

# 狗脊炮制工艺优选及色度值测定

干 丽， 钟如帆， 魏 梅， 严玉晶， 黄贵发， 曾昭君\*  
(广东一方制药有限公司，广东 佛山 528244)

**摘要：**目的 优选熟狗脊、烫狗脊的炮制工艺，并测定色度值。**方法** 采用 HPLC 法测定各炮制品原儿茶酸、原儿茶醛、5-羟甲基糠醛的含有量；采用综合评分法，以原儿茶酸、原儿茶醛含有量为指标优选炮制工艺；采用色差仪获取炮制品色度值（L、a、b），考察原儿茶酸、原儿茶醛、5-羟甲基糠醛含有量与色度值的相关性；按照优选的炮制工艺，获得基准炮制品，确定各炮制品与基准炮制品的最大色差值。**结果** 最佳蒸制时间为 6 h，最佳烫制时间为 24 min；炮制过程中色度值的变化与含有量具有较强的相关性，熟狗脊、烫狗脊与各自基准炮制品最大色差值分别为 3.6、4.1。**结论** 该方法稳定可行，可用于狗脊炮制。  
**关键词：**狗脊；炮制工艺；色度值；基准炮制品  
**中图分类号：**R283.3      **文献标志码：**A      **文章编号：**1001-1528(2020)09-2382-07  
**doi:**10.3969/j.issn.1001-1528.2020.09.026

## Optimization processing and determination of chromatic value of *Cibotium barometz*

GAN Li, ZHONG Ru-fan, WEI Mei, YAN Yu-jing, HUANG Gui-fa, ZENG Zhao-jun\*  
(Guangdong Yifang Pharmaceutical Co., Ltd., Foshan 528244, China)

**ABSTRACT:** **AIM** To optimize the processing technology and to determine the chromatic value of *Cibotium barometz* (L.) J. Sm. **METHODS** The contents of protocathechuic acid, protocathechuic aldehyde and 5-hydroxymethylfurfural were detected by HPLC. The comprehensive grading method was used to optimize processing technology with the contents of protocathechuic acid and protocathechuic aldehyde. The colorimetric method was used to obtain the chromatic value (L, a, b) of each processed product, and the correlation between the protocathechuic acid, protocathechuic aldehyde and 5-hydroxymethylfurfural and chromatic value. The standard processed products were obtained by the optimal processing process to determine the maximum color difference between each processed product and the reference processed product. **RESULTS** The optimal processing was determined to be 6 h for the best steaming time, 24 min for the best frying time. The chromatic value and the content of *C. barometz* was highly correlated. The maximum color differences between the processed products and the standard products were 3.6, 4.1, respectively. **CONCLUSION** This stable and feasible method can be used for the processing of *C. barometz*.  
**KEY WORDS:** *Cibotium barometz* (L.) J. Sm.; processing technology; chromatic value; the standard processed products

狗脊为蚌壳蕨科植物金毛狗脊 *Cibotium barometz* (L.) J. Sm. 的干燥根茎，具有祛风湿、补肝肾、强腰膝的功效。传统炮制理论和现代药理研究均认为“生狗脊以祛风湿、利关节为主，制品以补肝肾、强腰膝为主”<sup>[1]</sup>。2015 年版《中国药

典》<sup>[2]</sup>记载狗脊饮片分为生狗脊片、熟狗脊片、烫狗脊片，并要求烫狗脊的原儿茶酸含有量不得少于 0.02%，规定其性状“形如狗脊片，表面略鼓起，棕褐色”，但颜色描述为感官判断，存在不准确性和主观性；而熟狗脊无性状和含有量要求，不利于

收稿日期：2019-09-10  
基金项目：广东省省级科技计划项目（2018B030323004）；广东特支计划科技创业领军人才（20177Y04R197）  
作者简介：干 丽（1989—），女，硕士，从事中药质量标准研究。Tel: 13922276912, E-mail: 1228534369@qq.com  
\* 通信作者：曾昭君（1988—），男，硕士，从事中药质量标准研究。Tel: 18138331545, E-mail: 1303558701@qq.com

饮片质量的控制。

目前，狗脊饮片研究较多的成分有原儿茶酸、原儿茶醛、5-羟甲基糠醛。研究表明，原儿茶酸具有抗炎、抗氧化、保护神经元等药理作用<sup>[3-5]</sup>；原儿茶醛具有抗动脉粥样硬化、抗骨代谢、促骨合成等作用<sup>[6]</sup>。因此，选择原儿茶酸和原儿茶醛为指标成分对炮制时间进行优选。5-羟甲基糠醛具有抗氧化、抗组织缺血<sup>[7-8]</sup>等药理作用，但同时也具有刺激性、肾毒性<sup>[9-10]</sup>等不良反应，基于用药安全考虑，应对炮制过程中5-羟甲基糠醛的含有量进行考察。

本研究通过对狗脊炮制过程中指标成分含有量和样品外观颜色色度值的测定，考察含有量、色度值与炮制程度的相关性，按照优选的炮制工艺，获得基准炮制品，确定各炮制品与基准炮制品的最大色差值，以期为狗脊不同炮制品的炮制过程监测及质量评价提供参考。

1 材料

H22-X3 型电陶炉（杭州九阳生活电器有限公司）；AR852B+型红外测温仪（东莞万创电子制品有限公司）；HP-C220 型精密色差仪（汉谱光彩科技有限公司）；ME204E 型分析天平（万分之一，瑞士 Mettler Toledo 公司）；e2695 型 Waters 高效液相色谱仪（美国 Waters 公司）。

狗脊药材产于广东、广西，经广东一方制药有限公司魏梅主任中药师鉴定为蚌壳蕨科植物金毛狗脊 *Cibotium barometz* (L.) J. Sm. 的干燥根茎。信息见表 1。5-羟甲基糠醛（批号 111626-201711，纯度 99.4%）、原儿茶酸（批号 110809-200604，纯度 100%）、原儿茶醛（批号 110810-200205，纯度 100%）对照品均购自中国食品药品检定研究院。

表 1 样品信息

Tab. 1 Information of samples

| 编号  | 批号       | 来源           |
|-----|----------|--------------|
| S1  | G1611022 | 广东肇庆高要河台镇    |
| S2  | G1611023 | 广东肇庆高要河台镇    |
| S3  | G1803099 | 广东省肇庆市高要区河台镇 |
| S4  | G1806014 | 广西贵港市平南县平南镇  |
| S5  | G1806015 | 广西贵港市平南县安怀镇  |
| S6  | G1810277 | 广东肇庆高要河台镇    |
| S7  | G1810279 | 广东肇庆高要河台镇    |
| S8  | G1810245 | 广西省柳州市柳南区    |
| S9  | G1810246 | 广西省柳州市鹿寨县鹿寨镇 |
| S10 | G1810247 | 广西省柳州市鹿寨东泉   |

2 方法与结果

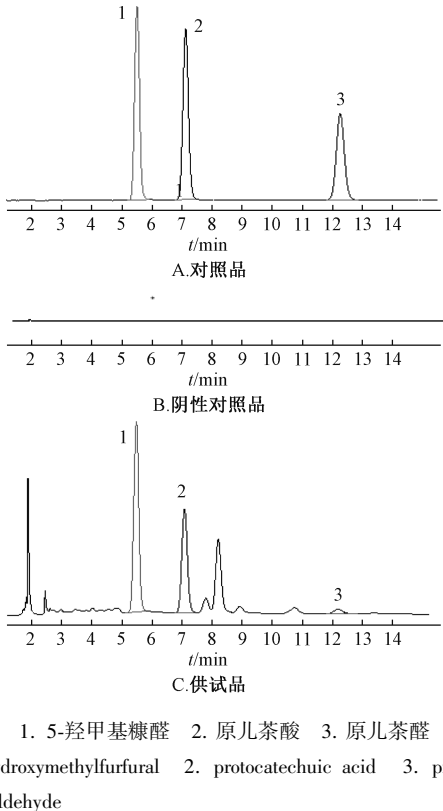
2.1 含有量测定

2.1.1 色谱条件<sup>[1]</sup> Agilent ZORBAX SB-C<sub>18</sub> 柱（4.6 mm×150 mm，5 μm）；流动相乙腈-1%冰醋酸（5：95）溶液；体积流量 0.8 mL/min；柱温 30 ℃；检测波长 260 nm；进样量 10 μL。

2.1.2 对照品溶液制备 取 5-羟甲基糠醛、原儿茶酸、原儿茶醛对照品适量，精密称定，加甲醇-1%冰醋酸溶液（70：30）制成每 1 mL 约含 30 μg 5-羟甲基糠醛、90 μg 原儿茶酸、100 μg 原儿茶醛的混合对照品溶液。

2.1.3 供试品溶液制备 取药材粉末（过 3 号筛）约 1.0 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇-1%冰醋酸溶液（70：30）25 mL，称定质量，超声处理（250 W，40 kHz）30 min，放冷，再次称定质量，用甲醇-1%冰醋酸溶液（70：30）补足减失的质量，摇匀，滤过，取续滤液即得。

2.1.4 专属性试验 吸取“2.1.2”“2.1.3”项下对照品、供试品溶液和阴性对照溶液，分别注入液相色谱仪进行测定。结果表明，阴性对照溶液在对照品溶液色谱峰相应位置无吸收，阴性对照无干扰。色谱图见图 1。



1. 5-羟甲基糠醛 2. 原儿茶酸 3. 原儿茶醛  
1. 5-hydroxymethylfurfural 2. protocatechuic acid 3. protocatechuic aldehyde

图 1 各成分 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of various constituents

2.1.5 线性关系考察 分别精密量取“2.1.2”项下混合对照品溶液 1、2、4、6、8、10 mL 置

10 mL量瓶中，加甲醇-1% 冰醋酸稀释至刻度，分别吸取上述混合对照品溶液各 10 μL，在“2.1.1”项条件下进样，记录色谱峰面积，以进样量为横坐标（X），峰面积为纵坐标（Y）进行回归，结果见表 2，表明各成分在各自范围内线性关系良好。

表 2 各成分线性关系

| Tab.2 Linear relationships of various constituents |                    |         |                  |  |
|----------------------------------------------------|--------------------|---------|------------------|--|
| 成分                                                 | 回归方程               | r       | 线性范围/μg          |  |
| 5-羟甲基糠醛                                            | Y=83 862 X+11 921  | 0.999 4 | 0.030 47~0.304 7 |  |
| 原儿茶酸                                               | Y=396 814 X+44 638 | 0.999 8 | 0.090 64~0.906 4 |  |
| 原儿茶醛                                               | Y=254 452 X+20 316 | 0.999 8 | 0.099 0~0.990 0  |  |

2.1.6 精密度试验 精密吸取“2.1.2”项下混合对照品溶液 10 μL，在“2.1.1”项条件下连续进样 5 次，测得 5-羟甲基糠醛、原儿茶酸、原儿茶醛峰面积 RSD 分别为 0.888%、0.178%、0.958%，表明仪器精密度良好。

2.1.7 重复性试验 取同一批号的狗脊药材按

表 3 各成分加样回收率试验结果（n=9）

| Tab.3 Results of recovery tests for various constituents (n=9) |         |         |         |         |        |         |       |
|----------------------------------------------------------------|---------|---------|---------|---------|--------|---------|-------|
| 成分                                                             | 取样量/g   | 原有量/mg  | 加入量/mg  | 测得量/mg  | 回收率/%  | 平均回收率/% | RSD/% |
| 5-羟甲基糠醛                                                        | 1.000 3 | 4.012 7 | 1.946 2 | 5.887 5 | 96.33  | 97.83   | 1.64  |
|                                                                | 1.001 3 | 4.016 7 | 1.946 2 | 5.898 9 | 96.71  |         |       |
|                                                                | 1.001 1 | 4.015 9 | 1.946 2 | 5.910 2 | 97.33  |         |       |
|                                                                | 1.000 4 | 4.013 1 | 3.900 7 | 7.900 8 | 99.67  |         |       |
|                                                                | 1.000 8 | 4.014 7 | 3.900 7 | 7.829 3 | 97.79  |         |       |
|                                                                | 1.000 5 | 4.013 5 | 3.900 7 | 7.957 9 | 101.12 |         |       |
|                                                                | 1.001 0 | 4.015 5 | 5.714 1 | 9.551 2 | 96.88  |         |       |
|                                                                | 1.000 8 | 4.014 7 | 5.714 1 | 9.622 8 | 98.15  |         |       |
|                                                                | 1.000 2 | 4.012 3 | 5.714 1 | 9.527 6 | 96.52  |         |       |
|                                                                | 1.000 3 | 0.401 9 | 0.190 5 | 0.595 0 | 101.35 | 98.92   | 1.80  |
| 原儿茶酸                                                           | 1.001 3 | 0.402 3 | 0.190 5 | 0.588 5 | 97.73  |         |       |
|                                                                | 1.001 1 | 0.402 2 | 0.190 5 | 0.586 6 | 96.77  |         |       |
|                                                                | 1.000 4 | 0.402 0 | 0.387 9 | 0.780 2 | 97.51  |         |       |
|                                                                | 1.000 8 | 0.402 1 | 0.387 9 | 0.779 5 | 97.29  |         |       |
|                                                                | 1.000 5 | 0.402 0 | 0.387 9 | 0.787 6 | 99.41  |         |       |
|                                                                | 1.001 0 | 0.402 2 | 0.587 6 | 0.987 4 | 99.59  |         |       |
|                                                                | 1.000 8 | 0.402 1 | 0.587 6 | 0.983 2 | 98.89  |         |       |
|                                                                | 1.000 2 | 0.401 9 | 0.587 6 | 0.999 8 | 101.75 |         |       |
|                                                                | 1.000 3 | 0.083 3 | 0.040 4 | 0.125 0 | 103.12 | 97.18   | 3.52  |
| 原儿茶醛                                                           | 1.001 3 | 0.083 4 | 0.040 4 | 0.122 3 | 96.24  |         |       |
|                                                                | 1.001 1 | 0.083 4 | 0.040 4 | 0.121 5 | 94.30  |         |       |
|                                                                | 1.000 4 | 0.083 3 | 0.081 3 | 0.159 7 | 93.89  |         |       |
|                                                                | 1.000 8 | 0.083 4 | 0.081 3 | 0.166 6 | 102.34 |         |       |
|                                                                | 1.000 5 | 0.083 3 | 0.081 3 | 0.160 8 | 95.24  |         |       |
|                                                                | 1.001 0 | 0.083 4 | 0.122 2 | 0.203 3 | 98.17  |         |       |
|                                                                | 1.000 8 | 0.083 4 | 0.122 2 | 0.201 5 | 96.71  |         |       |
|                                                                | 1.000 2 | 0.083 3 | 0.122 2 | 0.198 9 | 94.62  |         |       |

2.2 狗脊饮片粉末色度值测定 Lab 模式是由国际照明委员会（CIE）于 1976 年公布的一种色彩模式，是 CIE 组织确定的一个理论上包括了人眼

“2.1.3”项下方法平行制备供试品溶液 6 份，在“2.1.1”项条件下进样，测得 5-羟甲基糠醛、原儿茶酸、原儿茶醛含有量 RSD 分别为 1.554%、1.324%、1.022%，表明该方法重复性良好。

2.1.8 稳定性试验 精密吸取同一供试品溶液，在“2.1.1”项条件下，分别于 0、2、4、6、8、10、12 h 进样，测得原儿茶酸、5-羟甲基糠醛、原儿茶醛峰面积 RSD 分别为 0.200%、0.295%、0.113%，表明供试品溶液在 12 h 内稳定性良好。

2.1.9 加样回收率试验 取已测定含有量的烫狗脊饮片 9 份，精密称定，每组 3 份，按对照品加入量与所取供试品中待测定成分量之比 0.5：1、1：1、1.5：1 加入原儿茶酸、原儿茶醛、5-羟甲基糠醛对照品，按“2.1.3”项下方法制备供试品溶液，在“2.1.1”项条件下测定，计算加样回收率，结果见表 3。

可见的所有色彩的色彩模式，L 值表示物体明暗程度，a 值与 b 值表示物体的颜色<sup>[11]</sup>。

2.2.1 测定方法 取狗脊饮片，粉碎，90% 以上

过 3 号筛，无法过筛粉末与已过筛粉末混合。采用色差仪测定色度值，仪器校正后将各样品粉末分别压制于载玻片上，压制厚度约为 1 mm，测定饮片粉末的色度值（L、a、b），平行 3 次，取平均值。

2.2.2 精密度试验 取同一狗脊饮片粉末，按“2.2.1”项下方法连续测定 6 次，测得 RSD 均小于 5.0%，表明仪器精密度良好。

2.2.3 稳定性考察 取同一狗脊饮片粉末，按“2.2.1”项下方法分别于 0、2、4、6、8、12 h 测定，测得 RSD 均小于 5.0%，表明样品在 12 h 内稳定性良好。

2.2.4 重复性考察 分别制备 6 份粉末，按“2.2.1”项下方法测定色度值，测得 RSD 均小于 5.0%，表明该方法重复性良好。

2.3 饮片制备

2.3.1 熟狗脊饮片 参照 2015 年版《中国药典》四部 0213 炮制通则，取大小、厚薄均匀的生狗脊片，加适量清水润透，置蒸制容器内，用蒸气加热，间隔一定时间，取出蒸狗脊饮片，稍晾，置于 50℃烘箱中烘干。

2.3.2 烫狗脊饮片 参照 2015 年版《中国药典》四部 0213 炮制通则，取洁净河砂置炒制容器内，设置电陶炉加热功率 1 200 W，加热至河砂为滑利状态，红外测温仪测定河砂温度 200℃，投入大小、厚薄均匀的生狗脊片，不断翻动，间隔一定时间，取出烫狗脊饮片，筛去河砂，放凉，除去残存绒毛。

2.4 含有量与色度值测定 分别按“2.1”“2.2”项下方法测定烫狗脊、熟狗脊饮片的含有量和色度值，结果见表 4~5、图 2~3。

表 4 熟狗脊蒸制过程中各成分含有量及饮片色度值测定结果

Tab. 4 Results of content determination of various constituents and chromaticity value of *C. barometz* during steaming process

| <i>t</i> /h | 含有量/(mg·g <sup>-1</sup> ) |         |         | 色度值 |    |    |
|-------------|---------------------------|---------|---------|-----|----|----|
|             | 5-羟甲基糠醛                   | 原儿茶酸    | 原儿茶醛    | L   | a  | b  |
| 0           | 0.137 0                   | 0.090 8 | 0.013 7 | 53  | 11 | 38 |
| 0.5         | 0.168 0                   | 0.095 6 | 0.019 8 | 51  | 11 | 38 |
| 1.0         | 0.282 5                   | 0.103 9 | 0.038 5 | 49  | 12 | 37 |
| 1.5         | 0.323 7                   | 0.110 3 | 0.060 8 | 49  | 13 | 38 |
| 2.0         | 0.354 3                   | 0.145 5 | 0.069 1 | 47  | 14 | 37 |
| 3.0         | 0.523 6                   | 0.162 1 | 0.074 3 | 46  | 14 | 38 |
| 4.0         | 0.693 2                   | 0.212 5 | 0.105 4 | 44  | 15 | 37 |
| 5.0         | 0.759 8                   | 0.225 3 | 0.117 2 | 43  | 15 | 37 |
| 6.0         | 0.990 6                   | 0.261 1 | 0.151 1 | 41  | 16 | 36 |
| 7.0         | 0.675 3                   | 0.197 4 | 0.144 0 | 39  | 17 | 35 |
| 8.0         | 0.616 0                   | 0.162 0 | 0.122 0 | 36  | 17 | 35 |

表 5 烫狗脊砂烫过程中各成分含有量及饮片色度值测定结果

Tab. 5 Results of content determination of various constituents and chromaticity value of *C. barometz* during stir-frying process

| <i>t</i> /min | 含有量/(mg·g <sup>-1</sup> ) |         |         | 色度值 |    |    |
|---------------|---------------------------|---------|---------|-----|----|----|
|               | 5-羟甲基糠醛                   | 原儿茶酸    | 原儿茶醛    | L   | a  | b  |
| 0             | 0.137 0                   | 0.090 8 | 0.013 7 | 55  | 11 | 35 |
| 3             | 0.650 4                   | 0.138 7 | 0.041 6 | 54  | 11 | 36 |
| 6             | 1.521 6                   | 0.203 6 | 0.062 1 | 49  | 12 | 36 |
| 9             | 4.155 8                   | 0.411 9 | 0.087 6 | 48  | 13 | 38 |
| 12            | 6.482 2                   | 0.634 2 | 0.120 8 | 46  | 13 | 39 |
| 15            | 9.273 5                   | 1.014 1 | 0.137 9 | 42  | 14 | 36 |
| 18            | 9.438 9                   | 1.292 8 | 0.151 1 | 35  | 15 | 34 |
| 21            | 8.624 4                   | 1.342 6 | 0.145 1 | 33  | 15 | 32 |
| 24            | 7.637 5                   | 1.469 2 | 0.140 8 | 33  | 16 | 32 |
| 27            | 7.247 4                   | 1.525 0 | 0.123 6 | 31  | 16 | 31 |
| 30            | 5.934 3                   | 1.423 2 | 0.120 6 | 31  | 17 | 32 |
| 33            | 5.174 7                   | 1.281 3 | 0.106 4 | 30  | 18 | 30 |
| 36            | 4.292 2                   | 1.213 0 | 0.106 4 | 28  | 18 | 29 |
| 39            | 3.227 2                   | 1.010 8 | 0.093 6 | 27  | 19 | 25 |

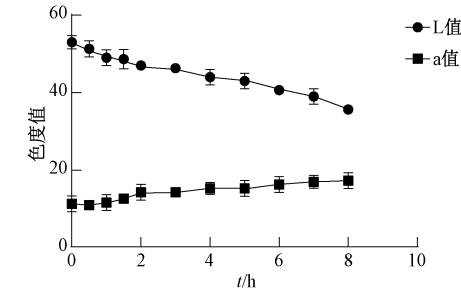


图 2 熟狗脊蒸制过程中饮片色度值变化  
Fig. 2 Chromaticity value changes of *C. barometz* during steaming process

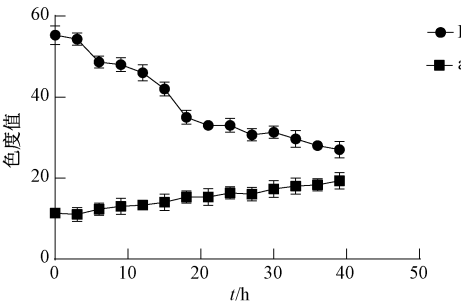


图 3 烫狗脊砂烫过程中饮片色度值变化  
Fig. 3 Chromaticity value changes of *C. barometz* during stir-frying process

结果表明，狗脊砂烫和蒸制过程中，随炮制时间延长，5-羟甲基糠醛、原儿茶酸、原儿茶醛的含有量均呈现先升高后降低的变化趋势，表明 3 种成分在炮制中均存在双向转化。狗脊饮片的色度值 L

值逐渐降低，a 值逐渐升高，且色度值的变化幅度基本一致，但 b 值无明显的变化规律。

2.5 综合评分法优选狗脊炮制时间 根据文献[12]，以原儿茶酸和原儿茶醛的含有量为评价指标，在数据处理时引用综合指标“隶属度”，即指

标隶属度 = ( 指标值 - 指标最小值 ) / ( 指标最大值 - 指标最小值 ) ； 综合评分值 = 原儿茶酸隶属度 × 0.5 + 原儿茶醛隶属度 × 0.5，计算各样品的综合评分值。结果见表 6~7。

表 6 熟狗脊样品综合评分

Tab. 6 Comprehensive scores of steamed *C. barometz* samples

| 炮制时间/h | 原儿茶酸/(mg·g <sup>-1</sup> ) | 原儿茶酸隶属度 | 原儿茶醛/(mg·g <sup>-1</sup> ) | 原儿茶醛隶属度 | 综合评分值 |
|--------|----------------------------|---------|----------------------------|---------|-------|
| 0      | 0.090 8                    | 0.00    | 0.013 7                    | 0.00    | 0.00  |
| 0.5    | 0.095 6                    | 0.03    | 0.019 8                    | 0.04    | 0.04  |
| 1.0    | 0.103 9                    | 0.08    | 0.038 5                    | 0.18    | 0.13  |
| 1.5    | 0.110 3                    | 0.11    | 0.060 8                    | 0.34    | 0.23  |
| 2.0    | 0.145 5                    | 0.32    | 0.069 1                    | 0.40    | 0.36  |
| 3.0    | 0.162 1                    | 0.42    | 0.074 3                    | 0.44    | 0.43  |
| 4.0    | 0.212 5                    | 0.71    | 0.105 4                    | 0.67    | 0.69  |
| 5.0    | 0.225 3                    | 0.79    | 0.117 2                    | 0.75    | 0.77  |
| 6.0    | 0.261 1                    | 1.00    | 0.151 1                    | 1.00    | 1.00  |
| 7.0    | 0.197 4                    | 0.63    | 0.144 0                    | 0.95    | 0.79  |
| 8.0    | 0.162 0                    | 0.42    | 0.122 0                    | 0.79    | 0.60  |

表 7 烫狗脊样品综合评分

Tab. 7 Comprehensive scores of stir-fried *C. barometz* samples

| 炮制时间/min | 原儿茶酸/(mg·g <sup>-1</sup> ) | 原儿茶酸隶属度 | 原儿茶醛/(mg·g <sup>-1</sup> ) | 原儿茶醛隶属度 | 综合评分值 |
|----------|----------------------------|---------|----------------------------|---------|-------|
| 0        | 0.090 8                    | 0.00    | 0.013 7                    | 0.00    | 0.00  |
| 3        | 0.138 7                    | 0.03    | 0.041 6                    | 0.20    | 0.12  |
| 6        | 0.203 6                    | 0.08    | 0.062 1                    | 0.35    | 0.22  |
| 9        | 0.411 9                    | 0.22    | 0.087 6                    | 0.54    | 0.38  |
| 12       | 0.634 2                    | 0.38    | 0.120 8                    | 0.78    | 0.58  |
| 15       | 1.014 1                    | 0.64    | 0.137 9                    | 0.90    | 0.77  |
| 18       | 1.292 8                    | 0.84    | 0.151 1                    | 1.00    | 0.92  |
| 21       | 1.342 6                    | 0.87    | 0.145 1                    | 0.96    | 0.91  |
| 24       | 1.469 2                    | 0.96    | 0.140 8                    | 0.93    | 0.94  |
| 27       | 1.525 0                    | 1.00    | 0.123 6                    | 0.80    | 0.90  |
| 30       | 1.423 2                    | 0.93    | 0.120 6                    | 0.78    | 0.85  |
| 33       | 1.281 3                    | 0.83    | 0.106 4                    | 0.67    | 0.75  |
| 36       | 1.213 0                    | 0.78    | 0.106 4                    | 0.67    | 0.73  |
| 39       | 1.010 8                    | 0.64    | 0.093 6                    | 0.58    | 0.61  |

由表 6 可知，熟狗脊蒸制 6 h 时，综合评分值最大为 1.00；由表 7 可知，烫狗脊炒制 24 min 时，综合评分值最大为 0.94。因此，熟狗脊的最佳蒸制时间为 6 h；烫狗脊的最佳炒制时间为 24 min。

2.6 成分含有量与色度值相关性分析 利用 SPSS

20.0 软件对熟狗脊（蒸制时间 0~6 h）、烫狗脊（砂烫时间 0~39 min）饮片 3 种成分与其色度值进行 Pearson 相关性分析，以各成分的含有量为自变量（X），色度值（L、a）为因变量（Y），进行线性回归，结果见表 8~9。

表 8 狗脊饮片蒸制过程中各成分含有量与饮片色度值相关性

Tab. 8 Correlation between the content of various constituents and chromaticity values of *C. barometz* during steaming process

| 成分      | 时间/h | 色度值 | 调整 R 方 | 估计标准误差 | 回归方程              |
|---------|------|-----|--------|--------|-------------------|
| 5-羟甲基糠醛 | 0~6  | L   | 0.954  | 0.840  | Y= 53.049-12.946X |
|         |      | a   | 0.880  | 0.628  | Y= 10.736+5.796X  |
| 原儿茶酸    | 0~6  | L   | 0.964  | 0.737  | Y= 56.015-58.431X |
|         |      | a   | 0.899  | 0.576  | Y= 9.390+26.276X  |
| 原儿茶醛    | 0~6  | L   | 0.963  | 0.747  | Y= 52.975-83.078X |
|         |      | a   | 0.946  | 0.419  | Y= 10.696+38.217X |

表 9 狗脊饮片砂烫过程中各成分含有量与饮片色度值相关性

Tab. 9 Correlation between the content of various constituents and chromaticity values of *C. barometz* during stir-frying process

| 成分      | 时间/min | 色度值 | 调整 R 方 | 估计标准误差 | 回归方程                |
|---------|--------|-----|--------|--------|---------------------|
| 5-羟甲基糠醛 | 0~18   | L   | 0.842  | 2.755  | $Y=54.378-1.631X$   |
|         |        | a   | 0.906  | 0.459  | $Y=11.073+0.363X$   |
|         | 18~39  | L   | 0.938  | 0.663  | $Y=23.234+1.205X$   |
|         |        | a   | 0.969  | 0.261  | $Y=21.134-0.680X$   |
| 原儿茶酸    | 0~27   | L   | 0.927  | 1.868  | $Y=55.130-15.426X$  |
|         |        | a   | 0.916  | 0.432  | $Y=10.991+3.213X$   |
|         | 27~39  | L   | 0.860  | 0.679  | $Y=18.200+8.678X$   |
|         |        | a   | 0.935  | 0.290  | $Y=24.847-5.615X$   |
| 原儿茶醛    | 0~18   | L   | 0.860  | 2.590  | $Y=58.114-126.538X$ |
|         |        | a   | 0.904  | 0.464  | $Y=10.266+27.880X$  |
|         | 18~39  | L   | 0.929  | 0.714  | $Y=15.596+124.783X$ |
|         |        | a   | 0.933  | 0.384  | $Y=25.345-69.622X$  |

相关性分析结果表明，以上各组方差分析的显著性值均小于 0.01，表明建立的线性关系回归模型具有极显著的统计学意义。调整 R 方均大于 0.8，表明 5-羟甲基糠醛、原儿茶酸、原儿茶醛含有量与色度值有较强或极强的相关性，初步判断模型拟合度较好。在 3 种成分含有量上升阶段，色度值 a 与含有量呈正相关，当含有量达最高值后，随着炮制程度的进一步加深，含有量降低，色度值 a 与含有量呈负相关；色度值 L 值反之。

2.7 色度值波动范围确定 Lab 色彩理论系统中，样品颜色总色值（ $E$ ）表达，公式为  $E=（L^2+a^2+b^2）^{1/2}$ ，样品的颜色变化色差（ $\Delta E$ ）=（ $\Delta L^2+\Delta a^2+\Delta b^2$ ） $^{1/2}$ ，色差越大表示样品与对照样品色值相差越大，其值为 6~12 个色差单位时，其色差可被人眼识别<sup>[13]</sup>。

按照综合评分法优选的炮制工艺对收集的 10 批样品进行炮制，按“2.2”项下方法测定饮片的色度值；取各炮制品约 2 g，以等量递增法等量混合，得到混合样品，以该混合样品作为“基准炮制品”，测定其色度值，并计算 10 批炮制品同基准炮制品的色差，结果见表 10~11。

根据 10 批炮制品混合样品得基准炮制品，各炮制品与基准炮制品的最大色差值即为所允许的色差波动范围，熟狗脊基准炮制品色度值  $E_{熟狗脊}$  为  $L=42$ ， $a=16$ ， $b=34$ ，允许的熟狗脊最大色差  $\Delta E_{熟狗脊}$  为 3.6；烫狗脊基准炮制品色度值  $E_{烫狗脊}$  为  $L=32$ ， $a=15$ ， $b=31$ ，允许的烫狗脊最大色差  $\Delta E_{烫狗脊}$  为 4.1。

3 讨论

原儿茶酸-3-*O*-糖苷在狗脊生品中普遍存在，在加热和酸性条件下，分解为原儿茶酸和糖<sup>[14]</sup>。

表 10 10 批熟狗脊色度值与基准炮制品的色差

Tab. 10 Chromatic aberration between the steaming products and standard products

| 编号       | 色度值 |     |     | $\Delta E$ |
|----------|-----|-----|-----|------------|
|          | $L$ | $a$ | $b$ |            |
| 1        | 40  | 16  | 32  | 2.8        |
| 2        | 41  | 16  | 34  | 1.0        |
| 3        | 39  | 15  | 33  | 3.3        |
| 4        | 39  | 16  | 34  | 3.0        |
| 5        | 41  | 15  | 35  | 1.7        |
| 6        | 39  | 16  | 32  | 3.6        |
| 7        | 42  | 17  | 35  | 1.4        |
| 8        | 42  | 16  | 33  | 1.0        |
| 9        | 43  | 17  | 32  | 2.4        |
| 10       | 41  | 15  | 35  | 1.7        |
| 熟狗脊基准炮制品 | 42  | 16  | 34  | -          |

表 11 10 批烫狗脊色度值与基准炮制品的色差

Tab. 11 Chromatic aberration between the stir-frying products and standard products

| 编号       | 色度值 |     |     | $\Delta E$ |
|----------|-----|-----|-----|------------|
|          | $L$ | $a$ | $b$ |            |
| 1        | 32  | 15  | 30  | 1.0        |
| 2        | 34  | 16  | 32  | 2.4        |
| 3        | 31  | 16  | 31  | 1.4        |
| 4        | 35  | 17  | 33  | 4.1        |
| 5        | 32  | 16  | 30  | 1.4        |
| 6        | 35  | 15  | 32  | 3.2        |
| 7        | 33  | 15  | 31  | 1.0        |
| 8        | 34  | 17  | 30  | 3.0        |
| 9        | 33  | 16  | 34  | 3.3        |
| 10       | 32  | 15  | 32  | 1.0        |
| 烫狗脊基准炮制品 | 32  | 15  | 31  | -          |

炮制后原儿茶酸、原儿茶醛含有量增加，有利于增强狗脊抗炎、镇痛、活血作用，祛风湿作用，故本研究以该 2 种成分含有量为指标，采用综合评分法对熟狗脊、烫狗脊的炮制时间进行优选，保证药品的有效性；狗脊中的葡萄糖、果糖等单糖化合物在

高温或弱酸条件下发生脱水反应，生成 5-羟甲基糠醛，随着炮制加深，5-羟甲基糠醛进一步分解为甲酸和乙酰丙酸<sup>[15]</sup>，5-羟甲基糠醛具有抗氧化、抗组织缺血等作用，还有刺激性、肾毒性等严重不良反应，2015 年版《中国药典》对葡萄糖注射液的质量检测中，5-羟甲基糠醛被当作有害物质加以限量控制<sup>[16]</sup>，由于 5-羟甲基糠醛在砂烫中含有量增加的幅度远高于蒸制，比原药材分别增加 68.9、7.2 倍，基于用药的安全考虑，建议对 5-羟甲基糠醛的含有量做限度规定，具体限度有赖于结合进一步药理学研究结果确定。

炮制过程中饮片粉末颜色加深，由黄色逐渐变为深棕色和褐色，L 值数值减小，a 值增大，颜色的加深可能与其所含的羰基化合物（糖类成分）和氨基化合物（氨基酸和蛋白质）在炮制过程中发生的梅拉德反应有关，最终生成深棕色或黑色的物质<sup>[17]</sup>。饮片色度值的变化与含有量有较强的相关性，可在一定程度上反映饮片的炮制程度，因此，本实验在研究含有量与色度值的相关性的基础上，按照最佳炮制工艺进一步制备基准炮制品，炮制品与基准炮制品的最大色差值，即允许的色差波动范围，可作为在线监控狗脊饮片炮制程度的指标之一，以便快速、客观地评价炮制品质量。

参考文献：

[ 1 ] 赵敏杰, 鞠成国, 林桂梅, 等. 狗脊不同炮制品的抗炎作用及其机制研究[J]. 中成药, 2015, 37(9): 1990-1993.

[ 2 ] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2015 年版一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 224-225.

[ 3 ] 饶春晖, 陆森炯, 杨 燕. 原儿茶酸对金黄色葡萄球菌性肺炎模型小鼠的保护作用及相关机制研究[J]. 浙江中西医结合杂志, 2018, 28(11): 911-915; 987-988.

[ 4 ] 宁巧庆, 刘 爽, 李亚晨, 等. 原儿茶酸对 1-甲基-4-苯基吡啶离子损伤中脑多巴胺能神经元保护作用研究[J]. 中草药, 2016, 47(14): 2497-2501.

[ 5 ] 陈益耀, 陈 轶, 何周桃, 等. 原儿茶酸、白杨素对非酒精性脂肪肝细胞模型的抗氧化作用[J]. 中西医结合肝病杂志, 2018, 28(5): 294-296; 322.

[ 6 ] 张翠英, 郭丽丽, 王 阶. 原儿茶醛的药理研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志, 2013, 19(23): 338-342.

[ 7 ] 赵 玲, 陈建平, 李 琳, 等. 5-羟甲基糠醛抗氧化性及其抗细胞增殖活性的研究[J]. 现代食品科技, 2013, 29(11): 2638-2642.

[ 8 ] Zhang J H, Di Y, Wu L Y, *et al.* 5-HMF prevents against oxidative injury via APE/Ref-1[J]. *Free Radic Res*, 2015, 49(1): 86-94.

[ 9 ] Uubricht R J, Northup S J, Thomas J A. A review of 5-hydroxymethylfurfural in parenteral solutions[J]. *Fundam Appl Toxicol*, 1984, 4(5): 843-853.

[10] Bauer-marinovic M, Taugner F, Florian S, *et al.* Toxicity studies with 5-hydroxymethylfurfural and its metabolite 5-sulphooxymethyl furfural in wild-type mice and transgenic mice expressing human sulphotransferases 1A1 and 1A2[J]. *Arch Toxicol*, 2012, 86(5): 701-711.

[11] 张宏建. Lab 色彩模式在图像处理中的应用[J]. 福建电脑, 2011, 27(1): 146-147.

[12] 陈会英, 周衍平. 综合评分法的改进与应用[J]. 农业系统科学与综合研究, 1996, 12(1): 37-41.

[13] 张 雪, 李晓庆, 王 云, 等. 焦栀子炒制过程中 HPLC 图谱变化与外观颜色的动态关联研究[J]. 中草药, 2018, 49(17): 4029-4037.

[14] 白桐菲. 狗脊及炮制品化学成分研究[D]. 沈阳: 辽宁中医药大学, 2008.

[15] 董喜恩, 蒋 锋, 罗根祥. 糖类脱水生成 5-羟甲基糠醛的研究进展[J]. 化工中间体, 2010, 6(2): 17-22.

[16] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2015 年版二部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 1270.

[17] 许 枬, 贾天柱. 烫狗脊炮制过程的化学反应及产物研究[J]. 中国中药杂志, 2011, 36(15): 2066-2070.