

- 优化及其体外抗炎活性[J]. 中成药, 2018, 40(2): 331-335.
- [9] 杜银香, 张建伟, 胡泽华, 等. 华中桉骨叶总黄酮超声提取工艺的优化及其抑菌作用[J]. 中成药, 2019, 41(9): 2200-2203.
- [10] 朱 丽, 黄 松, 林 吉, 等. 蒲葵子总黄酮提取工艺的优化及其体外抗肿瘤活性[J]. 中成药, 2018, 40(9): 1959-1964.
- [11] Shah M, Parveen Z, Khan M R. Evaluation of antioxidant, anti-inflammatory, analgesic and antipyretic activities of the stem bark of *Sapindus mukorossi* [J]. *BMC Complement Altern Med*, 2017, 17: 526.
- [12] Lee C H, Park J H, Cho J H, et al. Effect of *Oenanthe javanica* extract on antioxidant enzyme in the rat liver[J]. *Chin Med J (Engl)*, 2015, 128(12): 1649-1654.
- [13] Hwang S J, Park S J, Kim J D. Component analysis and antioxidant activity of *Oenanthe javanica* extracts[J]. *Korean J Food Sci Technol*, 2013, 45(2): 227-234.
- [14] 刘威良, 黄艾祥. 黄酮类化合物抗疲劳作用研究进展[J]. 热带农业科学, 2019, 39(2): 81-90.
- [15] 燕晓婷, 陈华国, 周 欣. 黄酮类化合物抗类风湿关节炎作用及机制研究进展[J]. 天然产物研究与开发, 2019, 31(6): 1101-1108.
- [16] 陈 迪, 方莲花, 杜冠华. 黄酮类化合物抗肺动脉高压的研究进展[J]. 中国药理学通报, 2019, 35(3): 297-300.
- [17] 程艳刚, 李国艳, 谭金燕, 等. 黄酮类化合物抗心肌缺血作用机制研究进展[J]. 辽宁中医药大学学报, 2018, 20(6): 82-85.
- [18] 柯春林, 任茂生, 王 娣, 等. 黄酮化合物抗菌机理的研究进展[J]. 食品工业科技, 2015, 36(2): 388-391.
- [19] 魏良柱, 李筱玲. 黄酮类化合物药理活性研究进展[J]. 陕西农业科学, 2014, 60(12): 52-56.
- [20] 杨 楠, 贾晓斌, 张振海, 等. 黄酮类化合物抗肿瘤活性及机制研究进展[J]. 中国中药杂志, 2015, 40(3): 373-381.
- [21] 翁竞玉, 陈 俊, 刘坤玲, 等. 天然黄酮类化合物防治糖尿病肾病的研究进展[J]. 药学研究, 2018, 37(10): 593-596.
- [22] 曹稳根, 段 红, 翟科峰, 等. 野生豆腐柴叶总黄酮抗氧化活性研究[J]. 滁州学院学报, 2016, 18(5): 40-43.
- [23] 任顺成, 陈雅妮. 玉米须黄酮分级萃取及其抗氧化活性研究[J]. 河南工业大学学报(自然科学版), 2014, 35(2): 16-20.
- [24] 袁茹楠, 胡浩斌, 韩舜禹, 等. 响应面法优化超声-微波提取甘草渣总黄酮工艺[J]. 中成药, 2017, 39(3): 504-508.
- [25] 田佳琦, 徐艳阳, 宋勃欣, 等. 纤维素酶-超声辅助提取玉米须槲皮素工艺优化[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(4): 1667-1673.
- [26] 何兰香, 丁 科, 谢明华, 等. 酶法-超声提取黄精总黄酮及其抗氧化活性研究[J]. 中国现代应用药学, 2019, 36(9): 1075-1080.

阿胶脆性的客观表征

孙阳恩^{1,2}, 李 丽², 金玉翠², 于学龙², 张雅丽², 王春艳², 刘海滨², 张 淹^{2*}

(1. 山东中医药大学, 山东省中医经典名方协同创新中心, 山东 济南 250355; 2. 东阿阿胶股份有限公司, 国家胶类中药工程技术研究中心, 山东 聊城 252201)

摘要: 目的 对阿胶脆性进行客观表征。方法 采用物性测试仪考察压缩模式、穿刺模式、三点弯曲模式, 并优化相关参数, 以筛选阿胶脆性的测试模式和参数。结果 阿胶最佳脆性检测模式为三点弯曲, 最佳条件为测前速率 1 mm/s, 测后速率 10 mm/s, 测试速率 0.5 mm/s, 支点间距 5 cm, 最佳表征参数为脆裂应力。结论 该方法可实现阿胶脆性的精确量化表征评价, 能为该药材品质评价分级及生产工艺优化提供参考。

关键词: 阿胶; 脆性; 物性测试仪

中图分类号: R943

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2020)11-2845-04

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2020.11.004

收稿日期: 2019-09-04

基金项目: 国家重点研发计划项目(2018YFC170246); 山东省重大科技创新工程项目(2019JZZY020907); 泰山产业领军人才工程专项经费资助项目(TSCY 20180234); 山东省中医经典名方协同创新中心资助项目(2018KFY03)

作者简介: 孙阳恩(1986—), 男, 硕士, 工程师, 从事中药研发工作。Tel: (0635) 3261967, E-mail: sunyangen@126.com

* **通信作者:** 张 淹(1976—), 男, 硕士, 副主任中药师, 从事中药研发工作。Tel: (0635) 3261967, E-mail: DCP_DEEJ@163.com

Objective characterization of brittleness for *Asini Corii Colla*

SUN Yang-en^{1,2}, LI Li², JIN Yu-cui², YU Xue-long², ZHANG Ya-li², WANG Chun-yan²,
LIU Hai-bin², ZHANG Yan^{2*}

(1. Shandong Provincial Collaborative Innovation Center for Classic TCM Prescriptions, Shandong University of Traditional Chinese Medicine, Jinan 250355, China; 2. National Engineering and Technology Research Center for Gelatin-based Traditional Chinese Medicine, Dong-E-E-Jiao Co., Ltd., Liaocheng 252201, China)

KEY WORDS: *Asini Corii Colla*; brittleness; texture analyser

性状为中药品质的综合体现,可有效反映中药品种、产地、工艺、道地性等方面的差异,其中“辨状论质”鉴别方法在其品质评价中具有重要作用,但这种传统感官评价手段对中药材及饮片形状、色泽、气味、质地的区分辨识易受外在因素及个体差异影响。因此,开发中药性状客观化、标准化的表征方法对其品质评价和质量控制具有重要意义^[1-2]。

阿胶是一味传统的补血中药,首载于《神农本草经》,被列为上品,在临床上有着很高的应用价值,其性平,味甘,归肺、肝、肾经,具有补血、滋阴、润肺、止血功效,素有“补血圣药”之美誉^[3-6]。该药材生产工艺具有悠久的历史,包括焯皮、化皮、炼胶、凝胶、切胶、晾胶、擦胶等诸多工序,原料品质及提取加工对其质量的优劣至关重要,而最直观的品质表现为外在性状^[7]。2015年版《中国药典》一部阿胶质量标准项下对其性状指标进行了描述,规定合格品的质地应“质硬而脆”,但目前尚无客观量化的表征评价方法^[8]。因此,本实验采用物性分析仪表征阿胶脆性,建立相关量化检测方法,以期为该药材品质评价标准的提升和制备工艺技术的优化提供参考。

1 材料

东阿阿胶(东阿阿胶股份有限公司,国药准字Z37021368),经东阿阿胶股份有限公司李士栋高级工程师鉴定为正品。TA.XT-plus 100物性测试仪(英国Stable Micro System公司,力量感应元100 kg);电子游标卡尺(日本Mitutoyo公司,精度±0.02 mm)。

2 方法与结果

2.1 模式实验筛选

2.1.1 压缩模式实验 将待测样品置于测试台正中央,选取P50、P4、P2柱形探头进行压缩模式质构测试实验,设置基本参数为方法模式Compression;触发力5 g;测前速率1 mm/s;测试速率

0.1 mm/s;测后速5 mm/s。结果,由于阿胶硬度极高,3种柱形探头在低速下压(0.1 mm/s)过程中均会发生超载,无法将胶块压缩至破裂,而且探头下压速度越快,冲击力越大,越容易发生超载,故压缩模式不适用于高硬度的阿胶块质构测试。

2.1.2 穿刺模式实验 采用P/2N针形探头进行穿刺模式质构测试实验,设置基本参数为方法模式Compression;触发力5 g;测前速率1 mm/s;测试速率0.5 mm/s;测后速率5 mm/s;下压距离4 mm。结果,由于探头接触面积小,故相同压力下穿刺模式可产生更大的压强,而且探头刺入胶块至一定深度后,胶块会以穿刺点为中心产生断裂,穿刺模式曲线见图1,可知探头接触胶块时随着下压距离增加,受力不断升高,当达到胶块碎裂点后迅速归零。综上所述,穿刺模式可用于阿胶块的质构分析,但它仅能表征单个点,整体代表性较差,对脆性差异性的敏感度也较低。

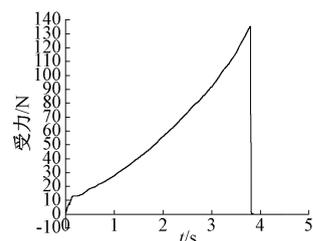


图1 穿刺模式曲线

Fig. 1 Curve for puncturing pattern

2.1.3 三点弯曲模式实验 采用特制的平台和3PB三点弯曲探头,将平台上2个支撑点调整到合适位置以支撑样品长度,然后将其安装到仪器底座上并调整位置,使探头对准平台中心,将胶块平行放置于支撑平台上后进行测试,设置基本参数为支点间距5 cm;方法模式Compression;触发力5 g;测前速率1 mm/s;测试速率0.5 mm/s;测后速率10 mm/s;下压距离4 mm,三点弯曲典型质构特性曲线见图2,可知探头与胶块垂直接触后随着其下

压距离增加, 压力不断升高, 直至胶块在弯折力下发生瞬间断裂。由于在三点弯曲模式下探头与胶块的接触面积较大, 整体代表性强, 故本实验选择其进行后续研究。

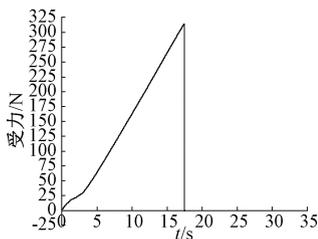


图2 三点弯曲模式典型质构特性曲线

Fig. 2 Typical texture characteristic curve for three-point bending pattern

2.2 测试条件筛选

2.2.1 采集速率 阿胶块硬度较大, 在测试过程中会瞬时断裂, 时间非常短。因此, 选择最大数据采集速率, 即 500 包/s, 以尽可能采集到更多的受力变化细节。

2.2.2 脆性表征参数 通过三点弯曲质构曲线分析, 可得到最大断裂力 F (N)、断裂距离 D (即断裂时探头的下压距离, mm)。采用游标卡尺测量样品尺寸, 计算脆裂应力 σ 、脆裂应变 ε , 公式分别为 $\sigma = 3FL/2bh^2$ 、 $\varepsilon = 6hD/L^2$, 其中 L 为平台支点间距 (mm), b 为样品宽度 (mm), h 为样品厚度 (mm)。再通过 TA-Plus 软件计算曲线下面积, 用于表示脆裂功。

2.2.3 测前速率 设置探头测前速率为 0.1、0.5、1.0、1.5、2.5 mm/s, 平行测定 5 次。结果, 不同测前速率下脆裂应力、脆裂应变、脆裂功无明显差异 ($P > 0.05$), 本实验选择 1.0 mm/s。

2.2.4 测试速率 设置探头测试速率为 0.1、0.2、0.3、0.5、1.0 mm/s, 平行测定 5 次, 结果见图 3~4。由此可知, 随着测试速率增大脆裂应力、脆裂应变升高, 脆裂功降低, 在 0.5~1.0 mm/s 时三者较稳定, 本实验选择 0.5 mm/s。

2.2.5 支点间距 设置支点间距为 2、3、4、5 cm, 平行测定 5 次, 结果见图 5~6。由此可知, 支点间距小于 2 cm 时脆裂应力、脆裂应变、脆裂功稳定性不理想, 在 4~5 cm 时三者较稳定, 本实验选择 5 cm。

2.2.6 测后速率 当探头压力降低使胶块断裂后, 会与后者脱离接触, 不再产生有效数据, 探头在返回过程中也没有力的作用。为了缩短检测时间, 本

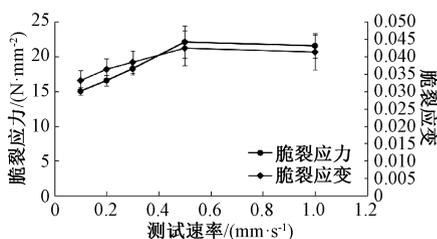


图3 测试速率对脆裂应力、脆裂应变的影响

Fig. 3 Effects of test rate on embrittlement stress and embrittlement strain

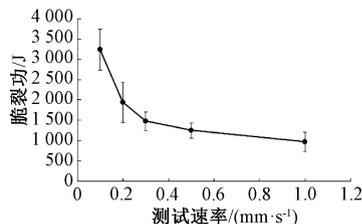


图4 测试速率对脆裂功的影响

Fig. 4 Effect of test rate on embrittlement work

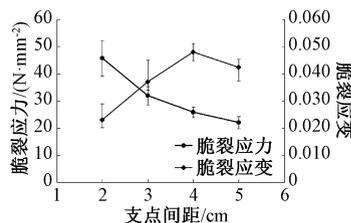


图5 支点间距对脆裂应力、脆裂应变的影响

Fig. 5 Effects of fulcrum distance on embrittlement stress and embrittlement strain

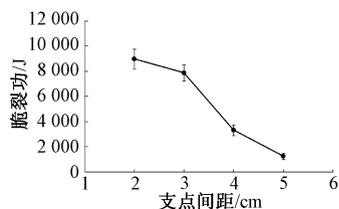


图6 支点间距对脆裂功的影响

Fig. 6 Effect of fulcrum distance on embrittlement work

实验选择测后速率为 10 mm/s, 在样品批量连续检测时可有效提高效率。

2.3 阿胶脆性评价

2.3.1 传统感官评价 感官评价测试在专用感官评价实验室中开展, 选择 10 名有丰富阿胶评价经验的专业技术人员组成评定小组, 对 5 批样品随机编号, 每批评价 3 次, 并保证独立进行, 互不干扰。采用传统的“一拍即碎”感知方法, 即手持胶块在硬质台面拍击, 观察其碎裂情况, 评价标准采用 9 分制评分法, 评价内容分为碎裂用力、碎裂

声音、碎裂程度，其中碎裂用力为手持胶块将胶块拍碎时的用力，所需力量最小为1分，最大为9分；碎裂声音为胶块撞击台面发生碎裂时的声音，声音最清脆为1分，最低沉为9分；破碎性为胶块拍击后的碎裂程度，碎片最多为1分，仅2块为9分，感官评价综合评分 = (碎裂用力评分 + 碎裂声音评分 + 碎裂程度评分) / 3，综合评分越小，阿胶脆性越大。结果，5批样品综合评分分别

为(3.07±0.55)、(1.87±0.51)、(4.87±0.38)、(5.53±0.18)、(8.53±0.30)分，即样品2脆性最大，样品5脆性最小。

2.3.2 三点弯曲模式实验评价 测定5批样品脆裂应力、脆裂应变、脆裂功，通过SPSS 11.0软件进行统计学处理，组间分析采用多重比较，结果见表1。由此可知，各批样品3种参数比较，差异均有统计学意义(P<0.05)。

表1 三点弯曲模式实验结果 ($\bar{x} \pm s, n=5$)

Tab. 1 Results for three-point bending pattern tests ($\bar{x} \pm s, n=5$)

参数	样品1	样品2	样品3	样品4	样品5
脆裂应力/(N·mm ⁻²)	2.872±0.407 ^a	1.532±0.119 ^b	12.231±2.223 ^c	11.762±0.802 ^c	29.731±2.631 ^d
脆裂应变	0.013±0.005 ^a	0.017±0.005 ^a	0.019±0.001 ^b	0.024±0.002 ^c	0.021±0.004 ^b
脆裂功/J	3 908.105±47.035 ^a	274.678±40.699 ^b	1 315.061±159.137 ^c	2 328.421±322.976 ^a	9 825.931±803.439 ^d

注:同一种参数不同小写字母表示它们之间有显著性差异(P<0.05)。

2.3.3 相关性分析 表2显示，“2.3.1”项下感官评价综合评分与“2.3.2”项下脆裂应力、脆裂应变、脆裂功均具有一定相关性，其中与脆裂应力之间的Pearson相关系数最高(0.979)，即该参数为阿胶脆性的最佳表征指标。

表2 相关性分析结果

Tab. 2 Results of correlation analysis

参数	感官评价综合评分	脆裂应力	脆裂应变	脆裂功
感官评价综合评分	1	—	—	—
脆裂应力	0.979	1	—	—
脆裂应变	0.646	0.587	1	—
脆裂功	0.816	0.838	0.173	1

3 讨论

以中药性状来鉴别其品质是重要的传统经验，其中“辨状论质”法具有科学性和实用性，是中药质量的重要评价指标^[9-11]，但其主观性较强、易受环境、评价人员情绪、健康状况等因素影响，而且需要专业评审员，对感官评价人员的经验要求较高，无法准确量化，可能影响产品质量的进一步提升和有效控制^[12-13]。

正品阿胶应具有合适的脆性，以颜色乌黑、光亮、透明、无腥臭气、经夏不软者为佳^[14-15]。本实验采用物性测试仪建立了阿胶脆性的客观表征方法，确定最佳脆性检测模式为三点弯曲；最佳条件为测前速率1 mm/s，测后速率10 mm/s，测试速率0.5 mm/s，支点间距5 cm；最佳表征参数为脆裂应力，该方法稳定可行，重复性好，对该药材性状品质的综合评价、分级区分，以及生产工艺稳定性的提升具有良好的指导价值。但阿胶脆性受制作原料、生产加工工艺、厚度、贮存时间等影响，它与上述因素的关联性仍需作进一步研究。

参考文献:

- [1] 拱健婷, 赵丽莹, Rudolf Bauer, 等. “辨状论质”看中药材苦杏仁走油[J]. 中国中药杂志, 2016, 41(23): 4375-4381.
- [2] 秦雪梅, 孔增科, 张丽增, 等. 中药材“辨状论质”解读及商品规格标准研究思路[J]. 中草药, 2012, 43(11): 2093-2098.
- [3] 吴海燕, 孙佳明, 张 辉. 阿胶的研究进展[J]. 吉林中医药, 2016, 36(1): 57-60.
- [4] 陈慧慧, 冯明建, 朱海芳, 等. 阿胶药理研究进展[J]. 中国药物评价, 2014, 31(1): 23-26.
- [5] 毛跟年, 郭 倩, 瞿建波, 等. 阿胶化学成分及药理作用研究进展[J]. 中国畜牧兽医文摘, 2010, 26(6): 56.
- [6] 张 喆, 胡晶红, 李 佳, 等. 阿胶基本属性管见[J]. 中成药, 2014, 36(9): 2000-2001.
- [7] 秦明春, 王若光. 中药阿胶的开发研究进展[J]. 中医药导报, 2007, 13(5): 102-104.
- [8] 祝之友. 生、制阿胶的鉴别要点[J]. 中国中医药现代远程教育, 2016, 14(11): 139.
- [9] 杜 丹, 蒋 森, 刘 海. “辨状论质”发微[J]. 中药与临床, 2012, 3(6): 6-8.
- [10] 李文敏, 吴纯洁, 艾 莉, 等. 基于电子鼻、电子舌技术实现中药性状气味客观化表达的展望[J]. 中成药, 2009, 31(2): 282-284.
- [11] 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.
- [12] 姜 松, 贾 瑜, 石吉勇, 等. 韧性饼干脆性评价方法的研究[J]. 食品科学, 2010, 31(15): 60-63.
- [13] 胥 敏, 杨诗龙, 李欣逸, 等. 基于性状客观化的五种芸香科中药鉴别研究[J]. 中药与临床, 2015, 6(6): 1-4; 7.
- [14] 朱建梅. 浅谈阿胶的现代应用[J]. 内蒙古中医药, 2013, 32(5): 50-51.
- [15] 李庆余. 阿胶生产质量问题浅谈[J]. 中药通报, 1982, 7(4): 24-25.