

· 药剂与炮制 ·

栀子微波炮制过程中指标成分及粉末颜色变化的关联性分析

黄潇, 刘婧*, 付小梅, 陈瑶, 蒋淑敏, 李桥英
(江西中医药大学, 南昌 330004)

[摘要] 目的:研究栀子微波炮制过程中的指标成分含量变化及其与粉末颜色变化的相关性,为栀子微波炮制品的质量评价提供科学依据。方法:利用HPLC测定栀子微波炮制过程中京尼平-1- β -D-龙胆双糖苷,京尼平苷,西红花苷-I,西红花苷-II和西红花苷-III的含量变化,流动相乙腈-0.2%磷酸水溶液梯度洗脱,流速 $1\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$,进样量 $5\text{ }\mu\text{L}$,柱温 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$,检测波长 $238,440\text{ nm}$ 。利用紫外分光光度法于 760 nm 处测定总鞣质的含量,分析各指标成分含量变化与颜色量化参数 L, a, b 的相关性。结果:随着微波炮制时间的延长,温度逐渐升高,京尼平苷、西红花苷-I和西红花苷-II含量逐渐降低。京尼平-1- β -D-龙胆双糖苷和西红花苷-III在初期略有升高,当温度 $>200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 后基本处于逐渐降低的趋势;总鞣质含量先随温度升高而逐渐升高,并在 5 min 时达最高值,之后迅速降低。京尼平苷含量与 L 呈正相关;西红花苷-I含量与 a, b 呈正相关。结论:栀子微波炮制品粉末颜色与成分含量之间具有一定相关性,能够作为微波炮制过程中监测炮制品质量评价的依据。

[关键词] 栀子;微波炮制;粉末颜色;京尼平苷;西红花苷-I;鞣质

[中图分类号] R283;R943.1;R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2017)10-0001-06

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2017100001

[网络出版地址] <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20170308.0948.032.html>

[网络出版时间] 2017-03-08 9:48

Correlations Between Index Components and Powder Color Changes in Microwave Processing of Gardeniae Fructus

HUANG Xiao, LIU Jing*, FU Xiao-mei, CHEN Yao, JIANG Shu-min, LI Qiao-ying
(Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330004, China)

[Abstract] **Objective:** To study content changes of index compositions from Gardeniae Fructus in microwave processing and its correlations with powder color changes, in order to provide scientific basis for quality assessment of its microwave processed products. **Method:** HPLC was employed to determine the contents of genipin-1- β -D-gentiobioside, geniposide, crocin-I, crocin-II and crocin-III with mobile phase of acetonitrile-water (containing 0.2% phosphoric acid) for gradient elution and detection wavelenghtes of 238, 440 nm. The content of total tannin was measured by UV at 760 nm. The correlations between contents of these components and color quantization parameters (L, a and b) were analysed. **Result:** With the increase of microwave processing time, the temperature gradually increased, the contents of geniposide, crocin-I and crocin-II decreased; the contents of genipin-1- β -D-gentiobioside and crocin-III increased slightly at the beginning, and gradually reduced when the temperature exceeded $200\text{ }^{\circ}\text{C}$; the content of total tannin increased gradually and reached the highest at 5 min, and then decreased rapidly. The content of geniposide was positively correlated with L , the content of

[收稿日期] 20161212(005)

[基金项目] 国家自然科学基金项目(81360620);江西省教育厅科学技术研究项目(GJJ150846);江西省卫生计生委中医药科研项目(2015A051,2015A040,2016A019)

[第一作者] 黄潇,讲师,从事中药生产相关新技术及设备研究,Tel:13767964127,E-mail:54682090@qq.com

[通讯作者] *刘婧,讲师,从事中药炮制及成分相关研究,Tel:0791-87118645,E-mail:liujing860828@163.com

crocin- I was positively correlated with *a* and *b*. **Conclusion:** There are correlations between the contents of index components and powder color changes in microwave processing of Gardeniae Fructus.

[**Key words**] Gardeniae Fructus; microwave processing; color of powder; geniposide; crocin- I; tannin

炒制为栀子传统的炮制方法,通过炒黄、炒焦后能够缓和药物的寒凉之性,继续炒制成炭后,又具有较好的止血功效,说明栀子通过炒制后具有清热生用、凉血炒用、止血炭用的多种临床用法。中药炮制技术是我国中医药行业几千年来不断积累下来的宝贵技艺和文化结晶,在继承和延续传统炮制方法的同时,新技术和新方法的研究正逐渐使中药炮制焕发新的活力。微波加热技术相较于传统炒制方法,具有节能、可控性及操作性强等优点。微波除了用于中药制剂生产过程的干燥和灭菌外,目前关于雷公藤^[1]、莪术^[2]、山楂^[3]等多种中药饮片炮制的研究表明,微波炮制品中化学成分种类及含量上的变化与传统炒制品接近,但炮制时间大大缩短,符合现代中药加工节能高效的要求。

栀子的传统炮制方法过程中常用炒黄、炒焦来描述栀子炮制品表层的颜色性状,一方面这种描述方式存在较大的主观性和判断的不精确性,另一方面由于微波炮制过程中栀子颜色的变化在芯层较为明显而在表层变化不大。目前,以客观量化数据描述微波炮制品性状及其与成分之间关联性的研究报道较少。因此,本实验以颜色模型 *L*, *a* 和 *b* 来量化栀子微波炮制品粉末颜色^[4],讨论微波过程中化学成分含量与粉末颜色变化的关联性,为栀子微波炮制过程的监测及炮制品的质量评价提供一定的理论基础。

1 材料

P70D20D 型微波炉(广东格兰仕集团有限公司),1200 系列高效液相色谱仪(美国安捷伦公司),UV-2100 型紫外分光光度计(上海美谱达仪器有限公司),HP-C220 型精密色差计(汉谱光彩科技有限公司),AS530-1 型红外测温仪(希玛科技有限公司),BS224S 型电子天平(赛多利斯科学仪器北京有限公司),YF-116 型摇摆式中药粉碎机(浙江瑞安市永历制药机械有限公司),5418 型离心机(美国 Eppendorf 公司)。

栀子购于江中中药饮片有限公司,经江西中医药大学范崔生教授鉴定为茜草科植物栀子 *Gardenia jasminoides* 的干燥成熟果实,批号 160325;京尼平-1- β -D-龙胆双糖苷,京尼平苷,西红花苷-I,西红花苷-II,西红花苷-III 对照品均为自制,纯度均 > 98%;

没食子酸对照品(南昌贝塔生物科技有限公司,批号 10306-201405,纯度 98%),硫酸锂(国药集团化学试剂有限公司),钨酸钠、钼酸钠(天津市大茂化学试剂厂),酪蛋白(南京奥多福尼生物科技有限公司),福林试剂(自制,取钼酸钠 12.5 g,钨酸钠 50 g,水 350 mL,38% 盐酸 50 mL 及 85% 磷酸 25 mL 加入 1 L 的磨口瓶回流装置,加热至微沸状态下回流 10 h,移去冷凝管,加入硫酸锂 75 g 和数滴溴水后继续沸腾直到溴水完全挥发,此时溶液呈亮黄色,冷却后加水定容至刻度,过滤,置于棕色试剂瓶中,于冰箱中保存),甲醇、乙腈为色谱纯,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 样品制备 称取栀子碎块共 11 份,每份 70 g,置于托盘内,于 550 W(中高火)功率下进行微波炮制,炮制时间分别为 2.0, 2.5, 3.0, 3.5, 4.0, 4.5, 5.0, 5.5, 6.0, 6.5, 7.0 min。微波炮制过程中每 30 s 翻动 1 次,同时采用红外测温仪测定温度 3 次,记录平均温度。

2.2 栀子中 5 个主要成分的 HPLC 测定

2.2.1 色谱条件^[5] Agilent Eclipse XDB C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μ m),流动相乙腈(A)-0.2% 磷酸水溶液(B)梯度洗脱(0 ~ 10 min, 7% A; 10 ~ 13 min, 7% ~ 10% A; 13 ~ 22 min, 10% A; 22 ~ 28 min, 10% ~ 20% A; 28 ~ 40 min, 20% A; 40 ~ 50 min, 20% ~ 30% A; 50 ~ 65 min, 30% A),流速设定 1 mL·min⁻¹,进样量 5 μ L,柱温 30 $^{\circ}$ C, DAD 检测器采集范围 195 ~ 700 nm,检测波长分别为 238, 440 nm。

2.2.2 混合对照品溶液的制备 精密称取京尼平-1- β -D-龙胆双糖苷,京尼平苷,西红花苷-I,西红花苷-II,西红花苷-III 适量于 25 mL 棕色量瓶中,加 80% 乙醇溶解并定容至刻度,得质量浓度分别为 0.293, 0.543, 0.142, 0.016, 0.028 g·L⁻¹ 的混合对照品溶液。

2.2.3 供试品溶液的制备 栀子样品粉碎后过 40 目筛,精密称取 0.2 g,置 100 mL 具塞锥形瓶中,加入 80% 乙醇 20 mL,温度 \leq 30 $^{\circ}$ C 条件下超声处理 30 min,放冷后称重,损失质量加 80% 乙醇进行补足,离心(3 000 r·min⁻¹, 15 min, 下同),取上清液过 0.22 μ m 微孔滤膜,即得。

2.2.4 线性关系考察 将混合对照品溶液稀释至各成分质量浓度的0.8, 0.6, 0.4, 0.2, 0.1倍,按**2.2.1**项下色谱条件测定,以各成分峰面积为纵坐标,质量浓度为横坐标,得京尼平-1- β -D-龙胆双糖苷,京尼平苷,西红花苷-I,西红花苷-II,西红花苷-III的回归方程分别为 $Y = 4.232X + 3.113$ ($R^2 = 0.999$), $Y = 6.131X + 13.942$ ($R^2 = 0.9998$), $Y = 31.939X - 0.081$ ($R^2 = 0.9991$), $Y = 30.448X + 8.417$ ($R^2 = 0.9995$), $Y = 29.145X + 9.757$ ($R^2 = 0.9999$),线性范围依次为29.3~293, 54.3~543, 14.2~142, 1.6~16, 2.8~28 mg·L⁻¹。

2.2.5 精密度试验 取同一混合对照品溶液,按**2.2.1**项下色谱条件连续进样6次,结果京尼平-1- β -D-龙胆双糖苷,京尼平苷,西红花苷-I,西红花苷-II,西红花苷-III峰面积的RSD分别为0.6%, 0.4%, 0.6%, 1.1%, 1.0%,说明仪器精密度良好。

2.2.6 稳定性试验 取同一供试品溶液,分别在0, 4, 8, 12, 24, 32 h按**2.2.1**项下色谱条件测定,结果京尼平-1- β -D-龙胆双糖苷,京尼平苷,西红花苷-I,西红花苷-II,西红花苷-III峰面积的RSD分别为1.1%, 1.0%, 1.2%, 1.1%, 0.9%,表明供试品溶液在32 h内稳定性良好。

2.2.7 重复性试验 取同一样品,按**2.2.3**项下方法平行制备供试品溶液6份,按**2.2.1**项下条件测定,结果京尼平-1- β -D-龙胆双糖苷,京尼平苷,西红花苷-I,西红花苷-II,西红花苷-III的平均质量浓度依次为57.54, 453.39, 111.83, 14.71, 14.75 mg·L⁻¹, RSD分别为0.6%, 0.6%, 0.5%, 0.5%和0.5%,表明该方法重复性良好。

2.2.8 加样回收率试验 精密称取9份同一样品粉末0.1 g,等分为3组,分别按80%, 100%和120%精密加入对照品适量,按**2.2.3**项下方法制备供试品溶液,按**2.2.1**项下色谱条件测定,计算京尼平-1- β -D-龙胆双糖苷,京尼平苷,西红花苷-I,西红花苷-II,西红花苷-III的平均加样回收率分别为100.59%, 99.03%, 99.10%, 101.16%和99.59%, RSD分别为1.7%, 1.1%, 1.5%, 1.6%和1.7%,见表1。

2.3 总鞣质的含量测定

2.3.1 标准曲线的绘制 用80%乙醇配制质量浓度100 mg·L⁻¹没食子酸对照品溶液。分别精密吸取没食子酸对照品溶液0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7 mL于10 mL量瓶中,分别补水至4 mL,加入福林试剂1 mL,摇匀,静置5 min,加10%碳酸钠

溶液定容至刻度,摇匀,避光放置90 min,以80%乙醇作空白组,于760 nm处测定吸光度A。以A为纵坐标,没食子酸质量浓度为横坐标,得回归方程 $Y = 0.108X + 0.058$ ($R^2 = 0.9999$),线性范围1~7 mg·L⁻¹。

2.3.2 供试品溶液的制备 梔子样品粉碎后过40目筛,精密称取0.2 g至100 mL棕色锥形瓶中,精密加入80%乙醇25 mL,≤30℃条件下超声30 min,取出,放冷后称重,加80%乙醇补足损失的质量,离心后过滤,即得。

2.3.3 样品测定 量取供试品溶液0.15 mL置于10 mL量瓶中,加水3.85 mL,加入福林试剂,摇匀,静置5 min,加10%碳酸钠溶液定容至刻度,摇匀,避光放置90 min,以试剂作空白组,于760 nm处测定A,计算总多酚含量。取供试品溶液适量,加入干酪素并使其质量浓度达0.05 g·mL⁻¹,30℃水浴30 min,时时振摇。水浴后离心、过滤,按总多酚含量测定方法测定,以试剂作空白组,计算不被吸附的多酚类成分含量。总鞣质质量 = 总多酚质量 - 不被吸附的多酚类成分质量。

2.3.4 精密度试验 取同一样品,按**2.3.2**项下方法制备供试品溶液,精密吸取0.15 mL,按**2.3.3**项下方法测定A,连续6次,计算RSD 0.5%,表明仪器精密度良好。

2.3.5 稳定性试验 取同一样品,按**2.3.2**项下方法制备供试品溶液,精密吸取0.15 mL,按**2.3.3**项下方法分别于30, 60, 90, 120, 150, 180 min测定A,计算RSD 2.1%,表明供试品溶液在3 h内稳定。

2.3.6 重复性试验 取同一样品0.2 g,共6份,按**2.3.2**项下方法制备供试品溶液,按**2.3.3**项下方法测定,计算A的RSD 1.7%。

2.3.7 加样回收率试验 取同一样品9份,每份0.1 g,等分为3组,分别按样品总多酚含量的80%, 100%和120%精密加入没食子酸对照品,按**2.3.2**项下方法制备供试品溶液,按**2.3.3**项下方法测定,计算总多酚平均回收率99.44%, RSD 2.7%,见表1。

2.4 梔子粉末颜色测定 梔子样品粉碎,90%以上过60目筛,无法过筛粉末与已过筛粉末混合,利用色差仪测定其L(照度),a(从洋红色至绿色的范围),b(从黄色至蓝色的范围)值,测量3次,取平均值。

2.5 梔子微波炮制过程中成分与L, a, b的变化 梔子样品的HPLC见图1,微波炮制过程的温度、指标成分含量与粉末颜色量化值L, a, b的变化见

表 1 栀子中 6 种指标成分的加样回收试验

Table 1 Recovery tests of six index components in Gardeniae Fructus

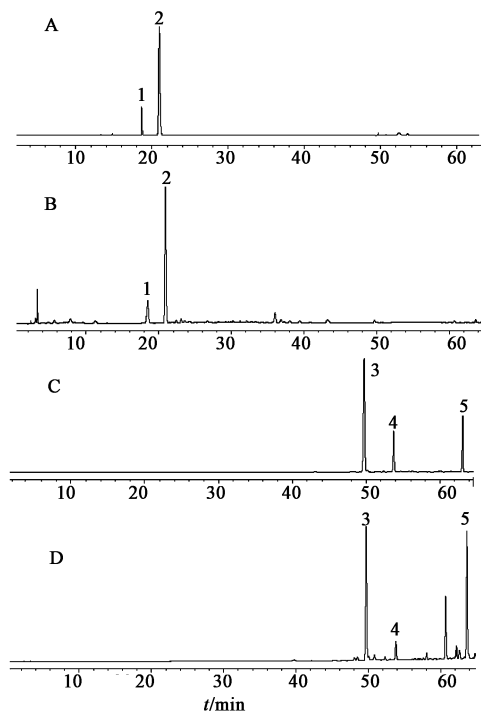
成分	样品中量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%	成分	样品中量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
京尼平-1-β-D-龙胆双糖苷	0.576	0.460	1.046	102.17	101.88	1.7	京尼平苷	4.530	3.630	8.109	98.60	98.42	0.6
	0.576	0.460	1.052	103.48				4.540	3.630	8.089	97.77		
	0.576	0.460	1.036	100.00				4.540	3.630	8.130	98.90		
	0.574	0.576	1.145	99.13	99.31	0.5		4.540	4.540	9.018	98.63	98.88	1.6
	0.576	0.576	1.146	98.96				4.540	4.540	8.964	97.44		
	0.574	0.576	1.149	99.83				4.540	4.540	9.105	100.55		
	0.574	0.692	1.256	98.55	100.58	1.9		4.530	5.450	9.995	100.28	99.80	0.7
	0.576	0.692	1.274	100.87				4.540	5.450	9.935	98.99		
	0.576	0.692	1.284	102.31				4.540	5.450	9.997	100.13		
西红花苷-I	1.120	0.896	1.981	96.09	97.92	1.8	西红花苷-II	0.146	0.117	0.267	103.42	102.14	1.3
	1.120	0.896	1.999	98.10				0.147	0.117	0.265	100.85		
	1.110	0.896	2.002	99.55				0.146	0.117	0.2655	102.14		
	1.130	1.120	2.262	101.07	100.51	0.5		0.146	0.146	0.293	100.68	100.57	0.9
	1.120	1.120	2.243	100.27				0.146	0.146	0.294	101.37		
	1.120	1.120	2.242	100.18				0.147	0.146	0.2925	99.66		
	1.130	1.344	2.463	99.18	98.98	0.2		0.147	0.175	0.328	103.43	100.76	2.4
	1.130	1.344	2.459	98.88				0.146	0.175	0.321	100.00		
	1.120	1.344	2.449	98.88				0.146	0.175	0.319	98.86		
西红花苷-III	0.147	0.117	0.261	97.44	99.43	2.2	总鞣质	3.800	3.040	6.720	96.05	99.67	4.7
	0.147	0.117	0.263	99.15				3.800	3.040	6.990	104.93		
	0.147	0.117	0.266	101.71				3.800	3.040	6.780	98.03		
	0.147	0.147	0.292	98.64	100.91	2.1		3.800	3.800	7.540	98.42	98.95	2.4
	0.147	0.147	0.298	102.72				3.800	3.800	7.660	101.58		
	0.146	0.147	0.295	101.36				3.800	3.800	7.480	96.84		
	0.147	0.176	0.322	99.43	99.24	0.9		3.800	4.560	8.350	99.78	99.71	0.6
	0.147	0.176	0.320	98.30				3.800	4.560	8.370	100.22		
	0.147	0.176	0.323	100.00				3.800	4.560	8.320	99.12		

表 2.微波炮制过程中,栀子的“香味”、“烟”、“爆鸣声”等状态变化与传统炮制过程基本一致。在微波炮制过程中,温度逐渐升高,从 2 min 的 149 ℃ 升高到 7 min 的 322 ℃,在 2.5 min(166 ℃)左右开始出现栀子特有香气,4.5 min(231 ℃)左右开始出现白色烟雾并随着微波过程进行逐渐浓烈,5.5 min(261 ℃)左右出现轻微爆鸣声,6.5 min(300 ℃)左右烟雾由白色转为橙黄色,这时微波炉内壁有大量橙黄色油烟附着物,考虑是由于栀子含油脂成分较高^[6](10%~30%),油脂成分随烟雾挥发而出。

由表 2 可知,随着微波过程进行,温度逐渐升高,京尼平苷、西红花苷-I 和西红花苷-II 含量逐渐降低。京尼平-1-β-D-龙胆双糖苷和西红花苷-III 在微波炮制初期基本呈现略有升高的趋势,当温度 >

200 ℃ 后基本处于逐渐降低的趋势;可能是因为京尼平-1-β-D-龙胆双糖苷和西红花苷-I 的脱糖与转换导致的指标成分含量出现了波动^[7]。总鞣质含量先随温度升高而逐渐升高,在 5 min 时达最高值,之后迅速降低。栀子样品粉末的 *L*, *a*, *b* 均逐渐降低,原因是因为随着微波过程进行,栀子逐渐炭化变黑,导致代表明暗的 *L* 下降;栀子中的色素类成分被破坏,导致 *a* 和 *b* 下降。

2.6 指标成分含量与粉末颜色的关联性分析 选择微波 5 min 内试验数据进行指标成分含量与其粉末颜色关联性的分析。主要原因是微波 5 min 内各成分含量的变化范围、趋势与文献报道较为一致^[8-11],其中京尼平-1-β-D-龙胆双糖苷含量升高,京尼平苷质量分数下降约 30%,西红花苷-I 和西红花苷-II 质量分数下降约 90%,总鞣质含量逐渐达



A. 对照品(238 nm); B. 供试品(238 nm); C. 对照品(440 nm); D. 供试品(440 nm); 1. 京尼平-1-β-D-龙胆双糖苷; 2. 京尼平苷; 3. 西红花苷-I; 4. 西红花苷-II; 5. 西红花苷-III

图 1 栀子微波炮制品的 HPLC

Fig. 1 HPLC of microwave processed product of Gardeniae Fructus

表 2 栀子微波炮制过程中指标成分含量及粉末颜色量化值的变化

Table 2 Changes of contents of index components and color quantization parameters in microwave processing of Gardeniae Fructus

t/min	T/°C	质量分数/mg·g ⁻¹						粉末颜色		
		X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅	X ₆	L	a	b
0	-	5.68	45.03	11.14	1.50	1.50	1.20	42.00	35.00	45.65
2.0	149	5.10	42.08	10.35	1.47	1.19	2.94	40.22	31.82	40.87
2.5	166	7.21	37.70	8.22	1.07	1.82	3.67	33.99	24.20	35.28
3.0	187	11.62	35.67	3.78	0.47	1.30	4.15	30.74	15.68	30.90
3.5	206	11.04	34.23	2.32	0.26	2.18	4.73	28.92	12.04	26.88
4.0	216	13.09	34.05	2.31	0.25	2.17	5.04	26.67	8.07	23.04
4.5	231	10.57	30.95	1.56	0.19	1.38	5.27	18.63	6.00	16.73
5.0	245	9.85	28.95	0.76	-	1.06	6.66	16.00	3.86	14.81
5.5	261	7.79	24.93	0.38	-	0.62	5.58	15.70	2.86	13.00
6.0	287	7.46	19.96	0.18	-	0.44	4.88	15.00	1.57	12.40
6.5	300	7.50	18.76	0.11	-	0.32	3.18	10.72	0.76	11.24
7.0	322	4.78	17.40	0.10	-	0.30	2.32	10.11	-0.19	10.96

注: X₁ 为京尼平-1-β-D-龙胆双糖苷, X₂ 为京尼平苷, X₃ 为西红花苷-I, X₄ 为西红花苷-II, X₅ 为西红花苷-III, X₆ 为总鞣质。

表 3 栀子炮制过程中指标成分含量与 L, a, b 的关联性分析

Table 3 Correlation between contents of index components and color quantization parameters in microwave processing of Gardeniae Fructus

颜色量化值	调整 R ²	F	常量系数	显著成分
L	0.946	124.563 ¹⁾	29.646 ¹⁾	京尼平苷
a	0.976	289.981 ¹⁾	17.084 ¹⁾	西红花苷-I
b	0.891	58.465 ¹⁾	29.270 ¹⁾	西红花苷-I

注: ¹⁾P < 0.01。

到峰值;微波 5 min 后的栀子开始灰化,且随微波时间的延长,灰化程度逐渐严重,已不满足炮制品的性状要求。综合考虑,说明选取 5 min 内的试验数据进行分析较为合理。

利用 SPSS 20.0 软件分析微波炮制过程中栀子各指标成分含量与颜色量化值的关联性,以京尼平-1-β-D-龙胆双糖苷(X₁),京尼平苷(X₂),西红花苷-I(X₃),西红花苷-II(X₄),西红花苷-III(X₅)和总鞣质(X₆)为自变量,L,a和b为因变量,进行多元线性回归,假如模型及各自变量的显著性不满足要求(P > 0.05),则采用逐步剔除不显著自变量项的方法,直到模型及剩余变量满足要求(P < 0.05)。将数据标准化(变量值与平均值之差除以该变量的标准差)后进行回归分析,见表 3。结果表明 L 与因素 X₂ 有显著关联性,回归方程 Y = 9.054X₂ + 29.646; a 与因素 X₃ 有显著关联性,回归方程 Y = 11.802X₃ + 17.084; b 与因素 X₃ 有显著关联性,回归方程 Y = 10.510X₃ + 29.270。说明色素类成分西红花苷-I 对表达颜色的 a, b 有显著影响,提示 a, b 的下降与色素成分的变化有明显关系。

3 讨论

微波炮制的原理是利用波长短、频率高的电磁波导致以水分子为主的极性分子振动摩擦而产生热量,发热过程是在药材的内外部同时发生,由于药材外表面极性分子迅速受热散失,导致药材外表面温度上升速度低于药材内部,并且阻碍内部药材的温度散失,最终使微波炮制品的温度出现“内高外低”的梯度状态。在 2015 年版《中国药典》规定及传统

各流派的炒制方法中,炮制前栀子处理方式有整栀子、去皮取仁或栀子碎块等多种选择,但在本文研究过程中发现,整栀子并不适用于微波炮制方法,整栀子的大小、种皮的薄厚、种皮是否有裂缝或孔洞等原因均会严重影响炮制程度的均匀性,故微波炮制时选用了栀子碎块。

栀子素有黄果子、黄栀、红栀等多种别称,可见红、黄色为栀子的特征颜色,栀子显红、黄色是因其所含色素类成分所致。有关栀子炮制研究的文献表明^[12],炮制过程中色素类成分和环烯醚萜类成分含量均不断减少,但色素类成分相较于环烯醚萜类成分对温度更加敏感,因此炮制过程中色素类成分的变化大于环烯醚萜类成分,但目前大多数文献和标准中均未考虑色素类成分,仅以环烯醚萜类成分含量作为栀子及其炮制品的质量评价标准指标。本研究结果表明在微波炮制过程中,只有代表明暗的 *L* 与京平尼苷含量显著相关,而代表栀子特征颜色红色的 *a* 和黄色的 *b* 均与色素类成分西红花苷-I 的含量显著相关,说明色素类成分同样能够反映栀子及其炮制品的质量。测定的另外 2 个色素类成分西红花苷-II 和西红花苷-III 与 *a*, *b* 无明显的相关性,其原因可能是由于炮制过程中,西红花苷-I 受热转换为西红花苷-II,西红花苷-II 受热又转换为西红花苷-III,进而导致西红花苷-II 和西红花苷-III 含量的下降趋势出现波动,但西红花苷-I 在炮制过程中的下降趋势最为稳定。

[参考文献]

[1] 刘建群,高俊博,舒积成,等.微波炮制对雷公藤毒性及其化学成分的影响研究[J].时珍国医国药,2014,25(2):344-345.

[2] 龚又明,邓广海,林华,等.正交试验优选莪术微波炮制工艺[J].中国实验方剂学杂志,2013,19(7):56-58.

[3] 孙净云,吴建华.微波法炮制山楂饮片的实验研究[J].河南中医,2010,30(3):248-250.

[4] 张乐,潘欢欢,刘飞,等.白术麸炒过程中 5-羟甲基糠醛的含量变化规律及其与饮片温度、颜色变化的相关性分析[J].中国实验方剂学杂志,2016,22(17):11-14.

[5] 刘婧,付小梅,吴建华,等.栀子樟帮法炮制前后的化学成分变化[J].中国实验方剂学杂志,2016,22(2):1-5.

[6] 刘晓庚,陈梅梅.黄栀子果、籽中油脂化学成分分析[J].粮食与油脂,2001,3(6):30-31.

[7] 付小梅,王峥涛.西红花苷-1 的稳定性研究[J].食品科学,2012,33(5):71-73.

[8] 邵坚,罗光明,朱继孝,等.栀子炮制前后 7 种成分的比较研究[J].中草药,2015,46(11):1629-1633.

[9] 冯薇,李琛,牛丽颖,等.不同产地栀子炒制前后栀子苷等三种成分的含量变化研究[J].时珍国医国药,2015,26(8):1906-1908.

[10] 杜伟锋,梁小娟,吴晶宇,等.栀子炮制前后绿原酸、栀子苷和西红花苷-I 的比较[J].中草药,2011,42(10):2008-2010.

[11] 姚蓝,孟江,张村,等.炒制对栀子饮片中鞣质含量及吸附性的影响[J].中国实验方剂学杂志,2014,20(4):45-48.

[12] 陈红,肖永庆,张村,等.栀子炒制过程中栀子苷和藏红花素的含量变化[J].中国中药杂志,2007,32(10):990-992.

[责任编辑 刘德文]