

基于颜色变化的麸炒白术最佳炮制火候的客观量化判别

梁乙川, 郭换, 刘素娟, 陶明宝, 陈林, 刘友平*, 陈鸿平*
(成都中医药大学, 成都 611137)

[摘要] **目的:**拟建立麸炒白术最佳炮制火候的客观量化判别方法,为白术炮制工艺的规范化研究及改进该饮片的质量标准提供科学依据,并为其他中药饮片炮制火候判别方法的建立提供参考。**方法:**基于色度分析原理,引入色度空间参数 L^* , a^* , b^* (L^* 为亮度, a^* 为红绿色度值, b^* 为黄蓝色度值)值,采用色彩色差计对麸炒白术饮片颜色进行客观量化。经SPSS 21.0统计软件分析,建立麸炒白术不同炮制火候的数学判别模型和双侧90%参考值范围。**结果:**建立了基于色度空间参数 L^* , b^* 的麸炒白术不同炮制火候的数学判别模型(判别符合率100%)及双侧90%参考值范围。麸炒12 min时白术达最佳炮制火候,非标准化典则判别函数式(1)为炮制时间 = $0.675 \times L^* + 0.972 \times b^* - 49.365$,函数值范围为10.103 6 ~ 16.051 4。判别函数式(2)为炮制时间 = $0.884 \times L^* - 0.998 \times b^* - 11.277$,函数值范围为-6.366 0 ~ 0.496 7。双侧90%参考值范围为 $L^* 44.127 8 \sim 47.661 2$ 和 $b^* 30.674 5 \sim 34.112 3$ 。**结论:**基于颜色变化能够实现麸炒白术最佳炮制火候的客观量化判别,后续将探索不同炮制火候的麸炒白术饮片颜色与药效作用之间的相关性。

[关键词] 白术; 麸炒; 颜色变化; 火候判别; 客观量化; 饮片; 色度

[中图分类号] R22; R289; R283; R943.1; R284; C8 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2018)06-0012-04

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.20180603

[网络出版地址] <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20171226.1350.014.html>

[网络出版时间] 2017-12-27 15:04

Objective Quantification Discriminant of Optimum Processing Time of Atractylodis Macrocephalae Rhizoma Stir-fried with Bran Based on Color Change

LIANG Yi-chuan, GUO Huan, LIU Su-juan, TAO Ming-bao, CHEN Lin,
LIU You-ping*, CHEN Hong-ping*

(Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu 611137, China)

[Abstract] **Objective:** To establish an objective and quantitative method for the determination of optimum processing time of Atractylodis Macrocephalae Rhizoma stir-fried with bran, and to provide scientific basis for the standardization of processing technology of Atractylodis Macrocephalae Rhizoma and improving quality standards of this decoction pieces. At the same time, this study can provide reference for establishment of determining processing time of other Chinese medicinal decoction pieces. **Method:** Based on the principle of colorimetric analysis, the color space parameters of L^* , a^* and b^* (L^* indicates brightness, a^* indicates red and green color value, and b^* indicates yellow and blue color value) were introduced, and CM-5 color difference meter was used for objective quantification of color of Atractylodis Macrocephalae Rhizoma stir-fried with bran. SPSS 21.0 statistical software was used to establish mathematical discrimination model and bilateral 90% reference range of different processing time of this decoction pieces. **Result:** A mathematical discriminant model based on color space

[收稿日期] 20170813(009)

[基金项目] 国家自然科学基金青年基金项目(81303226)

[第一作者] 梁乙川,在读硕士,从事中药化学成分与质量标准化研究,E-mail:834890827@qq.com

[通信作者] *刘友平,研究员,博士生导师,从事中药标准化及药效物质基础研究,Tel:028-61800103,E-mail:liuyoupin@126.com;

*陈鸿平,博士,副教授,从事中药炮制、中药质量标准化及药效物质基础研究,E-mail:chenhongping@126.com

parameters of L^* and b^* for different processing time of *Atractylodis Macrocephalae Rhizoma* stir-fried with bran was established (the coincidence rate was 100%) and bilateral 90% reference range was determined. The optimum processing time of this decoction pieces was 12 min, discriminant function (1) was processing time = $0.675 \times L^* + 0.972 \times b^* - 49.365$, the range of function values was 10.103 6-16.051 4; discriminant function (2) was processing time = $0.884 \times L^* - 0.998 \times b^* - 11.277$, the range of function values was -6.366 0-0.496 7. The bilateral 90% reference range is L^* of 44.127 8-47.661 2 and b^* of 30.674 5-34.112 3. **Conclusion:** Based on the color change can achieve the objective quantification discriminant of optimum processing time of *Atractylodis Macrocephalae Rhizoma* stir-fried with bran.

[Key words] *Atractylodis Macrocephalae Rhizoma*; stir-fried with bran; color change; time discriminant; objective quantification; decoction pieces; chroma

白术为“补气健脾第一要药”，临床上用于治疗脾虚食少、腹胀泄泻、痰饮、眩悸、水肿、自汗、胎动不安等证^[1]。传统认为白术生品燥湿力强，具有一定的燥性，凡津液亏耗燥渴和阴虚内热者不宜服用，经麸炒后药性缓和，疗效增强，还可借助辅料之力扩张功用，扩大临床应用范围^[2-3]。

明代陈嘉谟在《本草蒙筌》中指出“制药贵在适中，不及则功效难求，太过则气味反失……”，可见药物炮制火候是决定炮制品质量的重要因素，会直接影响中药的临床疗效。2015 年版《四川省中药饮片炮制规范》对麸炒白术炮制火候描述为“炒至表面深黄色，有香气溢出”；2015 年版《中国药典》(一部)对其描述为“炒至黄棕色、逸出焦香气”，可见颜色是火候判断的重要指标之一。但至今颜色判断仍多为主观描述结合肉眼观察的感官评判，评价的客观性和准确性难以保证^[4]。同时，以黄棕色、深黄色作为最佳火候判断标准，其颜色范围过于宽广，不能有效保证白术饮片质量的均一稳定。因此，亟待建立一种科学的麸炒白术最佳炮制火候的客观量化判别方法。

近年来，基于机器视觉技术实现中药颜色客观量化的研究越来越多，色度分析已被用于栀子、山楂、陈皮^[5-6]等中药炮制火候的判别，但对于白术最佳炮制火候的客观量化判别尚未见报道。课题组前期以麸炒 4, 8, 12, 16, 20, 24, 28 min 的白术为研究对象，发现整个麸炒炮制过程中白术多糖和微量元素均以炒制 12 min 时含量为最高，此时挥发油和白术内酯类成分的含量也相对较高，而在炒至 12 min 之后，多糖、挥发油、无机元素和白术内酯类成分含量均开始显著降低；药效学研究结果也表明麸炒 12 min 时该饮片健脾作用最佳，且燥性副作用较小，故选择麸炒 12 min 为白术的最佳炮制火候^[7]。此外，李雪莲^[4]发现麸炒白术饮片颜色与其物质基础

具有显著相关性。在以上研究的基础上，本实验拟基于颜色变化及色度分析原理建立麸炒白术最佳炮制火候的客观量化判别方法，使火候判别客观化、数据化。该判别方法能弥补传统颜色评判方法的不足，并为制定合理的炮制工艺及提高饮片的质量标准提供参考依据；此外，还可为中药炮制的关键共性技术问题——“火候”的准确判断提供了一种高效、简便、稳定的新方法新思路。

1 材料

CM-5 型色彩色差计(柯尼卡美能达有限公司), 380LC 型二维红外成像仪(德国 DIAS 公司), CY-900 型炒药机(南京宏钢盛机械设备厂)。白术饮片由四川新荷花中药饮片股份有限公司提供，产地为四川、浙江、安徽、江西、湖南，经成都中医药大学卢先明教授鉴定为菊科植物白术 *Atractylodes macrocephala* 的干燥根茎，均符合 2015 年版《中国药典》(一部)白术项下的相关规定。

2 方法与结果

2.1 麸炒样品的制备 样品由四川新荷花饮片有限公司制备，依据 2015 年版《中国药典》(四部) 0213 炮制通则项下的麸炒炮制方法进行制备。炮制过程中采用二维红外成像仪检测炒药机的锅中温度，温度达到 280 ~ 330 ℃ 时，加入蜜炙麦麸，待冒烟时，迅速加入净白术，每隔 4 min 取样 1 次，每次取样约 1 kg，得麸炒 4, 8, 12, 16, 20, 24, 28 min 的白术样品。共收集麸炒样品 17 批，其中浙江 3 批，四川 4 批，江西 3 批，安徽 3 批，湖南 4 批。

2.2 麸炒白术不同炮制火候的客观量化判别研究

2.2.1 色泽测定^[4] 选取颜色均一的各批不同炮制时间点样品各 30 片，每片重复测 5 次，每个时间点样品的 L^* , a^* , b^* 值(L^* 为亮度，该值越大，颜色越亮； a^* 为红绿色度值，该值越大，颜色越偏红； b^* 为黄蓝色度值，该值越大，颜色越黄)采用 $\bar{x} \pm s$

表示,见表 1。

表 1 不同炮制时间点麸炒白术色泽的测定 ($\bar{x} \pm s, n = 30$)
Table 1 Color determination of *Atractylodis Macrocephalae Rhizoma stir-fried with bran at different processing time* ($\bar{x} \pm s, n = 30$)

| 炮制时间 /min | L^* | b^* | a^* |
|-----------|--------------|--------------|--------------|
| 0 | 59.45 ± 0.85 | 32.90 ± 9.95 | 8.86 ± 1.98 |
| 4 | 57.60 ± 0.95 | 33.09 ± 0.96 | 9.21 ± 1.76 |
| 8 | 52.41 ± 1.29 | 35.22 ± 0.43 | 10.73 ± 3.48 |
| 12 | 46.26 ± 1.29 | 32.58 ± 1.84 | 13.79 ± 1.83 |
| 16 | 40.19 ± 1.15 | 27.35 ± 0.60 | 13.06 ± 2.62 |
| 20 | 36.67 ± 0.55 | 24.34 ± 1.74 | 13.96 ± 1.52 |
| 24 | 21.97 ± 1.92 | 8.09 ± 1.82 | 6.26 ± 1.08 |
| 28 | 19.99 ± 1.95 | 2.86 ± 1.09 | 4.27 ± 2.83 |

2.2.2 数据探索性分析 由于部分数据不满足多元正态性分布和方差齐性,因此数据处理选择秩和检验。

2.2.3 多组比较的秩和检验 将样品数据分为 4, 8, 12, 16, 20, 24, 28 min 组, Kruskal-Wallis H 检验的 L^*, a^*, b^* 中的 χ^2 分别为 199.806, 162.613, 196.678, P 均为 0; Media test 的 L^*, a^*, b^* 的 χ^2 分别为 175.109, 141.476, 175.567, P 均为 0, 故均拒绝 H_0 , 接受 H_1 , 可认为不同炮制火候的麸炒白术样品色泽不同。

2.2.4 秩相关 将样品数据分为 4, 8, 12, 16, 20, 24, 28 min 组, 分别以组别与 L^*, a^*, b^* 为变量进行秩相关检验, 结果 Kendall's tau-b 相关系数分别为 -0.920, -0.204 和 -0.825, 双侧 P 均为 0; Spearman 相关系数分别为 -0.997, -0.336 和 -0.954, 双侧 P 均为 0, 均拒绝 H_0 , 接受 H_1 , 可认为 L^*, a^*, b^* 分别与样品组别之间有直线相关关系。

2.2.5 两两比较的秩和检验 将样品数据分为 4, 8, 12, 16, 20, 24, 28 min 组, 比较不同组的 L^*, a^*, b^* 的显著性差异。 L^* 和 b^* 的 P 均 < 0.05 , a^* 的 P 部分 > 0.05 , 可认为 L^* 和 b^* 具有统计学意义。

2.2.6 判别分析 将样品分为 4, 8, 12, 16, 20, 24, 28 min 组, 作为训练样本, 建立以 L^* 和 b^* 为输入的麸炒白术不同炮制火候的判别函数, 再用训练样本回代对判别函数进行验证。由组间均值相等性检验结果可知, 自变量 L^* 和 b^* 的 P 均 < 0.05 , 表明在判别函数中 L^* 和 b^* 均有统计学意义, L^* 和 b^* 的 λ

(反映组间差异程度) 为 0.045, λ 越接近 0, 表明组间差异显著, 说明 L^* 和 b^* 判别有意义。

根据 Wilks' Lambda 检验结果, 建立了 2 个典则判别函数。 Wilks' λ 分别为 0 和 0.076, P 均为 0, 判别函数有统计学意义。 标准化典则判别函数式 (1) 为炮制时间 = $0.614 \times L^* + 0.705 \times b^*$, 式 (2) 为炮制时间 = $0.803 \times L^* - 0.7214 \times b^*$ 。 非标准化典则判别函数式 (1) 为炮制时间 = $0.675 \times L^* + 0.972 \times b^* - 49.365$, 式 (2) 为炮制时间 = $0.884 \times L^* - 0.998 \times b^* - 11.277$ 。 由于非标准化典则判别函数可直接将实测样品值代入求出函数值, 使用方便, 所以使用非标准化典则判别函数进行判别。 将不同炮制火候的麸炒白术颜色测定值代入非标准化典则判别函数式 (1) 和式 (2) 所得函数值, 见表 2。

表 2 不同炮制火候麸炒白术的函数值
Table 2 Functional values of *Atractylodis Macrocephalae Rhizoma stir-fried with bran at different processing time*

| 炮制时间 /min | 非标准化典则判别函数式 (1) | 非标准化典则判别函数式 (2) |
|-----------|-----------------------|---------------------|
| 4 | 19.178 0 ~ 23.787 7 | 3.959 9 ~ 9.535 0 |
| 8 | 17.902 3 ~ 22.917 0 | -3.070 0 ~ 2.966 7 |
| 12 | 10.103 6 ~ 16.051 4 | -6.366 0 ~ 0.496 7 |
| 16 | 1.764 9 ~ 6.545 8 | -5.930 7 ~ -0.252 4 |
| 20 | -2.640 7 ~ 1.102 3 | -5.414 7 ~ -1.222 1 |
| 24 | -30.249 5 ~ -22.841 3 | -4.143 0 ~ 4.024 8 |
| 28 | -35.983 0 ~ -31.046 6 | -0.303 7 ~ 5.321 2 |

根据典则判别函数建立典则判别分析图, 结果发现不同炮制火候麸炒白术色泽存在显著区别, 见图 1。 同时用训练样本回代得出判别函数的符合率, 见表 3, 通过结果可认为该判别模型效果良好。

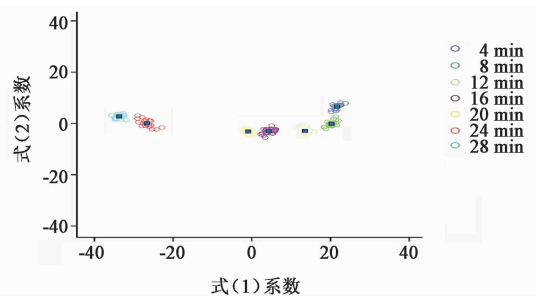


图 1 不同炮制火候麸炒白术的典则判别分析
Fig. 1 Canonical discriminant analysis of *Atractylodis Macrocephalae Rhizoma stir-fried with bran at different processing time*

2.2.7 参考值范围 由于数据不满足多元正态性分布, 参考值范围采用百分位数法。 不同炮制火候

表 3 判别函数的判别符合率

Table 3 Discriminant coincidence rates of discriminant function

| 验证类别 | 炮制时间/min | n | 判别符合率/% |
|--------------------|----------|----|---------|
| 初始验证 | 4 | 30 | 100 |
| | 8 | 28 | 100 |
| | 12 | 30 | 100 |
| | 16 | 30 | 100 |
| | 20 | 30 | 100 |
| | 24 | 28 | 100 |
| | 28 | 29 | 100 |
| 交叉验证 ¹⁾ | 4 | 30 | 0 |
| | 8 | 28 | 0 |
| | 12 | 30 | 0 |
| | 16 | 30 | 0 |
| | 20 | 30 | 0 |
| | 24 | 28 | 0 |
| | 28 | 29 | 0 |

注：¹⁾交叉验证时，每个样本由该样本之外的其余样本生成的判别函数进行验证。

麸炒白术样品双侧 90% 参考值范围见表 4。根据判别函数值范围和双侧 90% 参考值范围，麸炒 12 min 白术(最佳炮制火候)能够和其他样品明显区分开。此时，非标准化典则判别函数式(1)的函数值范围处于 10.103 6 ~ 16.051 4，式(2)的函数值范围为 -6.366 0 ~ 0.496 7；双侧 90% 参考值范围为 L^* 44.127 8 ~ 47.661 2 和 b^* 30.674 5 ~ 34.112 3。

表 4 不同炮制火候麸炒白术的双侧 90% 参考范围

Table 4 Bilateral 90% reference ranges of *Atractylodis Macrocephalae Rhizoma stir-fried with bran at different processing time*

| 炮制时间 /min | L^* | b^* |
|-----------|---------------------|---------------------|
| 4 | 55.541 2 ~ 59.569 0 | 32.290 1 ~ 33.652 1 |
| 8 | 50.327 8 ~ 54.551 2 | 34.412 3 ~ 36.231 4 |
| 12 | 44.127 8 ~ 47.661 2 | 30.674 5 ~ 34.112 3 |
| 16 | 38.221 4 ~ 41.978 0 | 26.328 9 ~ 28.452 0 |
| 20 | 35.551 2 ~ 37.521 3 | 23.332 1 ~ 25.671 2 |
| 24 | 20.581 0 ~ 23.441 2 | 5.237 8 ~ 10.789 0 |
| 28 | 17.341 2 ~ 20.334 1 | 1.674 5 ~ 4.012 3 |

3 讨论

本研究建立了麸炒白术最佳炮制火候的判别方法，该方法能够将麸炒 12 min 白术(最佳炮制火候)与其他不同炮制火候样品明显区分开，证实了基于颜色变化及色度分析原理能够实现中药饮片最佳炮制火候的客观量化判别，弥补了传统火候判别存在的不足。本研究实现了中药饮片最佳炮制火候的客观量化判别。在此研究基础上可进一步探索不同炮制火候的麸炒白术饮片颜色与药效作用之间是否存在相关性，并将与药效作用相关性较强的颜色参数进行深入研究，探索白术饮片颜色与品质之间的关系，最终实现依据颜色对饮片品质进行客观化评价。

本研究可继续增加研究样品批次，收集样品的困难主要有 2 个方面：①为使样品具有代表性，样品制备采用工业化大生产设备。此外，制备样品时取样时间点较多，故样品制备难度大。②对于大部分中药饮片生产和销售企业，饮片品种、规格不齐，限制了样品的采集。为了使研究结果具有实用性和可推广性，还应增加其他中药饮片品种，运用本研究的火候判别建模方法，建立其火候判别模型，而后进行最佳炮制火候的判别。

[参考文献]

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 103-104.

[2] 宋丽艳, 李永吉. 浅谈白术古今炮制原理[J]. 黑龙江医药科学, 2007, 30(5): 50-51.

[3] 于永明, 贾天柱, 梁武学. 白术炮制的历史沿革[J]. 辽宁中医药大学学报, 2005, 7(6): 635-636.

[4] 李雪莲. 白术麸炒过程中颜色与物质基础变化相关性研究[D]. 成都: 成都中医药大学, 2015.

[5] 黎江华, 吴纯洁, 孙灵根, 等. 基于机器视觉技术实现中药性状“形色”客观化表达的展望[J]. 中成药, 2011, 33(10): 1781-1784.

[6] 李旻, 陈美君, 潘欢欢, 等. 基于颜色客观化的陈皮药材鉴别[J]. 中国实验方剂学杂志, 2016, 22(18): 31-34.

[7] 潘欢欢. 白术麸炒过程中物质基础、健脾作用及燥性变化研究[D]. 成都: 成都中医药大学, 2017.

[责任编辑 刘德文]