

基于多指标量化表征的厚朴润制过程研究

叶丽芳^{1,2}, 马志国^{1,2,3}, 张英^{1,2,3},
廖鹏程⁴, 黄天赐⁴, 付伟⁴, 曹晖^{1,2,3*}, 吴孟华^{1,2,3*}

¹暨南大学岭南传统中药研究中心, 广州 511400; ²广东省中医药信息化重点实验室, 广州 510632;

³国家中药现代化工程技术研究中心岭南资源分中心, 广州 511400; ⁴九州天润中药产业有限公司, 武汉 430050

摘要: 中药润制讲求“少泡多润, 药透水尽”, 润制过程中水分渗透与药材质构的变化可体现在吸水率、水分相态、硬度、压缩循环功、指标成分含量等多个指标的变化。该文采用现代分析技术直观量化地表征厚朴润制过程中水分、质构特性的变化, 旨在揭示厚朴润制传统经验的科学内涵。采用吸水率变化曲线评价吸水过程, 采用低场核磁共振与成像技术分析水的相态及分布状态变化, 采用质构仪测定质构特性变化, 采用 HPLC 法测定指标成分含量变化。结果表明, 吸水率随润制温度的升高而升高, 随厚朴重量和长度的增加而降低; 厚朴润制过程中水分由外向内逐渐渗入, 结合水和自由水比例不断变化, 8 h 内结合水比例由 92.82% 减少到 56.00%, 自由水比例由 7.180% 增加到 44.00%; 低场核磁共振成像表明润制 8 h 后水分已均匀分布整个药材, 此时内部已无干心; 质构特性分析发现, 硬度和压缩功随着润制时间的增加不断减小, 从 0 h 至 8 h, 硬度由 2 859 g 减少至 569 g, 压缩循环功由 130 300 kJ 减少至 31 900 kJ, 润制 8 h 时药材软硬适中; 随着润制时间的延长, 和厚朴酚含量逐渐下降, 表明润制时间越长, 有效成分流失越多。该研究可为阐释厚朴润制传统经验的科学内涵提供数据支持, 并为其他皮类药材润制提供参考借鉴。

关键词: 厚朴; 润制; 多指标量化; 吸水率变化曲线; 低场核磁共振; 质构特性

中图分类号: R932

文献标识码: A

文章编号: 1001-6880(2022)10-1746-09

DOI: 10.16333/j.1001-6880.2022.10.013

Moistening process study of *Magnoliae Officinalis* Cortex based on quantitative characterization of multiple indicators

YE Li-fang^{1,2}, MA Zhi-guo^{1,2,3}, ZHANG Ying^{1,2,3},
LIAO Peng-cheng⁴, HUANG Tian-ci⁴, FU Wei⁴, CAO Hui^{1,2,3*}, WU Meng-hua^{1,2,3*}

¹Research Center for Traditional Chinese Medicine of Lingnan (Southern China), Jinan University, Guangzhou 511400, China; ²Guangdong Key Lab of Traditional Chinese Medicine Information Technology, Guangzhou 510632, China; ³National Engineering Research Center for Modernization of Traditional Chinese Medicine Lingnan Resources Branch, Guangzhou 511400, China;

⁴Jiuzhou Tianrun Traditional Chinese Medicine Industry Co., Ltd., Wuhan 430050, China

Abstract: The moistening process is an important step of processing Chinese medicinal materials. It should be less soaking and more moistening, and when the Chinese medicinal materials is soaked, the water should just run out. The water permeability and the changes of texture of medicinal materials during the moistening process will be reflected in the changes of multiple indicators such as water absorption, water phase, hardness, compression cycle work, and index component content. In this paper, modern analytical techniques are used to intuitively and quantitatively characterize the changes of moisture and texture characteristics in the moistening process of *Magnoliae Officinalis* Cortex, in order to reveal the scientific connotation of traditional experience of moistening process of *Magnoliae Officinalis* Cortex. The water absorption kinetics curve was used to evaluate the dynamic change of water absorption. The phase and distribution of water were analyzed by using low field nuclear mag-

收稿日期: 2022-01-10 接受日期: 2022-08-08

基金项目: 国家重点研发计划(2019YFC1711500); 国家自然科学基金(82074015); 广东省中医药信息化重点实验室项目(2021B1212040007)

* 通信作者 Tel: 86-20-85223784; E-mail: zyfxwmh@163.com, kovhuicao@aliyun.com

netic resonance and imaging technology. The texture characteristics were measured with texture analyzer. The content of index components was determined by HPLC method. The results showed that the water absorption rate increased with the increase of moistening temperature and decreased with the increase of the weight and length of *Magnoliae Officinalis* Cortex. During the moistening process of *Magnoliae officinalis* Cortex, water gradually infiltrated from outside to inside, and the proportion of bound water and free water changed continuously. Within 8 h, the proportion of bound water decreased from 92.82% to 56.00%, and the proportion of free water increased from 7.180% to 44.00%. The low-field nuclear magnetic resonance imaging showed that the water had been evenly distributed throughout the medicinal material after 8 hours of moistening, and there was no internal dryness. The analysis of texture characteristics showed that the hardness and compression power decreased with the increase of moistening time. From 0 h to 8 h, the hardness decreased from 2 859 g to 569 g, and the compression cycle power decreased from 130 300 kJ to 31 900 kJ. The hardness of medicinal materials was moderate when the moistening time was 8 h. With the extension of moistening time, the content of magnolol and honokiol decreased gradually, indicating that the longer the moistening time was, the more effective components would be lost. This study could provide data support for explaining the scientific connotation of the traditional experience of the moistening process of *Magnoliae Officinalis* Cortex, and provide reference for the moistening of other bark medicinal materials.

Key words: *Magnoliae Officinalis* Cortex; moistening process; multiple indicators quantification; water absorption curve; low-field nuclear magnetic resonance; texture characteristics

中药材切制前常须软化,使其质地由硬变软,便于切制,润法是最常用的软化方法。“润在适中”“少泡多润,药透水尽”是老药工的经验总结,软化程度主要借助人的眼观、手感等感受来判断,具有一定的主观性。润制过程中,随着水分的渗透,药材内部多个指标出现了明显的变化,这些指标的量化表征对阐明中药传统润制经验的科学内涵具有重要意义。低场核磁共振(LF-NMR)和磁共振成像(MRI)具有灵敏度高、分析速度快、无创性、无破坏性和低成本特点^[1],用于物性分析的质构仪具有客观性、易操作等优点^[2],这两种技术可分别从水分和物性角度对食品加工过程与产品质量进行量化表征,在食品研究领域已广泛应用^[2,3]。近年来,LF-NMR/MRI和物性分析技术在中药的产地加工和炮制研究中也得到了应用^[4-9],为中药传统润制经验科学内涵的研究提供了重要技术手段。

厚朴为木兰科植物厚朴 *Magnolia officinalis* Rehd. et Wils. 或凹叶厚朴 *Magnolia officinalis* Rehd. et Wils. var. *biloba* Rehd. et Wils. 的干燥干皮、根皮及枝皮,具有燥湿消痰、下气除满的功效。作为皮类药材的代表之一,厚朴由药材到饮片的制备方法为“刮去粗皮,洗净,润透,切丝,干燥”^[10]。切制前,厚朴润制程度的把握目前尚缺乏科学客观的指引,关于厚朴炮制的研究多以炮制前后化学成分变化为主^[11,12]。本研究在厚朴润制吸水率变化曲线的基础上,对润制过程中水分分布、药材质构特性和主要有效成分含量的动态变化进行直观量化表征与相关

性分析,旨在阐释厚朴润制“少泡多润,药透水尽”传统经验的科学内涵,为中药润制终点的准确判断提供依据。

1 材料与方法

1.1 仪器与设备

MesoMR23-060H-1 中尺寸核磁共振成像分析仪(上海纽迈分析仪器股份有限公司);TA-HD plus 物性测定仪(英国 Stable Micro System 公司);XGQ-2000 型恒温培养箱(余姚市星辰仪表厂);101-2AB 电热鼓风干燥箱(天津市泰斯特仪器有限公司);Thermo Ultimate 3000 液相色谱仪,DAD 检测器,四元低压梯度泵,在线真空脱气机,自动进样器,柱温箱(赛默飞世尔科技公司);FA 2204B 型万分之一电子天平(上海佑科仪器仪表有限公司);EX225DZH 十万分之一天平(奥豪斯仪器有限公司);KQ5200DE 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

1.2 材料与试剂

厚朴酚(成都瑞芬思生物科技有限公司,批号:RFS-H00411801016,质量分数>98.0%),和厚朴酚(成都瑞芬思生物科技有限公司,批号:RFS-H00511801016,质量分数>98.0%);甲醇购自上海麦克林生化科技有限公司,为色谱纯;水为纯净水(华润怡宝饮料(中国)有限公司);其余试剂均为分析纯。

厚朴(批号:HP0101、HP0102、HP0103)购自湖北省恩施市宣恩县,经暨南大学药学院张英副教授

鉴定均为木兰科植物厚朴 *Magnolia officinalis* Rehd. et Wils. 的干燥干皮。参考《76 种药材商品规格标准 厚朴》中筒朴的规格标准,结合样品实际情况,以重量和长度为指标,将样品分档如下:筒长大于 40 cm,且重量大于 200 g 者为大档;筒长 30~40 cm,且重量 100~200 g 者为中档;筒长小于 30 cm 或重量小于 100 g 者为小档。

1.3 方法

1.3.1 润制过程水分变化研究

1.3.1.1 吸水率变化考察

称取不同档厚朴药材(含水量约为 8%)各三份,每份 300 g,洗净后,将药材置于泡药池内,加 5 L 水没过药材,浸泡 0.5 h 后,取出,转移至润药容器内,覆盖湿纱布,分别在 10、20、30 °C 下堆润,润制过程中每 1 h 称重 1 次,计算各时间点的吸水率,直至药材充分软化。吸水率计算公式如下:

$$\text{吸水率} = \frac{M_t}{M_0} \times 100\%$$

式中, M_t 为不同润制时间厚朴的质量, M_0 为厚朴浸泡前的质量。

1.3.1.2 水分迁移分析

横向弛豫时间(T_2)测定取“1.3.1.1”项下不同润制时间的中档厚朴,吸干表面的水,称重,然后放入低场核磁共振(LF-NMR)久磁场中心位置的直径为 60 mm 的玻璃管中,利用 Carr-Purcell-Meiboom-Gill(CPMG)脉冲序列测样品 T_2 ,连续测定 3 次,取平均值。采用多脉冲回波序列 CPMG 扫描采集核磁信号,通过调整 multi-slice spinechoes(MSE)序列中的选层梯度、相位编码梯度和频率编码梯度,分别获取样品俯视图和正视图成像数据,然后利用 sirt 算法,迭代次数为 100 000 次进行反演得到 T_2 谱图。 T_2 试验主要参数:主频 SF = 21 MHz,偏移频率 O_1 = 260 kHz,90°脉宽 P_1 = 10.00 μ s,180°脉宽 P_2 = 19.04 μ s,累加采集次数 NS = 4,回波时间 TE = 0.300 ms,回波个数 NECH = 8 000,采样频率 SW = 100 kHz^[8]。

低场核磁共振成像(MRI)试验 采用多层自旋回波序列 MSE 采集 T_2 测定项下各样品横断面的 H 质子密度图像^[5],采用 MRI 成像软件进行 MRI 成像试验。MRI 成像参数:层数 6,层厚 2 mm,层间隙 2 mm,采集次数 16,重复时间 260 ms,视野 100 mm × 100 mm,频率方向 256,编码步数 192。

1.3.2 润制过程质构特性分析^[6]

采用 TA-HD plus 物性测定仪,选用 TA-9 探头测定“1.3.1.1”项下不同润制时间中档厚朴的质构特性,为保证硬度测量精度和准确性,经预试验考察,发现触发、测试速度和测试深度为主要影响因素,因此分别对其进行考察,以期建立质构仪评价厚朴软化程度的方法。

测时速度考察:固定触发力与测试深度,测试速度水平为 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mm/s,进行测时速度的单因素考察,各水平重复测定 6 次,结果平均硬度值分为:633.0、922.8、1 122.2、1 327.8、15 221.7 g,RSD 依次为 9.9%、5.8%、4.5%、6.9%、10.0%。结果发现不同参数水平的测时速度对平均硬度值略有影响,测时速度越快,平均硬度值越大,RSD 差异明显,呈先减少后增大的趋势。测时速度为 1.5 mm/s 时,RSD 值最小,因此测时速度设置为 1.5 mm/s。

测试深度考察:固定触发力与测时速度,测试深度水平为 6、8、10、12、14 mm,进行测试深度的单因素考察,各水平重复测定 6 次,结果平均硬度值分为:583.3、943.3、1 073.7、1 157.3、1 302.8 mm,RSD 依次为 22.6%、7.1%、6.1%、19.7%、12.8%。结果发现不同参数水平的测时速度对平均硬度值影响较大,测试深度越大,平均硬度值越大,RSD 差异明显。测试深度为 10 mm 时,RSD 值最小,因此测试深度设置为 10 mm。

触发力考察:固定测试深度与测时速度,触发力水平为 1、2、4、6、8 g,进行触发力的单因素考察,各水平重复测定 6 次,结果平均硬度值分为:1 014.0、1 128、1 334、1 705、1 851.3 g,RSD 依次为 8.0%、6.6%、6.3%、8.0%、22.0%。结果发现不同参数水平的测时速度对平均硬度值影响较大,触发力越大,平均硬度值越大,RSD 差异明显。触发力为 4 g 时,RSD 值最小,因此触发力设置为 4 g。通过对质构仪测试条件的优化,确定最终测试参数为:测试速度 1.5 mm/s,测试深度 10 mm,触发力 4 g。可获得物性指标有:样品硬度、压缩循环功、粘力、粘性、胶着性等。

1.3.3 润制过程指标成分变化考察

将“1.3.1.1”项下 20 °C 下不同时间的厚朴小档样品分别取出,切丝,干燥,参照《中国药典》含量测定方法,分别测定各样品厚朴酚与和厚朴酚的含量^[10]。

2 结果与分析

2.1 润制过程水分变化

2.1.1 吸水率变化曲线

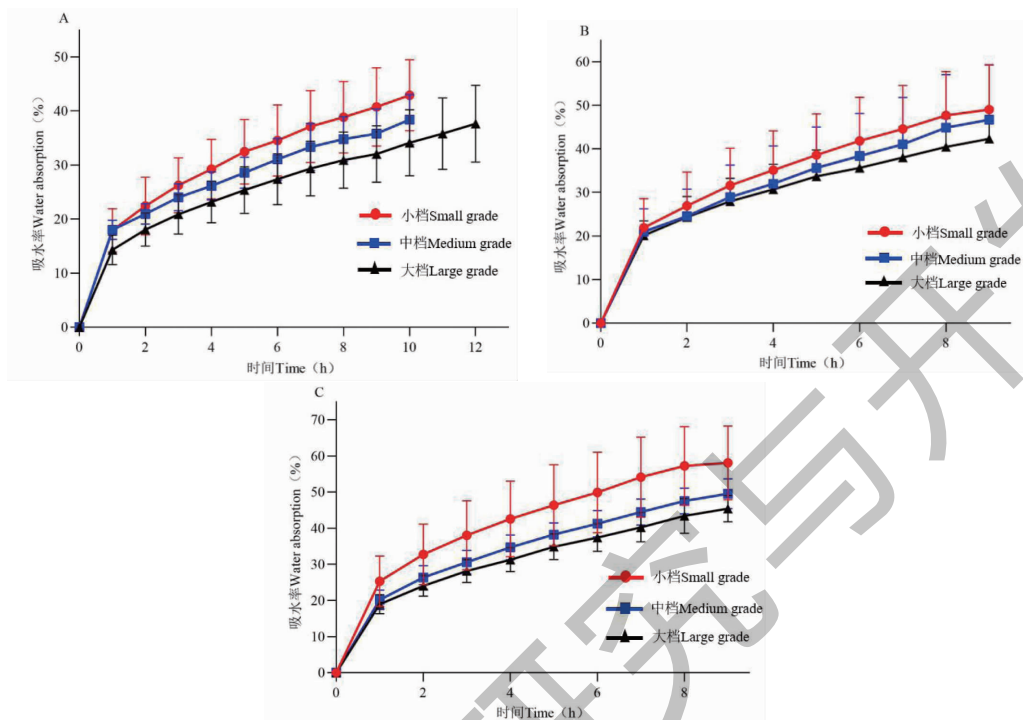


图1 10 °C (A)、20 °C (B)、30 °C (C) 厚朴吸水率变化曲线 ($n = 3$)

Fig. 1 10 °C (A)、20 °C (B)、30 °C (C) Water absorption kinetics of Magnoliae Officinalis Cortex ($n = 3$)

图1结果可知,大档、中档、小档的吸水率变化曲线基本一致。以中档为例,10、20、30 °C温度下8 h的吸水率分别为34.80%、44.85%、45.40%,表明温度会影响药材的吸水能力。以20 °C为例,润制8 h时小档、中档、大档的吸水率分别为47.69%、44.85%、40.47%,表明药材档次越小,吸水能力越大。结合厚朴润制要求“软硬适宜、内外一致,内无干心”的传统经验,不同温度下厚朴达到“药透水尽”的时间各不相同,大档在10、20、30 °C温度下润透时间分别为12、8、8 h,中档在10、20、30 °C温度下润透时间分别为10、8、8 h,小档在10、20、30 °C温度下润透时间分别为10、8、7 h,说明提高润制温度会提高软化速率,缩短润制时间;以10 °C为例,小档、中档、大档润透时间分别为10、10、12 h,说明药材档次越小,即重量与长度值越小,润透时间越短。厚朴的吸水率随着润制时间的增加而升高,润制温度越高,吸水率越高,药材档次越小,吸水率越高。表明吸水率与润制温度、药材大小密切相关,可作为厚朴润制终点判断的一项重要指标。

以润制时间为横坐标,吸水率为纵坐标作图,绘制吸水率变化曲线(见图1)。

2.1.2 润制过程中水分相态和分布状态的变化

通过连续分布的CPMG弛豫曲线的多指数拟合获得的 T_2 分布如图2所示,每条曲线是3个样本的9次独立测量的平均值。 T_2 图谱是测量H质子弛豫时间与信号幅度得到的图谱,横向的弛豫时间代表水分的自由度,H质子受束缚力越大或自由度越小, T_2 时间越短;束缚力越小或自由度越大, T_2 时间越长。厚朴 T_2 谱图上主要存在2种相态的水,其中 T_{21} (0.01 ~ 1 ms)代表结合水, T_{22} (1 ~ 100 ms)代表自由水^[13]。由图2,表1可知,在润制前,厚朴中 T_2 图主要呈现的是 T_{21} 峰, T_{21} 峰占比为92.82%, T_{22} 峰占比为7.18%,表明此时厚朴中以结合水为主,随着润制时间增加, T_{22} 峰面积快速增加且与 T_{21} 峰黏连,表明此阶段主要增加的是自由水。总峰面积可以反映厚朴中水分含量的变化,随着润制时间增加,总峰面积不断呈上升趋势,表明厚朴内的水分含量在快速增加,此结果与吸水动力学结果一致。随着润制时间的增加, T_2 时间逐渐变大,表明厚朴中水分自由度变大,流动性增加。

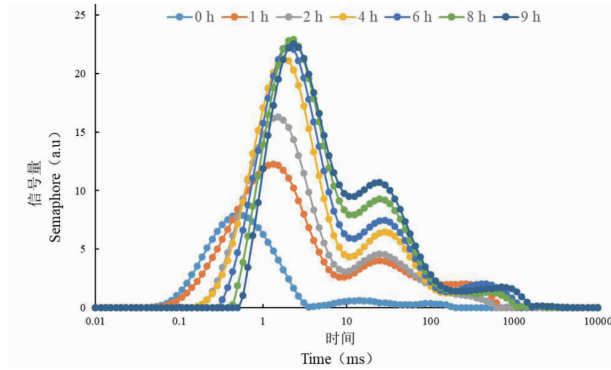
图2 厚朴不同润制时间的 T_2 谱

Fig. 2 The T_2 distributions and changes of Magnoliae Officinalis Cortex during moistening at different times

表1 厚朴润制过程中 T_{21} 、 T_{22} 和峰面积 (A) 的变化 ($n = 3$)Table 1 The changes of T_{21} , T_{22} and peak area (A) during the processing of Magnoliae Officinalis Cortex ($n = 3$)

时间 Time(h)	T_{21} (ms)	T_{22} (ms)	A_{21}	A_{22}	$A_{总}$	A_{21} (%)	A_{22} (%)
0	0.79	11.10	118.01 ± 0.74	9.12 ± 0.02	127.13 ± 0.72	92.82	7.180
1	1.48	31.44	142.93 ± 2.62 ****	52.97 ± 2.92 ****	195.90 ± 0.30 ****	72.96	27.04
2	1.96	31.44	166.48 ± 0.18 ****	88.87 ± 1.34 ****	255.35 ± 0.00 ****	65.20	34.80
4	2.77	33.70	167.37 ± 2.63 ****	113.89 ± 1.89 ****	281.25 ± 1.99 ****	59.51	40.49
6	2.77	33.70	172.86 ± 0.62 ****	132.22 ± 1.12 ****	305.08 ± 1.51 ****	56.66	43.34
8	3.18	36.12	186.73 ± 0.10 ****	146.69 ± 21.81 ****	333.42 ± 17.67 ****	56.00	44.00
9	3.92	36.12	201.49 ± 1.34 ****	162.31 ± 0.67 ****	363.81 ± 0.05 ****	55.39	44.61

注:与0 h组相比,****在0.001级别,相关性显著;***在0.005级别,相关性显著;**在0.01级别,相关性显著;*在0.05级别,相关性显著。

Note:Compared with the 0 h group, **** the correlation is significant at the 0.001 level; *** the correlation is significant at the 0.005 level; ** the correlation is significant at the 0.01 level; * the correlation is significant at the 0.05 level.

2.1.3 润制过程中 MRI 图像变化

利用 MRI 成像技术可以直观地观察样品内部水分信息, H 质子数量可以代表样品中的水分含量^[13]。而所成图像的颜色表示 H 质子密度的高

低,随着成像颜色由蓝色向绿色再向红色的转变,表示该处水分含量呈增加状态,颜色越蓝含水量越低,颜色越红含水量越高。由图 3 可知,干样状态的厚朴水分含量较低,几乎不能被检识;随着润制时间的

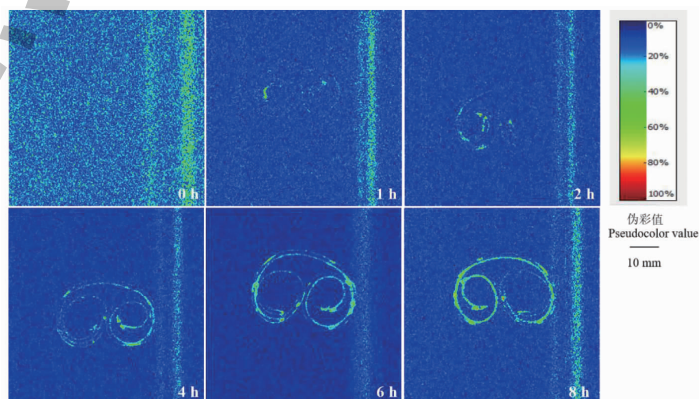


图3 厚朴不同润制时间 MRI 图像

Fig. 3 MRI images of Magnoliae Officinalis Cortex during moistening at different times

增加,水分由表皮向内渗透,成像越来越清晰并出现红色区域,8 h 后厚朴内部大部分呈绿色,颜色也趋向均匀,此时与“软硬适宜、内外一致,内无干心”的传统判断标准一致。表明 MRI 成像技术与传统的终点判断方法有良好的相关性,可以作为指示润制终点的新方法。

2.2 润制过程中质构特性分析

厚朴润制过程中样品硬度、压缩循环功、粘力、粘性、胶着性测定结果见表 2;同时,以穿刺时间 X

表 2 不同润制时间厚朴的质构特性($n=3$)

Table 2 Texture changes of Magnoliae Officinalis Cortex during moistening at different times ($n=3$)

时间 Time(h)	硬度 Hardness(g)	压缩循环功 Compression cycle work(kJ)	粘力 Adhesive force(g)	粘性 Viscosity(kJ)	胶着性 Gumminess(g)
1	2 859 ± 153.4	130 300.3 ± 17.0	1 711 ± 22.6	25 200 ± 1.1	3 386 ± 653.4
2	2 503 ± 304.8*	119 000 ± 11.4*	1 316 ± 87.7****	23 600 ± 1.1	2 462 ± 159.8*
3	2 068 ± 294.2*	88 200 ± 5.0**	1 320 ± 24.0****	18 300 ± 0.8**	2 232 ± 142.1*
4	1 725 ± 227.7****	77 800 ± 6.7****	1 265 ± 36.0****	22 000 ± 0.4	1 516 ± 41.0**
5	1 341 ± 127.3****	76 100 ± 7.0****	968 ± 93.3****	18 100 ± 0.2****	1 189 ± 137.9****
6	954 ± 33.9****	53 400 ± 2.3****	815 ± 61.5****	15 600 ± 1.0****	1 010 ± 365.6****
7	852 ± 48.8****	48 600 ± 2.3****	661 ± 33.9****	14 100 ± 0.3****	796 ± 55.2****
8	569 ± 19.8****	31.9 ± 1.9****	476 ± 9.9****	9 200 ± 0.4****	521 ± 33.2****

注:与 1 h 组相比,****在 0.001 级别,相关性显著;***在 0.005 级别,相关性显著;**在 0.01 级别,相关性显著;*在 0.05 级别,相关性显著。

Note:Compared with the 1 h group, **** the correlation is significant at the 0.001 level; *** the correlation is significant at the 0.005 level; ** the correlation is significant at the 0.01 level; * the correlation is significant at the 0.05 level.

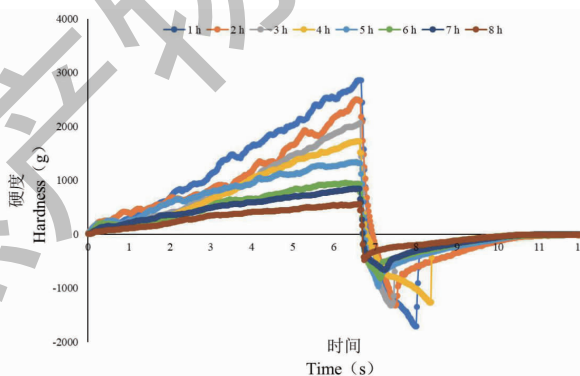


图 4 不同润制时间厚朴的质构曲线

Fig. 4 Texture curves of Magnoliae Officinalis Cortex during moistening at different times

2.3 润制过程中指标成分含量分析

厚朴润制过程中指标成分含量变化情况见图 5 和图 6。

0 h 是对照组,其他不同润制时间样品与 0 h 进行对比,由图 5 和图 6 可知不同润制时间样品的指标成分含量与对照组比较具有显著性差异($P <$

(s)为横坐标,穿刺针移动过程中的硬度 $Y(g)$ 为纵坐标,绘制质构曲线,见图 4。由表 2、图 4 可知,吸水后厚朴质地随着润制时间的增加会发生显著变化,各物性指标均明显下降,但 8 h 之前,药材仍切割困难,内有干心,8 h 时硬度降为 569 g,压缩循环功降为 31 900 kJ,此时便于切割,切开后面无干心,与“软硬适宜、内外一致,内无干心”的传统判断标准一致,表明物性指标可作为判断厚朴润制终点的客观标准。

0.05),且润制的时间越长,其显著性差异越大,说明润制过程中会导致指标成分流失,且润制时间越长,流失越多。

2.4 验证试验

选取大中小档厚朴药材各三份,每份 300 g,按照“1.3.1.1”项下润制方法在不同温度下进行润

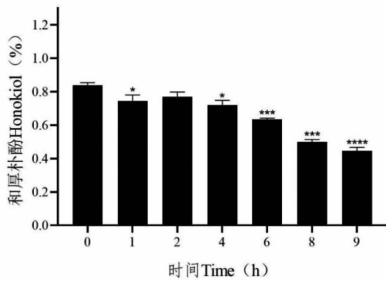


图5 不同润制时间和厚朴酚含量变化图

Fig. 5 Changes of honokiol content in different moistening time

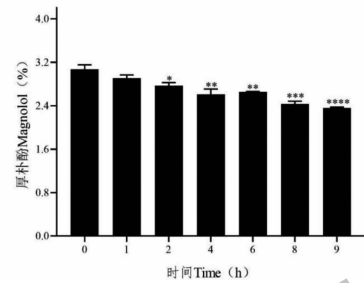


图6 不同润制时间厚朴酚含量变化图

Fig. 6 Changes of magnolol content in different moistening time

制,润透后,按照“1.3.2”项下方法测厚朴的质构特性。验证结果见表3。由表3结果可知厚朴大中小

档达到润制终点时的吸水率在30%~50%,硬度值<600g,表明吸水率和硬度可作为确定润制终点的重要客观指标。

表3 厚朴润制过程验证试验(n=3)

Table 3 Verification test of Magnoliae Officinalis Cortex moistening process (n=3)

温度 Temperature(°C)	档次 Grade	吸水率 Water absorption (%)	硬度 Hardness(g)
10	小档	40.75 ± 5.86	523 ± 22.5
	中档	38.39 ± 4.62	543 ± 21.7
	大档	37.65 ± 3.11	536 ± 59.0
20	小档	43.97 ± 3.62	534 ± 6.10
	中档	42.44 ± 9.75	557 ± 4.90
	大档	40.45 ± 6.53	587 ± 15.7
30	小档	54.12 ± 11.0	536 ± 21.2
	中档	45.40 ± 3.69	580 ± 31.0
	大档	44.47 ± 3.62	595 ± 21.9

2.5 吸水率、水的相态、质构特性和指标成分含量的相关性分析

分相态、质构特性和指标成分含量进行皮尔逊双变量相关性分析(见表4)。

利用SPSS软件对厚朴润制过程中的吸水率、水

表4 吸水率、水分相态、质构特性和指标成分含量的相关性分析

Table 4 Correlations between water absorption rate, moisture phase state, texture properties and index component content

参数 Parameter	吸水率 Water absorption (%)	束缚水含量 Content of bound water (%)	自由水含量 Content of free water (%)	硬度 Hardness (g)	压缩循环功 Compression cycle work (kJ)	厚朴酚 Magnolol (%)	和厚朴酚 Honokiol (%)
时间 Time(h)	0.923**	0.882*	0.886*	-0.993**	-0.983**	-0.938**	-0.956**
	0.009	0.020	0.019	0.000	0.000	0.006	0.003
吸水率 Water absorption (%)		0.974**	0.992**	-0.937**	-0.937**	-0.954**	-0.898*
		0.001	0.000	0.006	0.006	0.003	0.015
束缚水含量 Content of bound water (%)			0.974**	-0.895*	-0.901*	-0.936**	-0.803
			0.001	0.016	0.014	0.006	0.055
自由水含量 Content of free water (%)				-0.897*	-0.890*	-0.928**	-0.874*

续表 4(Continued Tab. 4)

参数 Parameter	吸水率 Water absorption (%)	束缚水含量 Content of bound water (%)	自由水含量 Content of free water (%)	硬度 Hardness (g)	压缩循环功 Compression cycle work (kJ)	厚朴酚 Magnolol (%)	和厚朴酚 Honokiol (%)
				0.015	0.018	0.008	0.023
硬度 Hardness(g)					0.992 **	0.931 **	0.943 **
					0.000	0.007	0.005
压缩循环功 Compression cycle work(kJ)						0.954 **	0.917 **
						0.003	0.010
厚朴酚 Magnolol (%)							0.885 *
							0.019

注: ** 在 0.01 级别(双尾),相关性显著; * 在 0.05 级别(双尾),相关性显著。

Note: ** At 0.01 level (double tail), the correlation is significant, * at 0.05 level (double tail), the correlation is significant.

由表 4 可知,润制时间、吸水率、自由水和束缚水含量之间具有显著的正相关,相关系数分别在 0.882 ~ 0.993;硬度、压缩功和指标成分含量之间具有显著的正相关,相关系数在 0.885 ~ 0.992;润制时间、吸水率、自由水含量、束缚水含量与硬度、压缩循环功之间具有显著的负相关,相关系数在 0.803 ~ 0.993。润制时间、吸水率、水分相态、质构特性和指标成分含量之间均有极显著的相关性,说明采用 LF-NMR/MRI 技术和质构仪可以较好表征润药过程的特点,考察的指标能合理的反映饮片质量。

3 讨论与结论

干燥的皮类药材切制成饮片必须经过润制,润制的目的主要是使药材吸收一定量的水分,使药材质地由硬变软便于切制^[14]。在中医临床调配处方或中成药生产必须使用饮片,厚朴药材经润制后切制成细丝状饮片。如未润制或润制不充分,厚朴药材硬度大,无法切制成丝,或润制伤水,有效成分大量流失,影响临床疗效,因此,对厚朴润制过程的研究至关重要。而传统润药终点的确定多以主观感受来判断,缺乏客观评判指标,对操作者的经验要求极高。本文将吸水率、水分分布 MRI 图、质构特性作为润制终点判断的重要指标,使润制结果不依赖人为主观判断,更加科学准确,可为智能化润药机的开发提供参考和数据支持。

从厚朴吸水实验结果得知,润制温度越高,润透时间越短,吸水率越大,可能是因为温度越高,水分子运动速率越快,渗入药材的速度也越快,进而导致药材软化速度加快,药材吸收的水分也就越多;档次越小,润透时间越短,吸水率越大,除了与不同档次厚朴大小差异有关外,还可能与其生长年限不同而

出现的质地差异有关,通常生长年限越长,木质化程度越高^[15],进而影响润制时的吸水能力。

LF-NMR/MRI 技术可监控厚朴润制过程中自由水与束缚水的组成变化,直观显示水分由外而内的动态迁移行为,MRI 成像技术可直观显示水分在药材中的分布,可直接判断药材软化程度,且与传统的终点判断方法有良好的相关性,可以作为指示润制终点的新方法。质构特性研究表明,不同润制时间的厚朴硬度、粘力、胶着性、压缩循环功等物性指标与润制程度密切相关且具有明显的差异,表明实时监控厚朴润制过程中物性指标的变化趋势,可作为判断润制终点的重要参考指标。这两种现代技术可作为润药过程水分控制和药材软化程度评价的重要手段。

目前,润药机只具备单一的润药功能,对润制过程药材的软化程度不能控制,缺乏在线检测系统,LF-NMR/MRI 与物性分析技术可对软化程度进行评价,未来将 LF-NMR/MRI 与物性分析技术应用在润药机的在线检测设备中,可实现智能化润制。

本文采用 LF-NMR/MRI、质构仪等现代技术对厚朴润制过程中吸水率、水分相态与迁移行为、质构特性变化和指标成分含量进行了客观表征和动态检测,直观表征了厚朴润制过程,分析了影响润制工艺的关键因素,为阐明厚朴润制传统经验的科学内涵和优选润制工艺提供了科学依据,为厚朴润制工艺优化和终点判断提供了重要的评价指标,也为其他皮类药材的润制研究提供了参考借鉴。

参考文献

- 1 Yu XL, Wang ZH, Zhang YQ, et al. Study on the water state

- and distribution of Chinese dried noodles during the drying process[J]. *Food Eng*, 2018, 233:81-87.
- 2 Luo B, Zhao YB, Yin XQ, et al. Application progress of texture analyzer in the research of fruit and vegetable quality evaluation[J]. *Food Res Dev*(食品研究与发展), 2019, 40: 209-213.
 - 3 Xia TL, Liu DY, Xu XL, et al. Application of low-field nuclear magnetic resonance in determining water contents and other related quality characteristics of meat and meat products: a review[J]. *Food Sci*(食品科学), 2011, 32:253-256.
 - 4 Duan WJ, Li Y, Cui L, et al. Analyze moisture transformation and transport rules during processing of *Paeonia Radix Alba* by using low-field NMR[J]. *China J Chin Mater Med*(中国中药杂志), 2017, 42:2092-2096.
 - 5 Liu QS, He Y, Cao QF, et al. Correlation between water state and texture during moistening of *Paeonia Radix Alba* by LF-NMR/MRI[J]. *China J Chin Mater Med*(中国中药杂志), 2020, 45:4882-4888.
 - 6 Lian CY, Xu B, Zhao YN, et al. Mechanism of "herb soaking with exact amount of water" during moistening process of ginseng based on needle pressure sensor[J]. *China J Chin Mater Med*(中国中药杂志), 2020, 45:267-273.
 - 7 Li YY, Zhang KX, Xiong HS, et al. Application progress of texture analyzer in pharmaceutical preparation research[J]. *Chin J Exp Tradit Med Form*(中国实验方剂学杂志), 2020, 26:226-234.
 - 8 Wu MM, Ye LF, Peng J, et al. Mechanism of moistening process of *Rehmannia Radix* based on kinetic process[J]. *China J Chin Mater Med*(中国中药杂志), 2022, 47:3511-3518.
 - 9 Zhang XR, Yang J, Zhang R, et al. Scientific Characterization of Traditional Softening Method of *Corydalis Rhizoma* [J/OL]. *Chin J Exp Tradit Med Form*(中国实验方剂学杂志):1-9[2021-12-13]. <https://doi.org/10.13422/j.cnki.syfjx.20212151>.
 - 10 Chinese Pharmacopoeia Commission. Pharmacopoeia of the People's Republic of China: Vol I(中华人民共和国药典:第一部)[M]. Beijing: China Medical Science Press, 2020: 263.
 - 11 Zhang Q, Jing WG, Cheng XL, et al. Study on quality transfer law of *Magnoliae Officinalis Cortex* in processing based on nine components determination[J]. *Chin Tradit Herb Drugs*(中草药), 2020, 51:647-652.
 - 12 Ding Y. Changes of HPLC Fingerprint and main contents of *Magnoliae Officinalis* before and after processing[J]. *China Pharm*(中国药师), 2020, 23:1745-1750.
 - 13 Liu QR, Wang YS, Zhang ZL, et al. LF-NMR and color technology analysis of moisture changes during the processing of *Salvia miltiorrhiza*[J]. *Nat Prod Res Dev*(天然产物研究与开发), 2021, 33:802-809.
 - 14 Gong QF. Chinese Medicinal Herbs Preparation(中药炮制学)[M]. Beijing: Chinese Medicine Publishing House, 2012:93.
 - 15 Zhao ZZ, Tang XJ, Hu M. A study of annual rings in tree bark and their significance[J]. *J Beijing Forest Univ*(北京林业大学学报), 1990, 12:127-130.