹, ZHU Yujing¹

1. Institute of Crop Sciences (Fujian Germplasm Resources Center), Fujian Academy of Agricultural Sciences, Fuzhou 350013, China

2. College of Life Sciences, Fujian Agriculture and Forestry University, Fuzhou 350002, China

3. College of Food Science, Fujian Agriculture and Forestry University, Fuzhou 350002, China

4. Fujian Forestry Science and Technology Extension General Station, Fuzhou 350003, China

Abstract: Objective To examine the effects of different steaming times on the chemical composition, antioxidant activity, and volatile flavor of Duohuahuangjing (*Polygonatum cyrtoneura*, PC), providing a scientific basis for optimizing its processing technology and developing new functional foods. **Methods** PC was steamed for different durations using the traditional nine-steaming and nine-

收稿日期: 2025-05-27

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (32302442); 福建省科技计划重大专项 (2022NZ029017); 福建省林业局科技推广项目 (2024TG18)

作者简介: 郑梅霞, 副研究员, 主要从事药用植物成分分析及产品开发研究。E-mail: zhengmeixia2005@163.com

*通信作者: 朱育菁, 研究员, 主要从事农业生物资源保护与利用研究。E-mail: zyjingfz@163.com

苏海兰, 高级农艺师, 主要从事药用植物资源利用与仿生栽培研究 E-mail: suhailan2019@163.com

processing method, and changes in chemical composition, antioxidant activity, and volatile flavor compounds were systematically analyzed using multivariate instrumental analysis and chemometric methods. **Results** With increasing steaming cycles, the color of PC gradually deepened, polysaccharide content decreased, while total flavonoid and total polyphenol contents increased significantly, along with a marked enhancement in antioxidant activity. HS-SPME-GC-MS analysis revealed that the number of steaming cycles significantly influenced the composition of volatile flavor compounds. Some short-chain volatile compounds gradually decreased or disappeared, whereas Maillard reaction products increased significantly, leading to a softer and sweeter flavor profile. Steaming more than seven times significantly enhances antioxidant activity and flavor. Based on cluster analysis and PCA, “seven-steaming and seven-processing” is the optimal endpoint for processing PC, making it more suitable for development as a functional food or medicinal product. The comprehensive scores of PC from the raw product to the ninth steaming were 0.680 9, 0.646 9, 0.687 8, 0.660 8, 0.674 4, 0.692 9, 0.678 1, 0.853 8, 0.838 1, and 0.908 8, respectively, according critic method. The overall score (Y) shows a significant correlation with the yellow tone (b^*), brightness (L^*), saturation (c^*), and hue (h), but no significant correlation with the red tone (a^*). The regression equation between the overall score Y and hue (h) is: $Y = 1.35 - 0.01 h$, with a statistically significant model ($R^2 = 0.742$, $P = 0.014$). **Conclusion** This study provides a scientific foundation for optimizing the traditional processing of PC and offers theoretical support for its application in the food and pharmaceutical industries.

Key words: *Polygonatum cyrtoneuma* Hua; nine-steaming and nine-processing; antioxidant activity; stoichiometry; CRITIC objective weight assignment method; color; polysaccharide; total flavonoids; total polyphenols; HS-SPME-GC-MS

《中国药典》2025 年版规定, 黄精包括黄精 *Polygonatum sibiricum* Red.、滇黄精 *P. kingianum* Coll. et Hemsl. 和多花黄精 *P. cyrtoneuma* Hua (PC) 3 种基原。多花黄精为黄精 3 种基原药材之一, 其主要活性成分包括多糖、甾体皂苷、黄酮和多酚等, 具有抗疲劳、改善肠道菌群、抗抑郁和提高免疫力等功效^[1-2]。根据黄精产业国家创新联盟提供的数据, 2024 年黄精综合产值突破 200 亿元, 其中新增种植面积约 300 hm², 种苗超过 10 亿株, 产值约 10 亿元。多花黄精作为福建省种植面积最大的道地药材, 已被纳入 2023 年农业农村部福建“福九味”中药材产业集群项目, 其产业化开发前景广阔。多花黄精根茎富含碳水化合物 (65%~90%)、蛋白质 (6.7%~11.6%) 和皂苷 (2.73%~5.01%) 等^[3], 并于 2002 年列入国家《既是食品又是药品的物品名单》卫法监发 (2002) 51 号, 具有 2 000 多年的食药历史^[4]。2024 年, 作者团队成功选育出福建省首次认定的 2 个多花黄精品种: “闽圆精 1 号” (闽认药 2024002) 和“闽长精 1 号” (闽认药 2024003), 为多花黄精的产业化开发奠定了基础。

然而, 多花黄精根茎生食味麻刺喉, 虽无毒但不宜直接入药^[5]。为减少刺激、增强疗效, 传统工艺通过蒸制、干燥使其变黑、柔软和味甜, 如九蒸九制法、重蒸法、孟洗制法、酒制法和黑豆共蒸法等^[6-8]。目前, 市场上多花黄精产品种类丰富, 涵盖黄精饮片、酒制黄精、黄精芝麻丸、黄精酒和黄精茶等, 其中“九蒸九晒”多花黄精茶占主流^[9-10]。这些加工方法显著影响了多花黄精的化学成分转化

和生物活性。例如, 蒸制、烘干可使多花黄精果聚糖降解产生约 38% 的果糖, 并诱发美拉德 (Maillard) 反应^[3,11]。美拉德反应是蛋白质的游离氨基酸基团 (如赖氨酸和精氨酸) 与还原糖的羰基 (如果糖和葡萄糖) 之间的一系列非酶促反应, 是热加工食品中最重要的风味来源^[12]。

已有研究报道, “六蒸六制”黄精为黄精炮制的理想终点^[13]; 马佳丽等^[14]探究了多花黄精炮制过程中成分的变化规律。然而, 目前关于多花黄精加工前后化学成分的变化及其对产品营养和功效的作用机制尚不明确^[3]。因此, 本研究旨在通过多元仪器分析和化学计量学方法, 分析九蒸九制不同蒸制次数对多花黄精的化学成分、抗氧化活性及挥发性风味的动态变化的影响, 为优化其加工工艺和开发新型功能食品提供科学依据。

1 仪器与材料

1.1 仪器

安捷伦 7890A 型气相色谱仪、安捷伦 1200 型系列液相色谱仪, 美国安捷伦公司; KQ-200VDE 型双频数控超声波清洗器, 购自昆山市超声仪器有限公司; EPOCH2C-TAKE3 型全波长酶标仪, 购自美国伯腾仪器有限公司; XMTD-7000 型电热恒温水浴锅, 购自北京市永光明医疗仪器有限公司; NH310 型高品质便携式电脑色差仪, 购自深圳市三恩时科技有限公司。

1.2 材料与试剂

葡萄糖对照品, 分析纯, 批号 2303041, 购自天津市瑞金特化学品有限公司; 蒽酮 (分析纯, 批号

20230109)、福林酚试剂(BR, 批号 20230206)购自国药集团化学试剂有限公司;浓硫酸(质量分数 95.5%, 批号 202101281)、NaOH(批号 C16917341)、无水乙醇(批号 20241202),分析纯,购自西陇科学股份有限公司;NaNO₂,分析纯,批号 2303041,购自天津博迪化工股份有限公司;2,2'-联氨-双-3-乙基苯并噻唑啉-6-磺酸(ABTS, 批号 R0101)和 1-二苯基-2-三硝基苯肼(DPPH, 批号 Y0303),分析纯,购自合肥巴斯夫生物科技有限公司;Al(NO₃)₃,分析纯,批号 E23181240,购自上海阿拉丁生化科技股份有限公司;没食子酸对照品,质量分数 99.0%,批号 C13931584,购自上海麦克林生化科技有限公司;无水碳酸钠,分析纯,批号 E1927132,购自广州市金华大化学试剂有限公司;芦丁对照品, HPLC 质量分数≥98.0%,批号 F171S207135,购自上海源叶生物科技有限公司。多花黄精,于 2023 年 2 月 13 日在武夷山基地采集,经福建省农业科学院苏海兰高级农艺师鉴定为百合科黄精属植物多花黄精 *P. cyrtonema* Hua 的根茎。

2 方法与结果

2.1 九蒸九制多花黄精的炮制

多花黄精的九蒸九制炮制工艺参照黄精产业国

家创新联盟成员邵武市红垅草药种植农民专业合作社的企业标准 Q/SWHL 01S-2023 和苏海兰等^[8]的多花黄精茶产地加工技术规程,采用蒸制、烘干等技术进行。挑选健康大小一致的根茎,晾晒至七八成干后,洗净、去除根茎表皮和根须,切成 1 cm 厚,用蒸煮机蒸 85 min, 60 ℃烘 3 h 左右干至水分不超过 15%,即得蒸制 1 次的多花黄精,反复 9 次即得 1~9 次的蒸制多花黄精,切片、粉碎,备用,为不同蒸制次数的多花黄精样品,分别命名为 C0~C9。

2.2 九蒸九制多花黄精色泽变化

采用色差仪测定多花黄精不同蒸制次数的色泽变化如图 1 和表 1 所示,结果表明,随着蒸制次数增加,多花黄精的颜色逐渐加深,亮度(*L**值)显著降低,从初始的 4.80±0.09 降至 0.44±0.07 (9 次蒸制),红色调(*a**值)、黄色调(*b**值)、饱和度(*c**值)和色调(*h*)也呈减弱趋势。此外,色差(Δ*E*值)随蒸制次数增加而显著增大,表明颜色变化愈发明显。

2.3 九蒸九制多花黄精的 HS-SPME-GC-MS 分析

样品的挥发性风味采用顶空固相微萃取-气质联用(HS-SPME-GC-MS)进行分析,参照刘格格等^[15]的方法并做部分修改。



图 1 不同蒸制次数多花黄精样品(C0~C9)的外观图

Fig. 1 Appearance of PC samples (C0—C9) with different steaming times

表 1 不同蒸制次数多花黄精的色度变化

Table 1 Color changes of PC with different steaming times

样品	<i>L</i> *	<i>a</i> *	<i>b</i> *	<i>c</i> *	<i>h</i>	Δ <i>E</i>	样品	<i>L</i> *	<i>a</i> *	<i>b</i> *	<i>c</i> *	<i>h</i>	Δ <i>E</i>
C0	4.80±0.09	2.53±0.06	4.41±0.07	5.08±0.09	60.20±0.37	2.12±0.09	C5	2.86±0.10	2.04±0.08	2.61±0.11	3.31±0.14	52.00±0.12	1.38±0.05
C1	3.76±0.10	2.02±0.07	3.21±0.05	3.80±0.07	57.84±0.78	0.87±0.01	C6	5.12±0.11	2.07±0.07	4.05±0.03	4.55±0.06	62.90±0.62	1.81±0.04
C2	3.23±0.06	1.80±0.05	2.06±0.67	3.27±0.03	56.61±0.89	0.98±0.01	C7	1.89±0.13	2.07±0.07	2.17±0.07	3.00±0.09	46.88±0.59	2.36±0.08
C3	4.33±0.12	1.89±0.06	3.32±0.05	3.82±0.02	60.42±1.23	0.83±0.05	C8	0.44±0.07	1.11±0.10	0.96±0.01	1.47±0.01	40.81±0.04	4.12±0.04
C4	3.31±0.02	1.77±0.01	2.84±0.02	3.35±0.03	58.11±0.06	0.93±0.01	C9	0.89±0.77	0.82±0.05	0.98±0.16	1.06±0.06	46.88±0.04	6.35±0.16

2.3.1 样品前处理 准确称取 1.0 g 不同蒸制次数的多花黄精粉末置于 50 mL 顶空瓶, 于 70 °C 水浴下将 100 μm /PDMS 纤维萃取头顶空萃取 20 min 后, 250 °C 进样口中脱附 3 min, 进行 GC-MS 分析。萃取头使用之前, 先在 250 °C 进样口的气相色谱活化 30 min。

2.3.2 色谱条件 进样口温度 250 °C; 手动进样 1 μL ; 程序升温: 起始温度 50 °C, 保持 2 min, 以 8 °C/min 升至 200 °C, 以 20 °C/min 升至 280 °C, 保持 2 min; 体积流量 1.0 mL/min。

2.3.3 质谱条件 载气为高纯氦气; 体积流量 1.0 mL/min; 进样量 1.0 μL 。传输线温度 250 °C; 离子源为 EI 源; 离子源温度 230 °C; 电子能量为 70 eV 四极杆温度为 150 °C; 扫描范围 m/z 35~450。

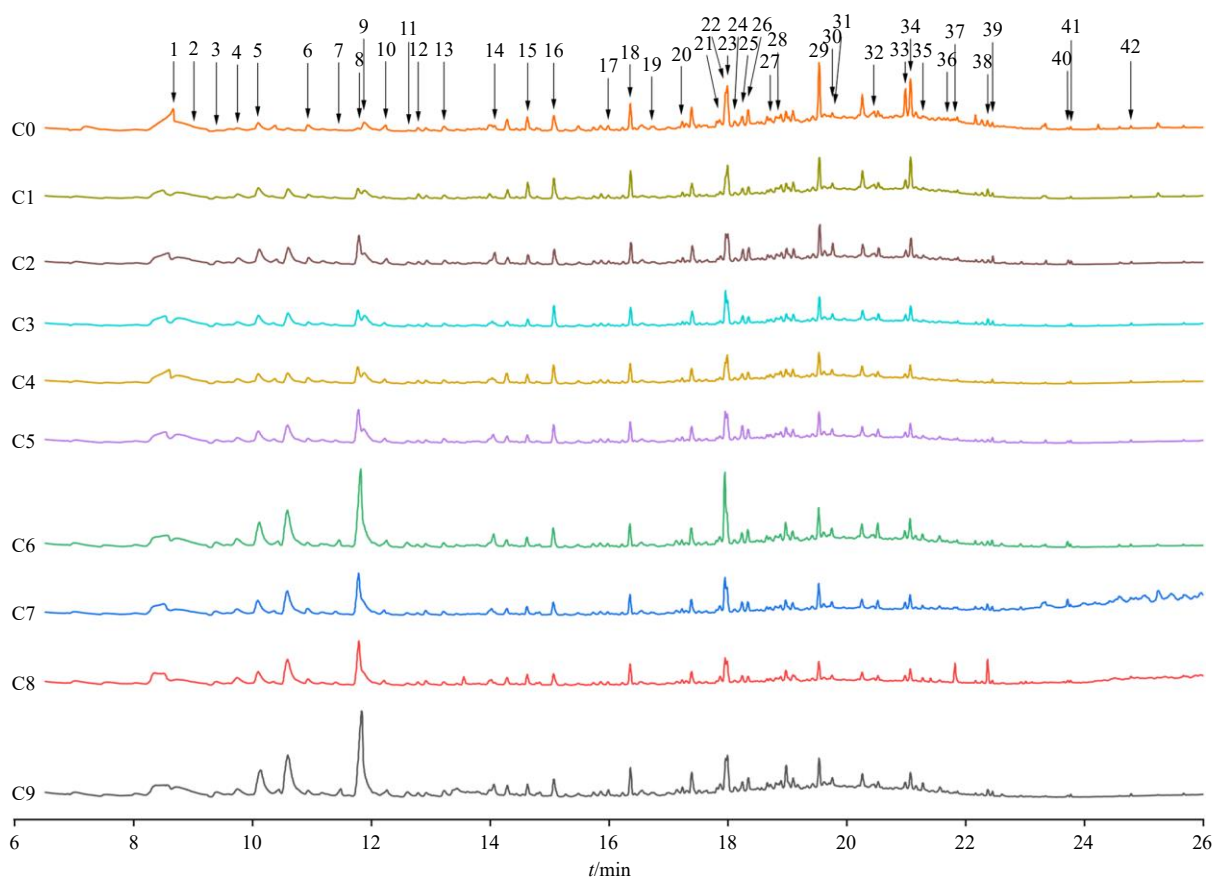
2.3.4 谱图检索 通过 NIST05 谱库, 采用峰面积归一法计算匹配度在 80% 以上的挥发性化合物相对体积分数^[16]。

2.3.5 挥发性成分分析 采用 HS-SPME-GC-MS

进行九蒸九制多花黄精中挥发性特征风味成分种类及含量, 其总离子流图如图 2 所示。经 GC-MS 分析, 在九蒸九制多花黄精中检测出的挥发性化合物匹配度 $\geq 80\%$, 且 3 个重复均有检出的有 42 种, 如表 2 所示, 主要包括酯类、烷类、酮类、酸类和芳香族化合物 5 大类, 其中烷烃类 (C8~C16) 及芳香族化合物占总挥发性成分的 (62.3 $\pm$ 3.8) %, 构成了多花黄精的特征风味主体。

(1) 烷烃类化合物变化: 八甲基-环四硅氧烷含量由初制 (2.53 $\pm$ 1.46) % 降至终制未检出, 表明低相对分子质量烷烃 (如 C8 以下) 在热力作用下更易挥发, 符合 Gibbs 自由能控制的热解规律 ($\Delta G = \Delta H - T\Delta S$)^[17]。而十二甲基-环六硅氧烷从 (5.54 $\pm$ 3.85) % 稳定至 (4.80 $\pm$ 3.63) %, 说明高相对分子质量烷烃相对稳定, 不易受蒸制次数的影响。

(2) 酮类化合物的变化: 3-甲基-1,2-环戊二酮随着蒸制次数呈指数衰减, 表明其在多次蒸制过程中逐渐挥发或降解。2-乙酰吡咯显著积累至 (9.14 $\pm$



图中最上方的数字对应表 2 中的峰号。

The number at the top of the figure corresponds to the peak number in table 2.

图 2 多花黄精挥发性成分的总离子流图

Fig. 2 Total ion chromatogram of volatile components in PC

表 2 九蒸九制多花黄精的挥发性化学成分

Table 2 Volatile chemical components of nine-steamed and nine-processed PC

峰号	<i>t_R</i> /min	化合物名称	类型	CAS	相对含量/%									
					C0	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8	C9
1	8.663 3	己酸	酸类	000142-62-1	—	—	—	—	—	4.85±1.49	—	—	—	—
2	9.010 3	八甲基-环四硅氧烷	烷类	000556-67-2	—	2.53±1.46	1.45±1.57	4.71±3.39	1.41±0.40	—	—	—	—	—
3	9.392 5	3-甲基-1,2-环戊二酮	酮类	000765-70-8	—	0.63±0.25	—	0.91±0.14	0.57±0.02	0.73±0.13	—	—	—	—
4	9.745 5	苯乙醛	醛类	000122-78-1	1.06±0.14	1.72±0.66	—	—	—	—	—	—	—	—
5	10.098 4	2-乙酰吡咯	芳香类	001072-83-9	—	3.69±1.08	3.86±1.13	4.23±1.11	2.83±0.16	3.16±0.35	4.49±0.40	5.62±1.81	6.15±0.31	9.14±2.79
6	10.939 4	壬醛	醛类	000124-19-6	—	0.88±0.25	—	—	—	—	—	—	—	—
7	11.457 0	1-甲基-1 <i>H</i> -吡咯-2-甲醛	芳香类	001192-58-1	—	—	—	—	—	—	0.75±0.10	—	—	—
8	11.804 0	2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-	酮类	028564-83-2	—	2.44±1.00	3.38±1.38	—	—	—	—	—	24.47±0.39	—
9	11.880 7	十甲基-环戊硅氧烷	烷类	000541-02-6	1.95±0.37	3.05±1.35	—	3.71±0.64	—	—	—	—	—	—
10	12.257 1	辛酸	酸类	000124-07-2	—	—	1.07±0.19	0.50±0.15	0.85±0.05	0.85±0.20	0.85±0.11	—	—	—
11	12.615 8	2-吡啶甲酸甲酯	酯类	002459-07-6	—	—	0.39±0.16	0.45±0.11	0.33±0.04	—	—	—	—	—
12	12.786 4	十二烷	烷类	000112-40-3	0.45±0.14	0.51±0.15	0.31±0.05	0.47±0.18	0.28±0.14	—	0.30±0.03	—	—	—
13	13.227 7	3,5-二甲基苯甲醛	芳香醛类	005779-95-3	0.75±0.08	—	—	—	—	—	—	—	—	—
14	14.074 7	壬酸	酸类	000112-05-0	—	—	—	—	—	1.29±0.29	—	2.12±1.11	—	—
15	14.627 5	十三烷	烷类	000629-50-5	1.59±0.19	1.29±0.26	0.85±0.07	—	0.61±0.14	—	—	—	—	—
16	15.068 7	十二甲基-环六硅氧烷	烷类	000540-97-6	1.99±0.39	5.54±3.85	1.84±0.82	2.37±0.47	2.07±0.27	2.04±0.48	1.19±0.13	—	3.06±0.13	4.80±3.63
17	15.992 1	2-丁基-2-辛烯醛	醛类	013019-16-4	2.49±0.39	—	0.28±0.06	—	0.28±0.10	0.28±0.09	—	—	—	—
18	16.350 8	十四烷	烷类	000629-59-4	2.38±0.19	1.91±0.27	1.73±0.43	2.15±0.58	1.44±0.35	1.40±0.39	—	2.65±1.10	3.76±0.22	2.94±0.63
19	16.715 5	甲基十四烷	烷类	025117-24-2	0.30±0.05	—	—	—	—	—	0.27±0.09	—	—	—
20	17.174 5	1-溴十八烷	卤代烃类	000112-89-0	0.60±0.25	—	—	—	—	—	—	—	—	—
21	17.821 4	二十烷	烷类	000112-95-8	—	—	—	—	0.57±0.44	—	—	—	—	—
22	17.968 7	十四甲基-环庚硅氧烷	烷类	000107-50-6	—	—	3.30±2.02	3.12±0.67	4.74±4.94	4.37±3.94	2.79±1.85	8.92±7.94	4.75±0.30	5.14±1.88
23	17.991 9	十五烷	烷类	000629-62-9	3.35±0.5	—	—	—	—	—	—	—	—	—
24	18.109 6	十八烷	烷类	000593-45-3	—	—	—	0.54±0.24	0.48±0.15	0.46±0.15	0.33±0.07	—	—	—
25	18.244 8	2,4-二(1,1-二甲基乙基)-苯酚	芳香类	000096-76-4	1.68±0.28	1.09±0.28	1.34±0.27	1.42±0.17	1.33±0.31	1.55±0.27	1.11±0.15	1.63±0.44	1.29±0.05	—
26	18.344 8	丁基羟基甲苯	芳香类	000128-37-0	—	0.99±0.31	1.35±0.28	1.24±0.07	1.21±0.44	1.20±0.38	1.28±0.12	1.30±0.34	—	—
27	18.715 6	十六烷基酯2-氯丙酸	酸类	086711-81-1	—	—	—	—	—	0.99±0.26	—	—	—	—
28	18.839 1	2,6,10-三甲基-十四烷	烷类	014905-56-7	0.51±0.08	0.42±0.15	—	0.37±0.06	0.47±0.09	0.36±0.10	—	—	—	—
29	19.539 0	十六烷	烷类	000544-76-3	4.95±0.10	3.19±0.50	3.26±0.12	2.43±1.61	3.44±0.13	3.07±0.22	2.47±0.14	3.30±0.89	3.47±0.11	3.41±0.17
30	19.756 5	2,4,6-三(1,1-二甲基乙基)-苯酚	芳香类	000732-26-3	1.27±0.22	—	1.91±0.66	—	—	—	1.65±0.10	—	—	—
31	19.769 6	<i>N</i> -甲基-4-氯苯磺酰胺	芳香类	006333-79-5	—	—	0.57±0.27	—	—	0.68±0.09	—	—	—	—
32	20.456 6	2-己基-1-癸醇	醇类	002425-77-6	—	—	—	—	—	0.52±0.14	—	—	—	—
33	20.985 8	十七烷	烷类	000629-78-7	3.60±0.16	1.99±0.41	—	—	1.84±0.48	1.86±0.41	1.48±0.09	—	—	—
34	21.074 0	2,6,10,14-四甲基-十五烷	烷类	001921-70-6	4.62±0.33	3.54±0.57	2.43±0.04	2.62±0.18	2.54±0.29	—	1.96±0.07	—	—	2.07±0.15
35	21.285 8	<i>N</i> -(2-三氟甲基苯基)	芳香类	288246-53-7	—	1.48±0.69	—	—	1.49±0.25	—	—	—	—	—
36	21.685 7	二叔十二烷基二硫化物	二硫化物类	027458-90-8	—	—	—	—	—	—	0.45±0.15	—	—	—
37	21.821 0	二丁酯己二酸	酯类	000105-99-7	—	—	—	—	—	—	—	—	4.10±0.56	—
38	22.368 1	2-乙基己基水杨酸酯	酯类	000118-60-5	—	—	—	—	—	—	—	—	4.45±0.35	—
39	22.450 6	十八甲基-环九硅氧烷	烷类	000556-71-8	—	0.30±0.11	—	0.42±0.14	—	—	0.44±0.12	—	—	—
40	23.727 0	1,2-苯二甲酸丁基-2-甲基丙基酯	芳香类	017851-53-5	—	—	0.32±0.14	—	—	—	0.31±0.09	—	—	—
41	23.773 9	二十甲基-环十硅氧烷	烷类	018772-36-6	—	—	—	0.21±0.05	—	—	—	—	—	—
42	24.779 7	1,1,3,3,5,5,7,7,9,9,11,11,13,13,15,15-十六甲基-环八硅氧烷	烷类	019095-24-0	—	—	—	—	—	—	0.06±0.01	—	—	—

“—”表示在 3 个平行中部分或均未检出。

“—” indicates that some or none of three parallels were detected.

2.79) % ($P<0.01$), 与 Strecker 降解路径中 α -氨基酮的生成动力学相符, 表明美拉德反应中间体的竞争性生成机制^[18-19]。

(3) 酸类与醛类化合物: 辛酸是一种短链脂肪酸, 具有刺激性气味, 在九次蒸制后完全挥发, 可能是“减毒”的关键机制之一。苯乙醛是一种常见的醛类化合物, 具有果香和花香, 在九次蒸制后完全挥发, 表明其挥发性较强。这些短链分子的挥发使多花黄精的风味变得更加柔和、甜美, 符合传统工艺中“九蒸九晒”的目标^[6]。

(4) 芳香族化合物: 2,4,6-三(1,1-二甲基乙基)-苯酚显著减少 (1.27%→未检出), 可能导致多花黄精的风味变得更加柔和。2,4-二(1,1-二甲基乙基)-苯酚有助于维持多花黄精的某些风味特征, 且这种化合物具有抗氧化活性^[20]。

2.4 九蒸九制多花黄精的多糖、总黄酮、总多酚含量测定及抗氧化活性测定与分析

2.4.1 多糖含量的测定 多花黄精多糖的提取在已优化的最优条件下进行^[21], 液料比 41 mL/g、超声时间 40 min, 超声功率 151 W, 超声温度 59 °C。采用蒽酮-硫酸法测定多糖含量^[21]。取 1 mL 的提取液, 加入蒽酮试剂 6 mL, 置于沸水浴中加热 10 min 取出, 迅速浸于冰水浴中冷却 10 min, 在波长为 582 nm 下进行吸光度 (A) 测定, 以葡萄糖作为对照。采用外标法获得标准曲线为 $A=8.3819C-0.1056$, $R^2=0.9928$, 式中 C 为葡萄糖质量浓度 (mg/mL)。

2.4.2 总黄酮含量的测定 采用 $\text{NaNO}_2\text{-Al}(\text{NO}_3)_3$ 比色法测定总黄酮含量^[2]。取 5 mL 提取液, 加入 0.3 mL 5% NaNO_2 溶液、0.3 mL 10% $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 溶液和 4 mL 4% NaOH 溶液, 反应 15 min 后, 在 510 nm 处测定 A 值, 以芦丁作为对照。采用外标法获得标准曲线为 $A=8.3125C-0.0253$, $R^2=0.9904$, 式

中 C 为芦丁质量浓度 (mg/mL)。

2.4.3 总多酚含量的测定 采用福林酚比色法测定总多酚含量^[2]。取 0.2 mL 提取液, 加入 0.5 mL 福林酚试剂和 1 mL 10% 碳酸钠溶液, 然后用蒸馏水定容至 10 mL。反应 1 h 后, 在 740 nm 处测定 A 值, 以没食子酸作为对照。采用外标法获得标准曲线为 $A=62.8750C+0.0461$, $R^2=0.9916$, 式中 C 为芦丁质量浓度 (mg/mL)。

2.4.4 抗氧化活性测定 将不同蒸制次数的多花黄精提取水溶性物质, 冷冻干燥后配制成 15 mg/mL, 参照前期研究基础方法^[21]进行抗氧化活性的测定。

(1) DPPH 抗氧化活性测定: 取 2 mL 样品液和 2 mL DPPH 试剂, 振荡, 避光放置 30 min, 在 520 nm 波长下测定其 A 值 ($A_{\text{样}}$), 以纯水为对照 (A_0)。

$$\text{DPPH 清除能力}=(A_0-A_{\text{样}})/A_0$$

(2) ABTS⁺抗氧化活性测定: 将 0.5 mL 样品溶液和 3.0 mL ABTS⁺储备液、混合振荡, 记作 A_1 ; 将 0.5 mL 样品溶液和 3.0 mL 50% 无水乙醇混合振荡, 记作 A_2 ; 将 0.5 mL 50% 无水乙醇和 3.0 mL ABTS⁺储备液混合振荡, 记作 A_0 。配制完毕后, 在黑暗中反应 10 min, 在波长为 734 nm 下进行 A 值测定。

$$\text{ABTS}^+\text{清除能力}=1-(A_1-A_2)/A_0$$

2.4.5 多花黄精的化学成分和生物活性分析 不同蒸制次数的多花黄精的多糖、总黄酮、总多酚含量及抗氧化活性结果如表 3 所示, 随着蒸制次数的增加, 多花黄精的化学成分和生物活性发生了显著变化。随着炮制次数的增多, 多糖含量降低, 总黄酮和总多酚含量显著增加。未蒸制时, 多糖的质量分数为 (101.71±0.08) mg/g, 经过 9 次蒸制后, 多糖质量分数降至 (75.68±0.21) mg/g。未蒸制时,

表 3 九蒸九制多花黄精的多糖含量、总黄酮含量、总多酚含量和抗氧化活性

Table 3 Polysaccharides content, total flavonoids content, total polyphenols content, and antioxidant activity of nine-steamed and nine-processed PC

蒸制 次数	多糖/ (mg·g ⁻¹)	总黄酮/ (μg·g ⁻¹)	总多酚/ (μg·g ⁻¹)	抗氧化活性/%		蒸制 次数	多糖/ (mg·g ⁻¹)	总黄酮/ (μg·g ⁻¹)	总多酚/ (μg·g ⁻¹)	抗氧化活性/%	
				DPPH	ABTS ⁺					DPPH	ABTS ⁺
0	101.71±0.08c	652.70±0.20i	748.10±2.80j	20.97±0.95h	36.28±1.86j	5	94.60±0.14e	1326.40±24.10e	3722.00±6.40c	62.07±0.32c	69.03±0.23e
1	88.16±0.24f	841.60±6.90g	2283.90±3.30i	32.87±0.81g	43.43±0.29i	6	87.31±0.55g	2609.10±25.00c	3696.90±2.80d	63.67±0.24c	75.70±0.24d
2	106.05±0.36a	805.30±14.00h	2553.10±1.10g	41.20±0.41f	55.83±0.77h	7	84.89±0.08h	1971.70±13.90d	4018.60±2.10b	66.47±0.24b	81.54±0.33c
3	103.18±0.01b	624.70±18.40j	2405.80±15.70h	46.34±0.64e	61.67±0.31g	8	80.42±0.22i	2877.40±12.10b	3410.00±3.90e	68.25±0.48a	88.74±0.76b
4	96.29±0.29d	1037.20±20.80f	2666.80±4.90f	59.55±0.42d	64.51±0.15f	9	75.68±0.21j	3867.70±6.90a	4171.30±3.80a	69.66±0.42a	96.58±0.18a

表中不同小写字母表示差异性显著 ($P<0.05$)。
Different lowercase letters in the table indicate significant differences ($P<0.05$).

总黄酮质量分数为 $(652.70 \pm 0.20) \mu\text{g/g}$, 总多酚质量分数为 $(748.10 \pm 2.80) \mu\text{g/g}$; 而经过 9 次蒸制后, 总黄酮质量分数增至 $(3867.70 \pm 6.90) \mu\text{g/g}$, 总多酚质量分数增至 $(4171.30 \pm 3.80) \mu\text{g/g}$, 分别增加了近 6 倍。总黄酮和总多酚等生物活性物质对高温处理较敏感^[14], 而本实验的加工工艺可以更好的保留这些热敏性生物活性物质。

抗氧化活性实验进一步证实了蒸制次数对多花黄精生物活性的显著影响。未蒸制时, DPPH 清除活性为 $(20.97 \pm 0.95) \%$, ABTS⁺清除活性为 $(36.28 \pm 1.86) \%$; 而经过 9 次蒸制后, DPPH 清除活性增至 $(69.66 \pm 0.42) \%$, ABTS⁺清除活性增至

$(96.58 \pm 0.18) \%$, 分别增加了约 2.0 倍和 1.7 倍。7 次及以上的蒸制能够显著提高多花黄精的抗氧化能力。

2.5 九蒸九制多花黄精的聚类分析和主成分分析 (principal component analysis, PCA)

2.5.1 聚类分析 不同蒸制次数多花黄精中各个气质成分、抗氧化活性、多糖含量、总黄酮含量和总多酚含量存在一定的差异。采用 DPS 18.10 软件对九蒸九制不同蒸制次数的多花黄精的 30 个样品的气质成分含量、抗氧化活性活性、多糖含量、总黄酮含量和总多酚含量进行聚类分析 (最长距离法), 结果见图 3。当绝对值距离为 25 时, 0~9 次

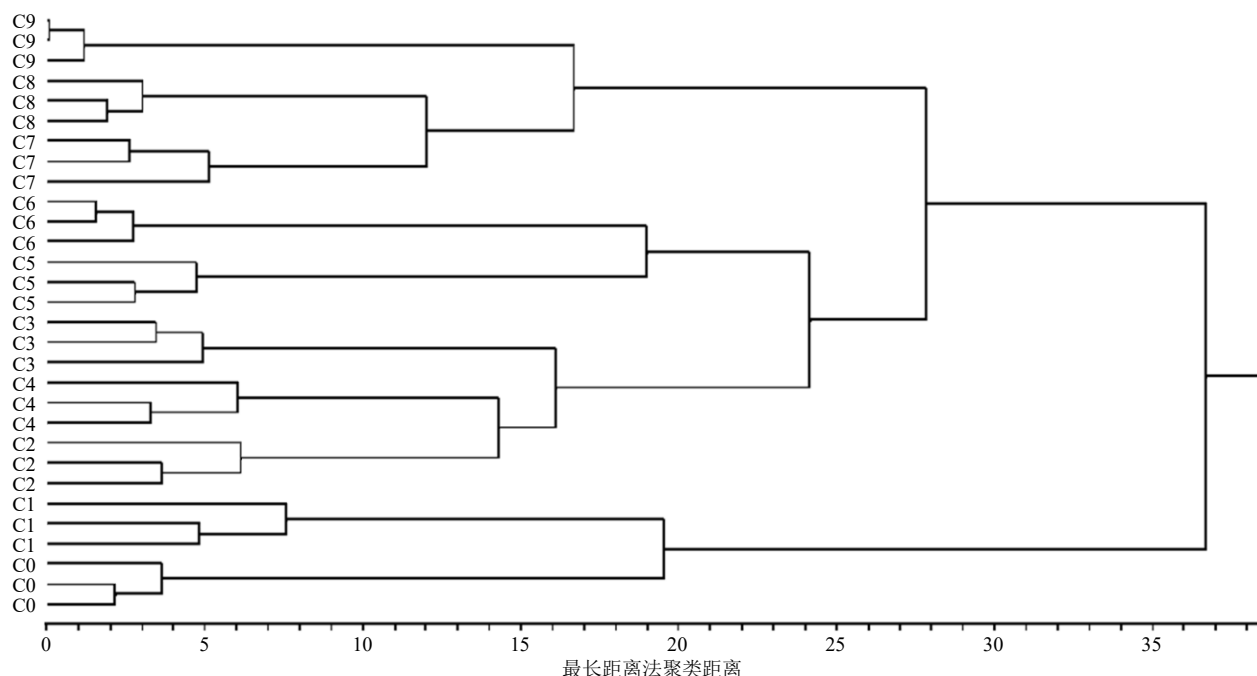


图 3 九蒸九制多花黄精样品聚类分析树状图

Fig 3 Cluster analysis of nine-steamed and nine-processed PC

不同蒸制次数的 30 个样品多花黄精被分为 3 类, C0~C1 聚为一类, C2~C6 聚为一类, C7~C9 聚为一类。

2.5.2 PCA 以九蒸九制不同蒸制次数多花黄精的 30 个样品的气质成分、抗氧化活性、多糖含量、总黄酮含量和总多酚含量为数据源, 进行 PCA。按照特征性大于 1 的原则, 提取 9 个主成分, 累积方差贡献率为 92.362 7% (表 4), 反映了不同蒸制次数多花黄精中的大量信息, 可作为多花黄精品质判断的代表^[22]。由表 5 的主成分因子载荷矩阵表可知, F1 主要反映了 DPPH、ABTS⁺和总多酚的信息, F2 反映了十四烷的信息, F3 反映了总黄酮的信息, F4 与己酸、十六烷基酯 2-氯丙酸和 2-己基-1-癸醇呈负

表 4 九蒸九制多花黄精主成分特征值及方差贡献率

Table 4 Principal component eigenvalues and variance contribution rates of nine-steamed and nine-processed PC samples

主成分	主成分特征值	方差贡献率/%	累积方差贡献率/%
F1	11.964 6	25.456 7	25.456 7
F2	7.565 6	16.097 0	41.553 7
F3	6.084 0	12.944 7	54.498 4
F4	5.292 9	11.261 5	65.759 9
F5	3.651 7	7.769 6	73.529 5
F6	2.657 6	5.654 4	79.183 9
F7	2.413 9	5.136 1	84.320 0
F8	2.064 0	4.391 6	88.711 6
F9	1.716 0	3.651 1	92.362 7

表 5 九蒸九制多花黄精主成分因子载荷矩阵

Table 5 Principal component factor load matrix of nine-steamed and nine-processed PC

成分	主成分								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
八甲基-环四硅氧烷	0.028 7	0.108 5	-0.807 6	0.146 2	-0.069 9	-0.281 0	0.074 2	-0.018 2	0.010 7
3-甲基-1,2-环戊二酮	0.038 3	0.145 4	-0.725 6	-0.432 0	0.156 9	-0.218 5	0.137 5	-0.293 6	0.062 5
苯乙醛	-0.078 1	0.028 7	-0.065 2	0.054 0	0.110 7	-0.966 5	0.055 6	-0.008 8	-0.086 7
1-(1 <i>H</i> -吡咯-2-基)-乙酮	0.514 9	0.135 4	0.240 3	0.281 4	0.242 6	0.177 9	-0.038 2	0.333 8	-0.410 3
壬醛	-0.800 6	0.066 0	0.102 0	0.089 1	0.207 2	-0.514 5	0.075 0	0.083 0	-0.044 8
2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4 <i>H</i> -吡喃-4-酮	0.148 3	0.139 1	0.001 1	0.113 3	0.014 4	0.005 2	-0.963 5	0.095 8	-0.018 7
十甲基-环戊硅氧烷	-0.562 9	0.054 3	0.032 3	0.080 4	0.182 9	-0.759 4	0.077 5	0.067 0	-0.066 2
十二烷	-0.571 0	-0.164 9	-0.465 6	0.286 3	-0.192 9	-0.321 4	0.160 6	-0.116 0	0.039 6
十三烷	-0.799 1	0.188 6	0.116 0	0.176 5	-0.207 5	-0.406 5	0.114 5	-0.160 1	0.010 6
十二甲基-环六硅氧烷	0.000 2	0.178 0	-0.055 3	0.008 1	0.101 1	-0.528 2	-0.067 7	0.007 0	-0.644 1
十四烷	0.037 9	0.695 5	0.148 6	0.242 9	0.314 8	0.099 2	-0.409 1	0.222 1	-0.043 3
2,4-二(1,1-二甲基乙基)-苯酚	-0.112 7	0.032 0	-0.182 2	-0.203 6	-0.115 8	0.027 7	-0.161 5	-0.119 5	0.901 8
丁基羟基甲苯	-0.450 8	-0.163 7	-0.165 5	-0.081 8	-0.229 8	-0.012 0	0.447 5	-0.082 2	0.632 7
2,6,10-三甲基-十四烷	-0.603 2	0.169 0	-0.386 9	-0.278 3	0.236 2	-0.170 5	0.162 4	-0.444 5	0.118 1
十六烷	-0.591 3	0.368 6	0.446 6	0.109 3	0.095 9	0.112 5	-0.025 3	-0.031 4	-0.039 4
十七烷	-0.785 6	-0.229 2	0.144 4	-0.285 9	0.184 8	-0.161 0	0.168 5	-0.299 1	0.028 1
2,6,10,14-四甲基-十五烷	-0.737 6	-0.045 9	-0.236 8	0.345 8	-0.114 7	-0.227 0	0.307 7	-0.095 7	-0.289 5
<i>N</i> -(2-三氟甲基苯基)-吡啶-3-羧酰胺肟	-0.039 9	0.092 0	-0.075 3	0.113 8	0.055 9	-0.605 5	0.098 9	-0.711 4	-0.058 0
十八甲基-环九硅氧烷	0.047 1	-0.629 2	-0.598 7	0.161 2	0.077 7	-0.316 3	0.085 4	0.171 5	-0.018 5
辛酸	0.146 1	-0.307 2	-0.230 3	-0.315 4	-0.690 1	0.230 7	0.190 0	-0.312 2	0.077 9
甲酯2-吡啶甲酸	0.047 3	0.239 2	-0.668 6	0.216 5	-0.515 7	0.225 7	0.105 2	-0.241 4	0.038 4
2-丁基-2-辛烯醛	0.079 0	0.228 6	0.033 8	-0.477 2	-0.607 1	0.105 6	0.127 4	-0.503 1	0.127 2
十四甲基-环庚硅氧烷	0.527 8	0.190 8	0.207 4	0.104 9	0.141 4	0.333 5	0.102 7	-0.022 2	0.223 0
<i>N</i> -甲基-4-氯苯磺酰胺	0.077 7	0.176 2	0.095 0	-0.690 9	-0.600 2	0.037 5	0.099 3	0.133 8	0.134 0
2,4,6-三(1,1-二甲基乙基)-苯酚	0.066 8	-0.497 3	0.118 6	0.137 3	-0.790 0	0.046 8	0.076 0	0.171 2	0.061 7
丁基-2-甲基丙基酯-1,2-苯二甲酸	0.074 9	-0.513 6	0.086 6	0.153 5	-0.742 4	0.056 4	0.072 3	0.161 0	0.001 7
十八烷	0.146 9	-0.296 5	-0.622 1	-0.395 2	0.066 5	0.263 1	0.152 5	-0.384 4	0.061 0
二十甲基-环十硅氧烷	0.030 8	0.071 4	-0.908 4	0.110 6	0.112 0	0.192 9	0.032 6	0.202 9	0.028 8
二十烷	0.033 0	0.082 1	-0.018 3	0.114 2	-0.032 9	0.113 2	0.075 9	-0.898 6	0.071 6
己酸	0.080 0	0.049 4	0.034 0	-0.968 8	0.025 6	0.050 1	0.065 8	0.019 9	0.063 1
壬酸	0.338 9	0.205 2	0.291 3	-0.257 0	0.273 1	0.076 6	0.288 6	0.199 6	0.635 8
十六烷基酯2-氯丙酸	0.082 1	0.053 6	0.038 7	-0.977 6	0.020 5	0.044 7	0.066 7	0.023 6	0.083 5
2-己基-1-癸醇	0.086 1	0.057 2	0.045 4	-0.963 6	0.016 0	0.040 9	0.071 5	0.025 3	0.106 0
1-甲基-1 <i>H</i> -吡咯-2-甲醛	0.090 7	-0.966 9	0.085 7	0.082 1	-0.079 9	0.067 4	0.054 5	0.045 0	-0.003 9
甲基十四烷	-0.658 3	-0.635 7	0.202 0	0.106 4	0.085 1	0.205 5	0.072 7	0.118 9	0.036 2
二叔十二烷基二硫化物	0.084 6	-0.940 5	0.083 0	0.084 4	-0.060 9	0.065 8	0.050 4	0.044 4	0.026 1
1,1,3,3,5,5,7,7,9,9,11,11,13,13,15,15-十六 甲基-环八硅氧烷	0.091 1	-0.965 0	0.084 2	0.082 0	-0.081 5	0.064 3	0.054 0	0.047 5	-0.005 7
己二酸二丁酯	0.147 9	0.088 9	0.141 0	0.068 1	0.112 5	0.058 9	-0.957 3	0.042 0	-0.026 2
2-乙基己基水杨酸酯	0.148 6	0.090 1	0.141 8	0.068 7	0.113 1	0.059 3	-0.958 9	0.042 9	-0.026 6
3,5-二甲基苯甲醛	-0.928 4	0.054 5	0.181 4	0.061 7	0.163 6	0.191 1	0.047 4	0.118 3	0.019 9
十五烷	-0.926 9	0.053 5	0.181 5	0.060 9	0.164 2	0.193 9	0.047 0	0.117 8	0.018 9
1-溴十八烷	-0.886 9	0.045 4	0.173 9	0.054 7	0.168 6	0.208 8	0.041 0	0.103 2	0.053 7
DPPH	0.835 7	-0.142 5	0.229 9	-0.112 4	0.206 9	0.345 5	-0.142 0	-0.107 1	-0.085 5
ATBS ⁺	0.782 0	-0.057 2	0.260 5	0.037 2	0.238 2	0.386 6	-0.191 8	0.094 4	-0.224 7
多糖	-0.516 7	0.117 7	-0.488 6	-0.120 6	-0.538 4	0.119 9	0.196 4	-0.092 5	0.312 0
总黄酮	0.280 2	-0.305 9	0.585 0	-0.300 4	0.499 5	0.018 8	-0.102 7	0.349 3	0.014 4
总多酚	0.897 9	-0.152 9	0.278 5	-0.166 0	0.138 5	0.144 2	0.026 8	0.103 2	-0.079 9

相关关系, F5 与 2,4,6-三(1,1-二甲基乙基)-苯酚和丁基-2-甲基丙基酯 1,2-苯二甲酸呈负相关关系, F6 与苯乙醛呈负相关关系, F7 与 2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4*H*-吡喃-4-酮、己二酸二丁酯和 2-乙基己基水杨酸酯呈负相关关系, F8 与二十烷呈负相关关系, F2 反映了 2,4-二(1,1-二甲基乙基)-苯酚的信息。利用美吉生物云平台(<https://www.majorbio.com/tools>)建立 PCA 模型如图 4 所示, 不同蒸制次数多花黄精可区分为 3 类, C0~C1 为一类, C2~C6 为一类, C7~C9 为一类, PCA 结果与聚类分析结果一致。

2.6 CRITIC 客观权重赋值法建立评分模型

九蒸九制多花黄精的化学成分、抗氧化活性及挥发性风味的动态变化机制如图 5 所示, 多花黄精在九蒸九制过程中, 发生了美拉德 (Maillard) 反应

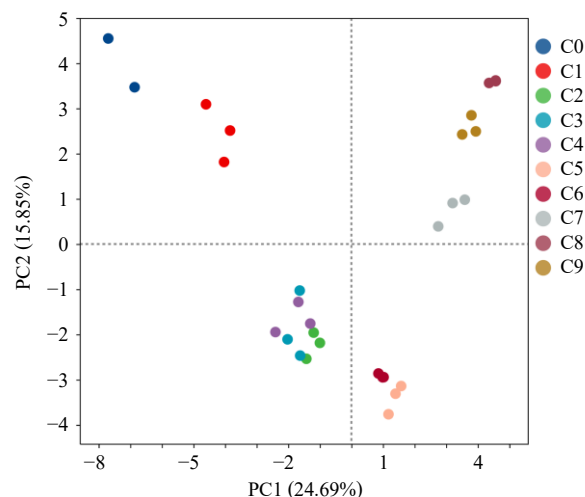


图 4 九蒸九制多花黄精 PCA 图

Fig. 4 PCA of nine-steamed and nine-processed PC

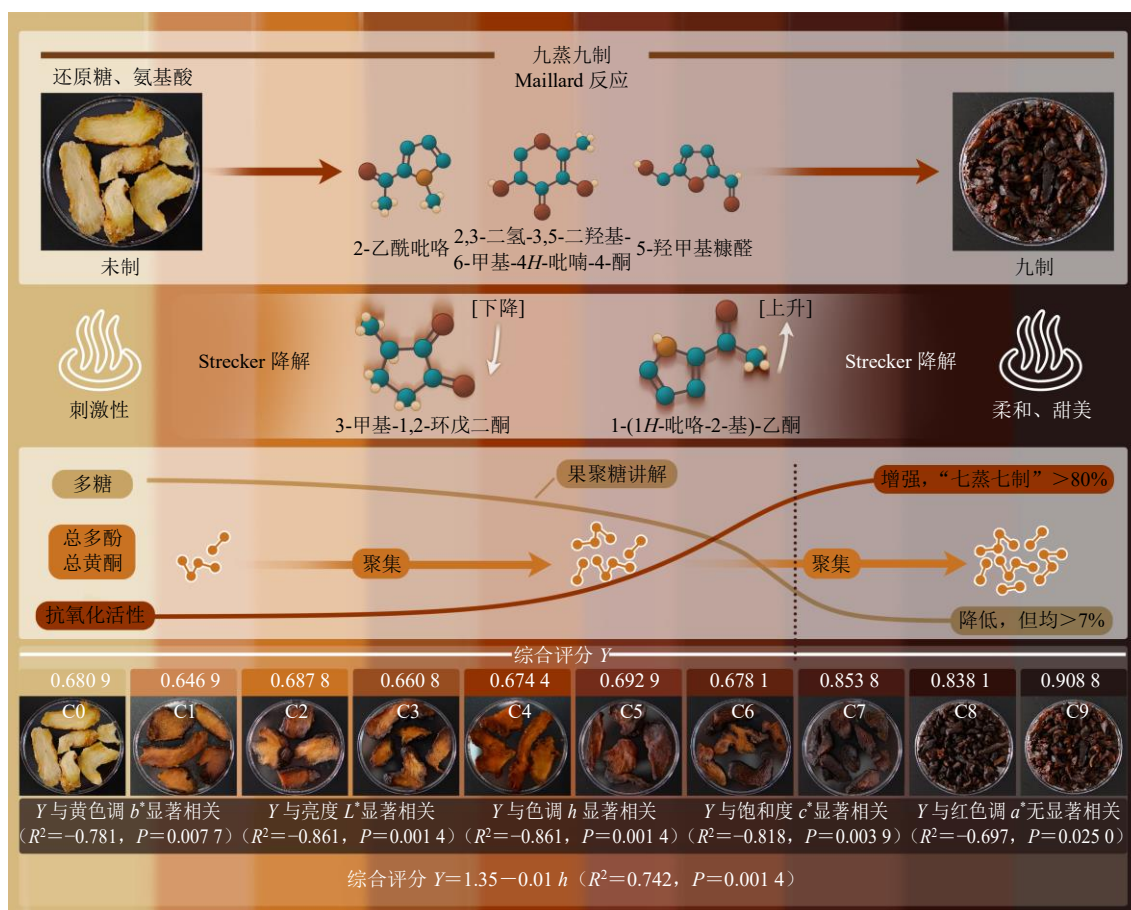


图 5 九蒸九制多花黄精的化学成分、抗氧化活性及挥发性风味的动态变化机制

Fig. 5 Mechanism of nine-steaming and nine-processing on chemical composition, antioxidant activity, and volatile flavor of PC

和 Strecker 降解等, “七蒸七制” 达到理想终点, 为了能更好的通过颜色来判定其质量。使用基于准则相关性的权重确定法 (criteria importance through intercriteria correlation, CRITIC) 方法建立评分模型, 首先标准化数据以使不同量纲的指标可比。对于

“越高越好” 的指标, 使用 Min-Max 标准化将每个指标的值转换到 0 到 1 的范围; 对于 “越低越好” 的指标, 反转它们的标准化值, 使得较低的值对应较高的得分。计算每个指标的标准差用于衡量指标的信息量 (分辨能力)。计算指标之间的相关性和综

合信息量。通过归一化计算每个成分的客观权重,然后使用这些权重对每个样本进行综合评分^[23]。

2.6.1 权重系数和综合得分 权重比较高的越高越好指标是多糖和总黄酮,权重比较高的越低越好指标是 4-氯苯磺酰胺、4*H*-吡喃-4-酮和 2-乙基己基水杨酸酯。计算多花黄精生品到九蒸九制样品(C0~C9)质量综合评分(*Y*)依次为 0.680 9、0.646 9、0.687 8、0.660 8、0.674 4、0.692 9、0.678 1、0.853 8、0.838 1 和 0.908 8。

2.6.2 Pearson 相关性分析 分析综合评分与色调、亮度和饱和度之间是否具有相关性,Pearson 分析显示综合评分 *Y* 与黄色调 *b** 显著相关($R^2=-0.781$, $P=0.007\ 7$);与亮度 *L** 也显著相关($R^2=-0.861$, $P=0.001\ 4$);与红色调 *a** 没有明显的相关性($R^2=-0.697$, $P=0.025\ 0$);与饱和度 *c** 显著相关($R^2=-0.818$, $P=0.003\ 9$);与色调 *h* 显著相关($R^2=-0.861$, $P=0.001\ 4$)。

2.6.3 构建模型 使用逐步回归,通过逐步选择变量来建立最优模型。综合评分 *Y* 与色调 *h* 的回归方程为 $Y=1.35-0.01\ h$,模型具有统计学意义($R^2=0.742$, $P=0.001\ 4$)。

3 讨论

本研究通过对比九蒸九制不同蒸制次数对多花黄精化学成分、抗氧化活性及挥发性风味的影响,揭示了“七蒸七制”及以上显著改变了多花黄精的化学成分、生物活性和风味。九蒸九制多花黄精随蒸制次数增加而颜色加深,主要归因于美拉德反应生成棕色类黑精物质^[14,24]。色泽变化不仅反映了化学成分的转化,还符合传统“九蒸九晒”工艺的目标,即通过多次蒸制使多花黄精颜色变深、质地变软、风味变甜,达到“减毒增效”的效果^[5,25]。美拉德反应产物不仅可以改善食品的风味和色泽,还具有抗氧化、抗炎等多种生物活性^[18]。刺激性气味的辛酸在九次蒸制后完全挥发,可能是“减毒”的关键机制之一。

多次蒸制显著改善多花黄精的风味,多次蒸制使多花黄精的风味更加柔和、甜美,使其更适合食用和药用,并符合“减毒增效”的传统工艺目标。蒸制次数对多花黄精挥发性风味化合物的组成有显著影响,增加蒸制次数会引起部分挥发性化合物含量变化,这与美拉德反应密切相关。美拉德反应的特征标志物,如 2-乙酰吡咯浓度增大,表明在多次蒸制过程中,反应逐渐增强。这些化合物是美拉

德反应的关键中间体,反映了蒸制次数的增加促进了还原糖与氨基酸的反应,从而生成更多美拉德反应产物。

美拉德反应是蛋白质的游离氨基酸基团(如赖氨酸和精氨酸)与还原糖的羰基(如果糖和葡萄糖)之间的一系列非酶促反应^[12]。随着蒸制次数增加,反应条件的累积效应导致更多中间体和最终产物的生成。4*H*-吡喃酮衍生物(比如 2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4*H*-吡喃-4-酮)的出现表明反应已进入深层阶段,生成的多环化合物通常与高温、长时间加工条件相关。该反应说明多花黄精发生了彻底的化学转化。2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4*H*-吡喃-4-酮具有抗氧化能力^[11,26],也是九蒸九制多花黄精抗氧化活性增强的原因之一。

在风味方面,苯乙醛的减少可能减弱花香^[27],通过多次蒸制可使多花黄精的风味更加柔和、适口^[9]。2-乙酰吡咯和 4*H*-吡喃酮衍生物的增加等作用于多花黄精的风味和色泽,促进其颜色加深(图 1),风味变得更复杂、柔和,符合传统工艺对品质的要求。在抗氧化活性方面,“七蒸七制”多花黄精达到 80% 以上。聚类分析和 PCA 结果将多花黄精样品分为 3 类,其中“七蒸七制”是一个重要的分界点;另外,CRITIC 法综合评分结果也显示“七蒸七制”以后综合评分大于 0.8。基于风味、抗氧化活性和综合品质特征的综合考量,推测“七蒸七制”多花黄精为多花黄精炮制的理想终点。这些结果为优化多花黄精的加工工艺提供了科学依据,并为其在食品和药用领域的开发奠定了基础。

虽然蒸制 7 次以上多糖含量降低,但是总黄酮和总多酚含量显著增加,抗氧化活性显著增强。多花黄精多糖作为其主要活性成分之一,可能通过多种机制发挥其健康功效^[28]。随着炮制次数的增多,多糖含量降低,这是因为炮制过程发生美拉德反应使得多花黄精多糖被水解成低聚糖,多花黄精富含复杂结构的果聚糖经加热后能降解产生约 30% 的低聚果糖、约 38% 的果糖^[3]。尽管多糖的含量降低,但其降解产物如低聚果糖具有一定的益生元功能的生物活性^[29]。黄精经过九蒸九制多糖抗氧化活性显著高于未蒸制黄精的多糖抗氧化活性,与吴丰鹏等^[30]的研究结果一致。另有研究表明,小分子多糖相比大分子多糖具有增效作用^[31];经过炮制的黄精多糖 CD4⁺/CD8⁺ 比值逐渐增加,显著增强免疫调节活性^[32]。总黄酮和总多酚含量增加,这一显著富集

可能与蒸制过程中化学成分的转化有关,多次蒸制促进了黄酮类和多酚类化合物的生成或释放^[33]。多糖、总黄酮、总多酚这些成分具有抗氧化、抗炎和免疫调节等多种生物活性,是多花黄精的重要功效基础。

抗氧化活性增强的机制有以下几个方面:(1)多花黄精多糖具有抗氧化活性,而加工工艺对多糖的结构和活性有显著影响^[2,34]。黄精的蒸制过程不仅使黄精多糖的含量减少,还会使其出现降解、聚集和解聚^[35]。这些降解产物参与美拉德反应,生成具有抗氧化活性的类黑精物质^[20]。(2)总黄酮和总多酚含量的增加,具有强抗氧化活性。这些化合物含有多个酚羟基,能够通过供氢或电子转移机制中和自由基,减少氧化损伤^[19]。此外,它们还能螯合金属离子,抑制氧化酶的活性,从而减少活性氧的生成^[17]。(3)蒸制过程中发生的美拉德反应是抗氧化活性增强的重要机制之一。美拉德反应生成的类黑精物质(如 2-乙酰吡咯)具有抗氧化活性,能够捕捉自由基并抑制脂质过氧化反应^[18]。这些产物不仅改善了多花黄精的风味,还显著增强了其抗氧化能力^[12]。

本实验通过 HS-SPME-GC-MS 方法分析九蒸九制多花黄精的风味,利用化学计量法测定主要活性成分,分析结果表明多花黄精九蒸九制中“七蒸七制”及以上可显著提升抗氧化活性和风味,使其更适合开发为功能性食品或药用产品。本研究揭示了多花黄精九蒸九制过程的化学成分、抗氧化活性及挥发性风味的动态变化及机制,且使用 CRITIC 方法建立评分模型,为优化传统炮制工艺提供了科学依据,也为开发高活性多花黄精产品奠定了基础。但本研究仍存在一些局限性。比如未对蒸制过程多花黄精毒性变化进行系统评估,缺乏体内活性验证。在后期的研究中可对蒸制黄精毒性进行评估,另外可深入开展体内实验,验证多花黄精炮制后在动物模型中的抗氧化、免疫调节等活性,以及对肠道菌群的影响等,为其在医药和保健领域的应用提供更坚实的科学基础。

利益冲突 所有作者均声明不存在利益冲突

参考文献

[1] Xian J, Chen Q L, Zhang C, *et al.* Polygonati Rhizoma polysaccharides relieve exercise-induced fatigue by regulating gut microbiota [J]. *J Funct Foods*, 2023, 107: 105658.

[2] Zheng M X, Su H L, Xiao R F, *et al.* Effects of *Polygonatum cyrtonema* extracts on the antioxidant ability, physical and structure properties of carboxymethyl cellulose-xanthan gum-flaxseed gum active packaging films [J]. *Food Chem*, 2023, 403: 134320.

[3] 斯金平, 裘雨虹, 孙云娟, 等. 新兴林粮: 黄精产业发展战略研究 [J]. *中国工程科学*, 2024, 26(2): 113-120.

[4] 刘京晶, 斯金平. 黄精本草考证与启迪 [J]. *中国中药杂志*, 2018, 43(3): 631-636.

[5] 秦宇雯, 张丽萍, 赵祺, 等. 九蒸九晒黄精炮制工艺的研究进展 [J]. *中草药*, 2020, 51(21): 5631-5637.

[6] Nie X H, Wang L Y, Wang S Y, *et al.* *In vitro* hypoglycemic and antioxidant activities of steamed *Polygonatum cyrtonema* Hua with various steaming degrees: Relationship with homoisoflavonoids [J]. *Food Biosci*, 2023, 53: 102518.

[7] 葛勇进, 吕伟德, 饶君凤, 等. 浙江省黄精产业发展路径分析 [J]. *中国农村科技*, 2024(3): 51-54.

[8] 苏海兰, 陈宏, 郑梅霞, 等. 多花黄精茶产地加工技术规范 [J]. *福建农业科技*, 2023, 54(9): 59-62.

[9] Sun Y, Zhou L, Shan X, *et al.* Untargeted components and *in vivo* metabolites analyses of *Polygonatum* under different processing times [J]. *LWT*, 2023, 173: 114334.

[10] 马永强, 沈盈, 王鑫, 等. 黄精基酒对 ICR 小鼠抗氧化及抗疲劳作用 [J]. *食品研究与开发*, 2023, 44(2): 29-36.

[11] 王淳, 宋志前, 宁张弛, 等. 黄精炮制二氯甲烷组分 Maillard 反应产物及抗氧化活性研究 [J]. *中草药*, 2019, 50(3): 604-610.

[12] Yuan X J, Feng S Q, Li J N, *et al.* Generation of advanced glycation end products from glycated protein or fructose/glyoxal-protein adducts under *in vitro* simulated gastrointestinal digestion [J]. *Food Chem*, 2025, 463: 141175.

[13] 董宁, 陈西, 李旭博, 等. 基于颜色-多糖-抗氧化活性关联分析探究黄精九蒸九制质量变化 [J]. *中草药*, 2025, 56(2): 476-486.

[14] 马佳丽, 蒋殷盈, 蒋福升, 等. 九蒸九制多花黄精炮制过程变化研究 [J]. *浙江中医药大学学报*, 2020, 44(5): 480-485.

[15] 刘格格, 毕金峰, 苟敏, 等. 基于 GC-MS 及电子鼻技术结合化学计量法表征 8 种白桃关键香气的差异 [J]. *食品科学*, 2023, 44(18): 277-285.

[16] 张帆, 钟伟华, 吕春秋, 等. 九蒸九制工艺过程中黄精理化品质特征及多糖组分的演变 [J]. *现代食品科技*, 2022, 38(9): 171-180.

[17] Boulebd H, Mechler A, Hoa N T, *et al.* Thermodynamic and kinetic studies of the antiradical activity of 5-

- hydroxymethylfurfural: Computational insights [J]. *New J Chem*, 2020, 44(23): 9863-9869.
- [18] 王植, 刘昊天, 刘骞, 等. 美拉德反应及其产物在递送生物活性物质方面的应用研究进展 [J]. 食品科学, 2021, 42(11): 324-331.
- [19] Antony A, Farid M. Effect of temperatures on polyphenols during extraction [J]. *Appl Sci*, 2022, 12(4): 2107.
- [20] Shi R J, Gong M, Li Y X, *et al.* Phenolic composition, antioxidant, and α -glucosidase inhibitory activities of extracts from *Polygonatum sibiricum* [J]. *J Food Biochem*, 2023, 2023(1): 7864904.
- [21] 郑梅霞, 苏海兰, 李炽勤, 等. 响应面法优化超声提取多花黄精多糖工艺及其生物活性研究 [J]. 中国食品添加剂, 2024, 35(9): 1-9.
- [22] 董双涛, 徐丽霞, 高建平, 等. 基于一测多评定量联合化学计量学及 Logistic 回归模型的白前质量等级预测 [J]. 中草药, 2025, 56(2): 656-666.
- [23] 李蒙恩, 马彦江, 姚超, 等. 基于九蒸九制黄精中 5-HMF 和多糖含量分析的黄精炮制品质量评价模型的建立 [J]. 时珍国医国药, 2021, 32(8): 1897-1900.
- [24] Jin J, Lao J, Zhou R R, *et al.* Simultaneous identification and dynamic analysis of saccharides during steam processing of rhizomes of *Polygonatum cyrtoneura* by HPLC-QTOF-MS/MS [J]. *Molecules*, 2018, 23(11): 2855.
- [25] 邹会品, 阳睦贤, 贾瑶, 等. 基于 GC-MS 结合色度值的生、蒸多花黄精对比研究 [J]. 药物评价研究, 2025, 48(4): 936-945.
- [26] 黄靖, 胡利利, 何婉莺, 等. 九蒸九制对滇黄精呈香品质及抗氧化活性的影响 [J]. 食品研究与开发, 2025, 46(1): 70-79.
- [27] 刘亚芹, 王辉, 朱林, 等. 茶树品种对祁门红茶挥发性代谢谱及关键呈香物质的影响 [J]. 食品科学, 2025, 46(8): 211-220.
- [28] 许云聪, 闫巧娟, 朱春华, 等. 滇黄精多糖对肥胖小鼠脂代谢紊乱及脑功能损伤的改善作用 [J]. 食品科学, 2025, 46(1): 64-73.
- [29] Pengrattanachot N, Thongnak L, Promsan S, *et al.* Fructooligosaccharides ameliorate renal injury and dysfunction through the modulation of gut dysbiosis, inhibition of renal inflammation, oxidative stress, fibrosis, and improve organic anion transporter 3 function in an obese rat model [J]. *Mol Nutr Food Res*, 2024, 68(16): e2400191.
- [30] 吴丰鹏, 李芹英, 吴彦超, 等. 九蒸九制对黄精多糖单糖组成及其抗氧化性的影响 [J]. 食品工业科技, 2021, 42(2): 42-46.
- [31] 万晓莹, 刘振丽, 宋志前, 等. 黄精炮制前后多糖的相对分子质量分布和免疫活性比较 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2021, 27(15): 83-90.
- [32] Su L L, Li X M, Guo Z J, *et al.* Effects of different steaming times on the composition, structure and immune activity of *Polygonatum* polysaccharide [J]. *J Ethnopharmacol*, 2023, 310: 116351.
- [33] 王俊楠, 卢琪, 薛淑静, 等. 九蒸九制对鸡头黄精理化性质及抗氧化性的影响 [J]. 现代食品科技, 2024, 40(2): 231-245.
- [34] 何雪梅, 岳健, 邱福荣, 等. 动态超高压微射流辅助提取对滇黄精多糖结构和活性的影响 [J]. 食品科学, 2022, 43(19): 95-101.
- [35] 刁卓, 胡冲, 杨青山, 等. 黄精炮制品多糖多元指纹图谱的建立及化学模式识别 [J]. 中草药, 2024, 55(4): 1124-1132.

[责任编辑 郑礼胜]