

多指标综合评分结合层次分析法优化桑黄蜜炙工艺^Δ

洪艺丹^{1*}, 王巍¹, 张立强¹, 张一美¹, 李利华¹, 鞠成国^{1,2#}[1. 辽宁中医药大学药学院, 辽宁大连 116600; 2. 国家中医药管理局中药炮制技术传承基地(辽宁), 辽宁大连 116600]

中图分类号 R283.3 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2024)11-1309-06
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2024.11.05



摘要 目的 优化桑黄蜜炙工艺。方法 采用正交实验设计结合层次分析法,以内在质量(麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸含量)和外观性状评分为评价指标,对影响桑黄蜜炙工艺中的关键因素(蜜水比、蜜水与桑黄质量比、炒制温度、炒制时间)进行考察,确定桑黄蜜炙最佳工艺参数。结果 桑黄蜜炙最佳工艺为取桑黄生品(1 cm³方块状),加适量辅料拌匀(每100 kg的桑黄用炼蜜与水各25 kg),闷润2 h至辅料被吸尽,置于炒制容器内,在炒制温度130~140 °C下炒制5 min,取出,置于50 °C烤箱内2 h,取出,晾凉。3次验证实验结果的RSD为0.68%。结论 优选出的桑黄蜜炙工艺稳定、可行。

关键词 桑黄;蜜炙工艺;正交实验;层次分析法;外观性状;内在质量

Optimization of honey processing technology of *Phellinus igniarius* by multi-index comprehensive score combined with analytic hierarchy process

HONG Yidan¹, WANG Wei¹, ZHANG Liqiang¹, ZHANG Yimei¹, LI Lihua¹, JU Chengguo^{1,2}[1. College of Pharmacy, Liaoning University of Traditional Chinese Medicine, Liaoning Dalian 116600, China; 2. TCM Processing Technology Inheritance Base (Liaoning), National Administration of Traditional Chinese Medicine, Liaoning Dalian 116600, China]

ABSTRACT **OBJECTIVE** To optimize the honey processing technology of *Phellinus igniarius*. **METHODS** The key factors of honey processing technology of *P. igniarius* (honey-water ratio, the mass ratio of honey-water to *P. igniarius*, the frying temperature and the frying time) were investigated by orthogonal test combined with analytic hierarchy process to determine the optimal technological parameters, using the internal quality (the contents of ergosterol, protocatechuic aldehyde and protocatechuic acid) and appearance traits as evaluation indexes. **RESULTS** The optimal process of honey-roasting *P. igniarius* was to take raw *P. igniarius* (1 cm³ square block), add the appropriate amount of auxiliary materials (with 25 kg of refined honey and water for every 100 kg of *P. igniarius*), mix well, moisten for 2 h until the auxiliary materials were completely absorbed; put it in a frying container, fry at the frying temperature of 130-140 °C for 5 min; take it out, put it in an oven at 50 °C for 2 h; take it out, and let it cool. The RSD of the results of three validation experiments was 0.68%. **CONCLUSIONS** The optimized honey processing technology of *P. igniarius* is stable and feasible.

KEYWORDS *Phellinus igniarius*; honey processing technology; orthogonal test; analytic hierarchy process; appearance traits; internal quality

桑黄为多孔菌科植物针层孔菌 *Phellinus igniarius* (L.ex Fr.)Quel. 的子实体,又称桑耳、桑臣、树鸡或胡孙眼等,始载于《神农本草经》,且在从秦汉时期到清代的多部本草著作中均有记载^[1]。《神农本草经》记载:“桑耳,黑者,主女子漏下赤白汁,血病癥瘕积聚,阴痛,阴阳寒热无子。五木耳,名樗,益气不饥,轻身强志。”^[2]这说明桑黄具有抗肿瘤、增强免疫力的作用。现代药理研究也

表明,桑黄含有多糖类、多酚类、甾体类等多种化学成分^[3],具有抗肿瘤、抗氧化、免疫调节等多种功效^[4]。

目前针对桑黄的研究主要集中于桑黄生品及其有效成分提取工艺的优化上,在炮制方法方面存在一定空白。炮制具有“减毒增效”的作用,其中蜂蜜作为炮制常用的液体辅料之一,具有抗肿瘤、抗炎、抗氧化等作用^[5],同时蜜炙具有增强药效、缓和药性等作用,因此中药蜜炙品被广泛应用于临床。《圣济总录》记载“桑黄,蜜炙熟”,说明古人很早就发现可以通过蜜炙来提高桑黄的疗效。陈嘉谟的《本草蒙筌》提到“蜜制甘缓难化,增益元阳”这一炮制理论^[6],进一步说明了可以通过蜜炙增强桑黄的药理作用,提升机体抗病能力,扶正体内正气。

^Δ基金项目 国家中医药管理局中药炮制技术传承创新项目(No. GZY-KJS-2022-049)

* 第一作者 硕士研究生。研究方向:中药炮制工艺及原理。
E-mail: 1349014530@qq.com

通信作者 教授,博士生导师,博士。研究方向:中药炮制工艺及原理。电话:0411-85890146。E-mail: jcg7092357@163.com

鉴于此,本研究对桑黄蜜炙工艺进行优化。桑黄中的有效成分麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸均具有一定程度的抗肿瘤作用^[7-8],与桑黄本身的药理作用一致;此外,外观性状是把控桑黄蜜炙品炮制火候的重要因素,对鉴别中药饮片的优劣起到一定的作用。基于此,本研究采用高效液相色谱(HPLC)法测定桑黄中麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸的含量,同时以上述3个指标成分的含量及外观性状评分为评价指标,采用正交实验设计结合层次分析法对桑黄蜜炙工艺进行优化,为后期桑黄蜜炙品的规范化生产提供科学依据。

1 材料

1.1 主要仪器

本研究所用的主要仪器有:e2695型HPLC仪(美国Waters公司)、CR8型便携式色差仪(深圳市三恩时科技有限公司)、HZ-A6002型电子天平(瑞安市金讯贸易有限公司)、FA1004B型电子天平(上海精密科学仪器有限公司)、KQ-250E型医用超声波清洗器(江苏昆山市超声仪器有限公司)、XMTD-8222型电热恒温鼓风干燥箱(上海精宏实验设备有限公司)、DFT-200型高速万能粉碎机(温岭市林大机械有限公司)等。

1.2 主要药品与试剂

桑黄药材(批号20230601)购自云南省西双版纳傣族自治州,经辽宁中医药大学药学院张慧教授鉴定为多孔菌科植物针层孔菌*P.ignarius*(L.ex Fr.)Quel.的子实体。麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸对照品(批号分别为S0920CS、J1025AS、J1001AS,纯度均大于98%)均购自大连美仑生物技术有限公司;蜂蜜(批号20230511)购自北京百花蜂业科技发展有限公司;甲醇、乙腈、乙酸为色谱纯,其余试剂均为分析纯,水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 样品制备

2.1.1 桑黄生品

将桑黄药材除去杂质,加水润软,切制成1 cm³方块状,置于50℃烘箱内烘干,备用。

2.1.2 炼蜜

取蜂蜜适量,用电磁炉在功率1 000 W下炼制10 min至沸腾,随后下调功率至500 W继续炼制5 min,可见其色泽较黄、手捻有黏性、两指间无白丝,然后停止加热,除去杂质,即得炼蜜。

2.1.3 桑黄蜜炙品

取炼蜜适量,按照不同蜜水比稀释。取桑黄生品20 g,加入一定量稀释好的炼蜜,拌匀,闷润至透心,置于炒制容器内于一定温度下翻炒一定时间,取出,置于50℃烘箱内烘干2 h,取出,晾凉,即得桑黄蜜炙品。

2.2 指标成分含量测定方法的建立

2.2.1 对照品溶液的制备

(1)麦角甾醇对照品溶液:精密称取麦角甾醇对照

品适量,置于50 mL容量瓶内,加无水乙醇定容,摇匀,即得质量浓度为24.0 μg/mL的麦角甾醇对照品溶液。(2)原儿茶醛、原儿茶酸对照品溶液:精密称取原儿茶醛、原儿茶酸对照品各适量,置于不同50 mL容量瓶内,加50%甲醇定容,摇匀,即得质量浓度分别为24.9、25.0 μg/mL的原儿茶醛、原儿茶酸单一对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备

(1)供试品溶液①(用于桑黄蜜炙品中麦角甾醇含量测定):精密称取桑黄蜜炙品粉末(过三号筛,下同)0.5 g,加入甲醇25 mL,称定质量,加热回流提取30 min,取出,放冷,用甲醇补足损失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,经0.22 μm微孔滤膜滤过,即得。(2)供试品溶液②(用于桑黄蜜炙品中原儿茶醛、原儿茶酸含量测定):精密称取桑黄蜜炙品粉末1.0 g,加入60%乙醇25 mL,称定质量,于50℃下超声30 min,取出,放冷,用60%乙醇补足损失的质量,以4 000 r/min离心5 min,取上清液,经0.22 μm微孔滤膜滤过,即得^[9]。

2.2.3 阴性对照溶液的制备

分别以甲醇、60%乙醇作为阴性对照溶液。

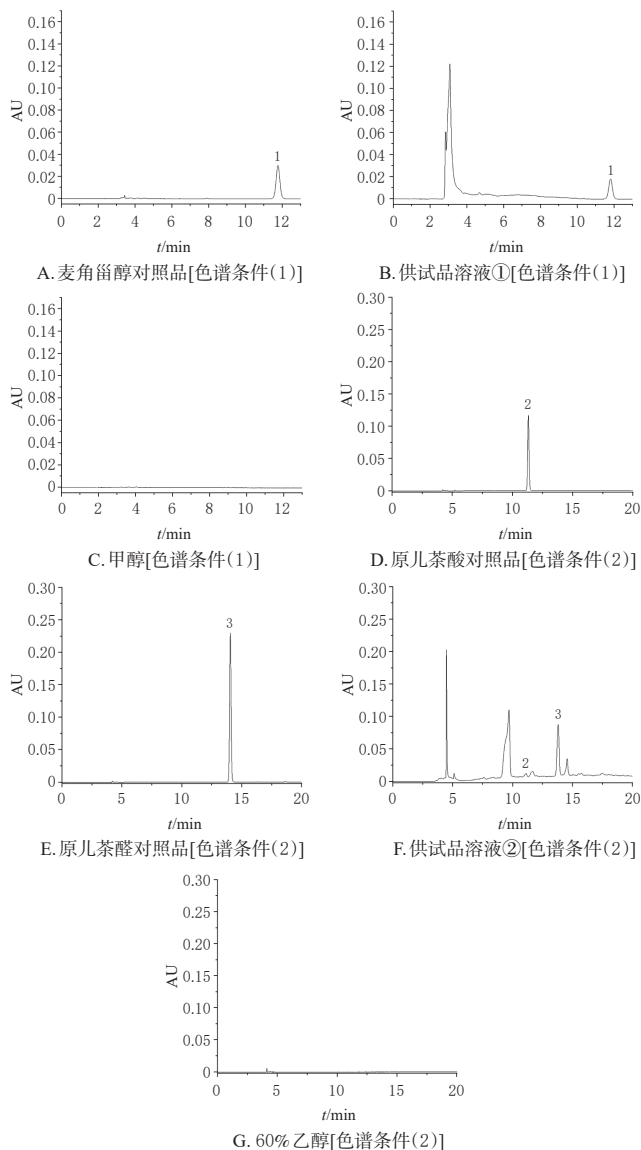
2.2.4 色谱条件与系统适用性试验

(1)麦角甾醇检测的色谱条件:色谱柱为Diamonsil Plus C₁₈-A柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相为甲醇-水(100:0, V/V),等度洗脱;流速为1.0 mL/min;柱温为30℃;检测波长为281 nm;进样量为10 μL。(2)原儿茶醛、原儿茶酸检测的色谱条件:色谱柱为Diamonsil Plus C₁₈-A柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相为乙腈(A)-0.3%乙酸溶液(B),梯度洗脱(0~5 min, 2.5%A→10%A; 5~9 min, 10%A→15%A; 9~10 min, 15%A→16%A; 10~12 min, 16%A→18%A; 12~17 min, 18%A→19%A; 17~20 min, 19%A→100%A);流速为0.8 mL/min;柱温为30℃;检测波长分别为280 nm(原儿茶醛)、256 nm(原儿茶酸);进样量为20 μL。

取“2.2.1”“2.2.2”“2.2.3”项下各溶液,按此色谱条件进样测定,色谱图见图1。结果显示,各供试品溶液在对照品溶液相应保留时间处有对应色谱峰出现,各成分色谱峰与相邻色谱峰间的分离度均大于1.5,理论板数均大于5 000,且阴性对照对测定无干扰。

2.2.5 线性关系考察

将“2.2.1”项下各对照品溶液,按照逐级稀释的方法稀释成不同质量浓度的对照品线性溶液,按“2.2.4”项下色谱条件进样测定。以进样量为横坐标(X)、峰面积为纵坐标(Y)绘制标准曲线,得到麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸的标准曲线方程分别为 $Y=2\times 10^6X-676.07$ ($r=0.999\ 8$)、 $Y=7\times 10^6X+3\ 418.9$ ($r=0.999\ 8$)、 $Y=2\times 10^6X-4\ 378$ ($r=0.999\ 7$),线性范围分别为0.24~2.40、0.49~4.90、0.50~5.00 μg。结果表明,麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸在上述进样量范围内线性关系良好。



1: 麦角甾醇; 2: 原儿茶酸; 3: 原儿茶醛。

图1 各成分系统适用性试验的HPLC图

2.2.6 精密度试验

精密吸取“2.2.1”项下各对照品溶液,按“2.2.4”项下色谱条件连续进样6次,计算得到麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸峰面积的RSD分别为0.69%、0.40%、0.05% ($n=6$),表明仪器精密度良好。

2.2.7 稳定性试验

精密吸取“2.2.2”项下各供试品溶液,按“2.2.4”项下色谱条件,于室温放置0、2、4、8、12、24 h时进样测定,计算得到麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸峰面积的RSD分别为0.76%、1.20%、1.55% ($n=6$),表明各供试品溶液在室温放置24 h内稳定性良好。

2.2.8 重复性试验

取“2.1.3”项下桑黄蜜炙品粉末6份,按“2.2.2”项下方法制备各供试品溶液,按“2.2.4”项下色谱条件进样测定,按标准曲线法计算得到麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸含量的RSD分别0.94%、1.61%、1.84% ($n=6$),表明该方法重复性良好。

2.2.9 加样回收率试验

精密称定“2.1.3”项下已知含量的桑黄蜜炙品粉末6份,各0.1 g,按照与样品中成分含量约1:1的比例加入对照品,按“2.2.2”项下方法制备各供试品溶液,按“2.2.4”项下色谱条件进样测定,记录峰面积,并计算各成分加样回收率。结果显示,麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸的平均加样回收率分别为96.92%、97.21%、97.77%,RSD分别为1.34%、1.37%、1.26% ($n=6$),表明该方法准确度良好。

2.2.10 样品含量测定

取桑黄蜜炙品粉末适量,按“2.2.2”项下方法制备各供试品溶液,按“2.2.4”项下色谱条件进样测定,记录峰面积并按标准曲线法计算各待测成分的含量。每份样品平行操作3次,取平均值。

2.3 桑黄蜜炙工艺综合评分标准的确定

2.3.1 外观性状评分

由于难以通过肉眼准确判定不同炮制品的颜色差异,因此本研究采用色差仪对炮制品粉末色度值进行客观分析。Lab模式是一个理论上包括了人眼可见的所有色彩的色彩模式,其中 L^* 表示明暗度值,数值越小,颜色越暗; a^* 表示红绿色度值; b^* 表示黄蓝色度值^[10]。本研究在色度评分过程中发现,在不同的炮制方法下,炮制品粉末的 a^* 、 b^* 2个数值变化程度不大,而 L^* 值能较好地反映炮制情况,可以对外观性状中焦斑程度作进一步的辅助说明。因此,本研究参考相关文献^[11-12]最终确定了桑黄蜜炙品外观性状的评分标准,详见表1。

表1 桑黄蜜炙品外观性状的评分标准

项目	20分	10分	5分
焦斑情况	无焦斑	偶见焦斑	大量焦斑
闷润情况	闷润透心	闷润较透	闷润未透
气味情况	蜜香味浓	蜜香味淡	无蜜香味
黏度情况	不粘手	略粘手	粘手

2.3.2 桑黄蜜炙品中各指标权重的确立及综合评分计算

本研究根据层次分析法的原理,利用yaahp V10.3应用软件,将麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸含量和外观性状评分4个指标分为4个层次,建立桑黄蜜炙工艺评价层次结构模型,以含量多少、药理作用强弱为分层标准。桑黄中麦角甾醇含量最高,且为桑黄质量检测的规定指标,故层级占比最大;原儿茶醛含量仅次于麦角甾醇,且药理作用指向性较强,故层级占比次之;原儿茶酸含量最低,且药理作用与原儿茶醛相比较弱,故层级占比最小;同时考虑炮制品外观性状的重要性,炮制过火会直接导致药理作用发生改变,故其层级占比排在原儿茶醛含量之前。因此,最终按照麦角甾醇含量>外观性状评分>原儿茶醛含量>原儿茶酸含量的优先顺序,根据yaahp V10.3应用软件中两两比较重要性的相对评分

规则,建立判断矩阵,获得各指标的权重系数。若判断矩阵一致性比率 <0.1 ,则表明判断矩阵一致性较好,求得的权重系数合理有效、无逻辑混乱。结果见表2。

表2 桑黄蜜炙工艺指标的准则层判断矩阵

工艺指标	麦角甾醇含量	原儿茶醛含量	原儿茶酸含量	外观性状评分	权重
麦角甾醇含量	1.000 0	2.000 0	4.000 0	2.000 0	0.451 1
原儿茶醛含量	0.500 0	1.000 0	1.333 3	0.900 0	0.198 8
原儿茶酸含量	0.250 0	0.750 0	1.000 0	0.666 7	0.134 8
外观性状评分	0.500 0	1.111 1	1.500 0	1.000 0	0.215 3

根据表2结果,分别赋予麦角甾醇含量0.451 1、原儿茶醛含量0.198 8、原儿茶酸含量0.134 8、外观性状评分0.215 3的权重系数,并按以下公式计算综合评分(OD)值: $OD = (0.451 1X/X_{max} + 0.198 8Y/Y_{max} + 0.134 8W/W_{max} + 0.215 3Z/Z_{max}) \times 100$ 。该公式中, X 、 Y 、 W 、 Z 分别表示麦角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸的含量及外观性状得分, X_{max} 、 Y_{max} 、 W_{max} 分别表示上述成分含量的最大值, Z_{max} 表示外观性状评分的最高值。OD值越高表示桑黄蜜炙品质量越好。

2.4 桑黄蜜炙工艺单因素考察

本研究参考多项研究^[13-15],最终确定以蜜水比、蜜水与桑黄质量比、闷润时间、炒制温度、炒制时间为因素进行考察,并根据文献及桑黄药材质地、预实验结果确定各因素的水平。

2.4.1 蜜水比考察

取桑黄生品5份,每份20 g,按“2.1.3”项下方法炮制,在蜜水与桑黄质量比10:20(g/g)、闷润时间3 h、炒制温度130~140 °C、炒制时间5 min的条件下,考察蜜水比(1:2、2:3、1:1、3:2、2:1, g/g)对桑黄蜜炙品OD值的影响。结果如图2A所示,当蜜水比为2:3(g/g)时OD值最高,故后续选择蜜水比1:2~1:1(g/g)进行正交实验设计。

2.4.2 蜜水与桑黄质量比考察

取桑黄生品5份,每份20 g,按“2.1.3”项下方法炮制,在蜜水比2:3(g/g)、闷润时间3 h、炒制温度130~140 °C、炒制时间5 min的条件下,考察蜜水与桑黄质量比(5:20、10:20、15:20、20:20、25:20, g/g)对桑黄蜜炙品OD值的影响。结果如图2B所示,当蜜水与桑黄质量比为15:20(g/g)时OD值最高,故后续选择蜜水与桑黄质量比10:20~20:20(g/g)进行正交实验设计。

2.4.3 闷润时间考察

取桑黄生品5份,每份20 g,按“2.1.3”项下方法炮制,在蜜水比2:3(g/g)、蜜水与桑黄质量比15:20(g/g)、炒制温度130~140 °C、炒制时间5 min的条件下,考察闷润时间(1、2、3、4、5 h)对桑黄蜜炙品OD值的影响。结果如图2C所示,当闷润时间为2 h时OD值最高,且闷润程度达到“蜜尽药透”的标准、耗时较短,故后续正交实验不将其列为考察指标,实验选择闷润时间为2 h。

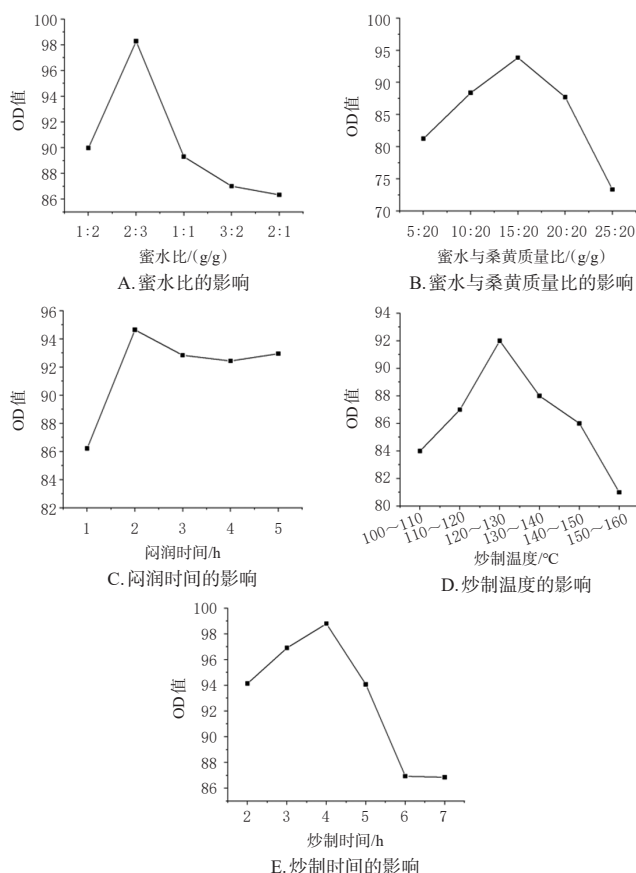


图2 各因素对桑黄蜜炙品OD值的影响

2.4.4 炒制温度考察

取桑黄生品6份,每份20 g,按“2.1.3”项下方法炮制,在蜜水比2:3(g/g)、蜜水与桑黄质量比15:20(g/g)、闷润时间2 h、炒制时间5 min的条件下,考察炒制温度(100~110、110~120、120~130、130~140、140~150、150~160 °C)对桑黄蜜炙品OD值的影响。结果如图2D所示,当炒制温度为120~130 °C时OD值最高,故后续选择炒制温度110~140 °C进行正交实验设计。

2.4.5 炒制时间考察

取桑黄生品6份,每份20 g,按“2.1.3”项下方法炮制,在蜜水比2:3(g/g)、蜜水与桑黄质量比15:20(g/g)、闷润时间2 h、炒制温度120~130 °C的条件下,考察炒制时间(2、3、4、5、6、7 min)对桑黄蜜炙品OD值的影响。结果如图2E所示,当炒制时间为4 min时OD值最高,故后续选择炒制时间3~5 min进行正交实验设计。

2.5 正交实验优化桑黄蜜炙工艺

2.5.1 正交实验设计

本研究在单因素实验的基础上,以蜜水比(A)、蜜水与桑黄质量比(B)、炒制温度(C)和炒制时间(D)为考察因素,以桑黄蜜炙品OD值为评价指标,使用 $L_9(3^4)$ 正交表设计实验。因素与水平见表3。

2.5.2 正交实验结果

取同一批次桑黄生品各20 g,分别按表4中实验设计进行炮制。按“2.2.4”项下色谱条件测定炮制品中麦

表3 因素与水平

水平	A/(g/g)	B/(g/g)	C/°C	D/min
1	1:2	10:20	110~120	3
2	2:3	15:20	120~130	4
3	1:1	20:20	130~140	5

角甾醇、原儿茶醛、原儿茶酸的含量并对其外观性状进行评分。正交实验设计与结果见表4,方差分析结果见表5。

表4 正交实验设计与结果

编号	A	B	C	D	麦角甾醇含量/(mg/g)	原儿茶醛含量/(mg/g)	原儿茶酸含量/(mg/g)	外观性状评分/分	OD值
1	1	1	1	1	0.510	0.460	0.116	65	86.05
2	1	2	2	2	0.457	0.422	0.107	69	80.86
3	1	3	3	3	0.546	0.466	0.121	71	91.10
4	2	1	2	3	0.469	0.513	0.109	66	84.61
5	2	2	3	1	0.491	0.463	0.120	69	86.44
6	2	3	1	2	0.479	0.440	0.109	61	81.06
7	3	1	3	2	0.633	0.497	0.109	70	96.87
8	3	2	1	3	0.491	0.446	0.105	74	85.44
9	3	3	2	1	0.568	0.473	0.113	57	87.92
K_1	86.003	89.177	84.183	86.803					
K_2	84.037	84.247	84.463	86.263					
K_3	90.077	86.693	91.470	87.050					
R	6.040	4.930	7.287	0.787					

表5 方差分析结果

来源	偏差平方和	自由度	F	P
A	56.941	2	58.642	<0.05
B	36.458	2	37.547	<0.05
C	102.267	2	105.321	<0.05
D	0.971	2	1.000	>0.05
误差	0.970	2		

注: $F_{0.05}(2,2)=19.00$ 。

由表4可知,各因素对桑黄蜜炙品OD值影响的大小顺序为 $C>A>B>D$,最优组合为 $A_3B_1C_3D_3$ 。由表5可知,因素A、B、C对OD值有显著影响($P<0.05$),因素D无显著影响($P>0.05$),最终确定最优工艺为 $A_3B_1C_3D_3$,具体如下:取桑黄生品(1 cm³方块状),加适量辅料拌匀(每100 kg的桑黄用炼蜜与水各25 kg),闷润2 h至辅料被吸尽,置于炒制容器内,在炒制温度130~140 °C下炒制5 min,取出,置于50 °C烘箱内2 h,取出,晾凉。

2.5.3 验证实验

按“2.5.2”项下最佳蜜炙工艺进行3次验证实验,平行制备了3批样品,分别按“2.2.2”项下方法制备各样品的供试品溶液,按“2.2.4”项下色谱条件测定样品中3个指标成分含量并进行外观性状评分,计算OD值,结果见表6。由验证实验结果可知,3次OD值的RSD为0.68%,表明所得最佳蜜炙工艺稳定可靠、合理可行。

表6 验证实验结果

实验编号	麦角甾醇含量/(mg/g)	原儿茶醛含量/(mg/g)	原儿茶酸含量/(mg/g)	外观性状评分/分	OD值
1	0.634	0.517	0.118	70	98.83
2	0.621	0.531	0.117	70	98.32
3	0.640	0.522	0.120	70	99.66

3 讨论

本研究选用内在质量与外观性状相结合的考察方式,采用层次分析法确定各评价指标权重系数,使综合评分数据更具合理性。在指标成分的选择上选用了能够衡量真菌生物量的麦角甾醇以及桑黄中相对含量较高的原儿茶醛、原儿茶酸。饮片的外观性状是评价药材质量的要素之一,为防止焦斑、无蜜香味、表面挂蜜、辅料过量等现象的发生,本研究选用外观性状为评价指标之一;在外观性状主观评定的基础上,采用色差仪的Lab颜色测定功能将外观颜色量化为具体数值,其中L*提示炮制品粉末的明暗程度,辅助判断焦斑情况,结合客观数据使外观性状评价得到进一步完善。

在各个单因素考察过程中发现,桑黄蜜炙品中3个指标成分含量以及外观性状评分主要受蜜水比、蜜水与桑黄质量比、炒制温度、炒制时间的影响,故采用正交实验对上述4个因素进行炮制工艺参数的优化。由于液体辅料要闷润至透心,而文火炒制在短时间内很难使炮制品内部水分炒干,且后期贮存容易霉变,若炒制时间过长则表面易产生焦斑,因此本研究在蜜炙后进行了烘干处理^[6]。本课题组前期通过对比实验发现,50 °C烘干和室温晾干在指标成分含量测定结果方面无明显差异,同时50 °C烘干能更好地达到干燥效果且时间可控,不受环境中温度、湿度等因素的影响,因此本研究采用50 °C烘干处理。

桑黄的化学成分复杂,在蜜炙过程中,其内在质量与外观性状均发生了不同程度变化。影响药物变化的主要因素分别为加热和辅料蜂蜜——桑黄蜜炙过程中麦角甾醇、原儿茶醛含量发生变化,考虑是由于辅料蜂蜜中的葡萄糖、果糖等成分与桑黄中的化学成分相结合的原因;原儿茶酸含量的变化可能与炮制加热过程中糖苷键的断裂有关;药物经加热处理后,能够更为充分地提取其所含有的化学成分,且炼蜜可增加药物溶解度,进而影响了桑黄中部分化学成分的含量。

综上,本研究优化所得的桑黄最佳蜜炙工艺为取桑黄生品(1 cm³方块状),加适量辅料拌匀(每100 kg的桑黄用炼蜜与水各25 kg),闷润2 h至辅料被吸尽,置于炒制容器内,在炒制温度130~140 °C下炒制5 min,取出,置于50 °C烘箱内2 h,取出,晾凉。该工艺参数良好、稳定、可行,可为桑黄蜜炙工艺的确定提供参考。但本研究属于小试范围,由于大型炮制机械设在导热、材质等方面存在一定的差异,后续若考虑将桑黄蜜炙工艺工业化,则需在工艺放大过程中修正工艺参数以便应用于工业大生产。

参考文献

- [1] 包海鹰,杨烁,李庆杰,等. “桑黄”的本草补充考证[J]. 菌物研究,2017,15(4):264-270.
BAO H Y, YANG S, LI Q J, et al. Supplementary textual

- research on "Sanghuang"[J]. *J Fungal Res*, 2017, 15(4): 264-270.
- [2] 栾英杰, 侯万升. 神农本草经合注[M]. 北京: 人民军医出版社, 2010: 218-219.
LUAN Y J, HOU W S. *Shennong bencao jingzhu*[M]. Beijing: People's Military Medical Publishing House, 2010: 218-219.
- [3] 付立忠, 陆娜, 闫静, 等. 3种桑黄属真菌人工栽培子实体营养、药效成分及抗氧化活性分析评价[J]. *菌物学报*, 2021, 40(8): 2148-2158.
FU L Z, LU N, YAN J, et al. Analyses and evaluation of nutrition, active component and antioxidant activities of fruiting bodies of three species of *Sanghuangporus*[J]. *Mycosystema*, 2021, 40(8): 2148-2158.
- [4] 陈婷怡, 付立忠, 王伟科. 桑黄孔菌属多糖结构特征和药理作用研究进展[J]. *食用菌*, 2022, 44(5): 1-5.
CHEN T Y, FU L Z, WANG W K. Research advances on structural characteristics and pharmacological effects of polysaccharides from *Sanghuangporus*[J]. *Edible Fungi*, 2022, 44(5): 1-5.
- [5] 张洪礼, 王伦兴, 陈德琴, 等. 蜂蜜化学成分及其生物活性的研究进展[J]. *贵州农业科学*, 2021, 49(9): 100-107.
ZHANG H L, WANG L X, CHEN D Q, et al. Research progress on chemical constituents and biological activities of honey[J]. *Guizhou Agric Sci*, 2021, 49(9): 100-107.
- [6] 陈嘉谟. 本草蒙筌[M]. 张印生, 韩学杰, 赵慧玲, 主校. 北京: 中医古籍出版社, 2009: 13-14.
CHEN J M. *Bencao meng quan*[M]. ZHANG Y S, HAN X J, ZHAO H L, main proofreading. Beijing: Traditional Chinese Medicine Ancient Books Publishing House, 2009: 13-14.
- [7] 李小欢, 谢远娇, 王欢, 等. 不同栽培基质桑黄化学成分及抗氧化活性比较[J]. *食品安全质量检测学报*, 2021, 12(23): 9183-9188.
LI X H, XIE Y J, WANG H, et al. Comparison of chemical constituents and antioxidant activities of *Sanghuangporus vaninii* in different substrates[J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(23): 9183-9188.
- [8] 李有贵, 钟石, 计东风. 野生与人工栽培桑黄子实体中的粗多糖和粗酚含量及药用活性比较[J]. *蚕业科学*, 2016, 42(5): 883-891.
LI Y G, ZHONG S, JI D F. A comparison on contents and medicinal activities of crude polysaccharides and crude polyphenols between wild and cultivated fruit bodies of *Phellinus* spp[J]. *Sci Seric*, 2016, 42(5): 883-891.
- [9] 冯子旺, 俞力超, 李峰, 等. 正交试验优选桑黄多酚超声提取工艺[J]. *中国药房*, 2012, 23(3): 221-222.
FENG Z W, YU L C, LI F, et al. Optimization of ultrasound-assisted extraction of polyphenols from *Phellinus igniarius* by orthogonal test[J]. *China Pharm*, 2012, 23(3): 221-222.
- [10] 王杨, 甄臻, 隆毅, 等. 基于颜色变化的酒白芍质量标准及炮制工艺研究[J]. *中药材*, 2020, 43(9): 2141-2145.
WANG Y, ZHEN Z, LONG Y, et al. Study on quality standard and processing technology of *Paeoniae Radix Alba* stir-frying with wine based on color change[J]. *J Chin Med Mater*, 2020, 43(9): 2141-2145.
- [11] 王文凯, 张晓婷, 张正, 等. 多指标正交设计优选建昌帮炮制辅料蜜炙谷糠的制备工艺[J]. *中草药*, 2016, 47(14): 2460-2464.
WANG W K, ZHANG X T, ZHANG Z, et al. Optimization of preparation process for Jianchang band processing adjuvant: honey rice chaff by multicriteria orthogonal design[J]. *Chin Tradit Herb Drugs*, 2016, 47(14): 2460-2464.
- [12] 任天航, 聂紫璇, 廉婧, 等. 层次分析法结合 Box-Behnken 响应面法优化炙黄芪炒制工艺[J]. *中华中医药学刊*, 2023, 41(7): 208-213, 278.
REN T H, NIE Z X, LIAN J, et al. Optimization of stir-frying process of Huangqi (*Astragali Radix*) by analytic hierarchy process and Box-Behnken response surface method[J]. *Chin Arch Tradit Chin Med*, 2023, 41(7): 208-213, 278.
- [13] 段秀俊, 刘培, 叶花, 等. 多指标一测多评-响应曲面法优选蜜炙甘草的最佳炮制工艺[J]. *中草药*, 2020, 51(2): 364-371.
DUAN X J, LIU P, YE H, et al. Optimization of best processing technology of *Glycyrrhizae Radix et Rhizoma Praeparata Cum Melle* by multi-index QAMS-response surface methodology[J]. *Chin Tradit Herb Drugs*, 2020, 51(2): 364-371.
- [14] 王仁广, 隋欣彤, 汪艳群, 等. 白屈菜蜜炙工艺的优化[J]. *中国药房*, 2021, 32(12): 1473-1479.
WANG R G, SUI X T, WANG Y Q, et al. Optimization of the honey-stir-fired technology of *Chelidonium majus*[J]. *China Pharm*, 2021, 32(12): 1473-1479.
- [15] 王凤娇, 钟凌云, 钟国跃, 等. 北沙参炮制工艺的优化[J]. *中成药*, 2020, 42(1): 24-28.
WANG F J, ZHONG L Y, ZHONG G Y, et al. Optimization of processing procedure for *Glehniae Radix*[J]. *Chin Tradit Pat Med*, 2020, 42(1): 24-28.
- [16] 张志国, 杨磊, 周宜, 等. 中药“蜜炙透心”的传统操作与注意事项[J]. *中国医院药学杂志*, 2019, 39(17): 1812-1818.
ZHANG Z G, YANG L, ZHOU Y, et al. Operation and precautions of traditional Chinese medicine "stir-fry thoroughly with honey" [J]. *Chin J Hosp Pharm*, 2019, 39(17): 1812-1818.

(收稿日期: 2023-12-06 修回日期: 2024-04-29)

(编辑: 林 静)