

ICS 79.040

CCS B 67

团 体 标 准

T/FJLY 000—2025

黄精炮制品的质量评价技术规范 Technical Specification for Quality Evaluation of Processed *Polygonatum* Products (征求意见稿)

2025- - 发布

2025- - 实施

福建省林学会

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由福建省农业科学院作物研究所提出。

本文件由福建省林学会归口。

本文件主要起草单位：福建省农业科学院作物研究所、福建省林业科学技术推广总站、福建中医药大学、厦门和美科盛生物技术有限公司、三明市农业科学研究院、福建农业职业技术学院、福建省农业科学院食用菌研究所、福建省沙县水南国有林场、福建南方制药股份有限公司、中国林业科学研究院、中国农业大学。

本文件主要起草人：郑梅霞、苏海兰、方扬辉、王英豪、刘文美、叶炜、谢倩、毛方华、廖鹏辉、潘荣荣、李永、彭鹏飞、秦柯、朱育菁、陈宏、朱雁鸣、牛雨晴。

黄精炮制品的质量评价技术规范

1 范围

本文件规定了多花黄精术语和定义、炮制方法、黄精炮制品的色泽分析、黄精炮制品的风味分析、黄精炮制品的多糖、总黄酮、总多酚含量测定及抗氧化性活性测定、黄精炮制品的聚类分析和主成分分析、评价原则、评价指标体系、评价方法、评价步骤、黄精炮制品质量的评价。

本标准适用于黄精炮制品的质量评价。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

《中华人民共和国药典》（2020年版）。

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

多花黄精

本品为百合科植物多花黄精*Polygonatum cyrtonema* Hua的根茎。

3.2

多花黄精九制产品

以2020年版《中华人民共和国药典》中规定的多花黄精的新鲜根茎为原料，采用多次蒸、烘等初加工工艺制成的小块状或丝状干品。

4 炮制方法

4.1 九蒸九制多花黄精的炮制

多花黄精采用九蒸九制工艺采用蒸制、烘干等技术进行炮制。挑选健康根茎，晾晒至七八成干后，洗净、去除根茎表皮和根须，用蒸煮机蒸制 85 min，60℃烘干，即得蒸制一次的多花黄精，反复九次即得 1-9 次的蒸制多花黄精，切片、粉

碎,备用,为不同蒸制次数的多花黄精样品,分别命名为 C0, C1, C2, C3, C4, C5, C6, C7, C8 和 C9。

5 黄精炮制品色泽分析

采用色差仪测定多花黄精不同蒸制次数的色泽变化。

6 黄精炮制品的风味分析

6.1 样品的挥发性风味测试方法

采用顶空固相微萃取-气质联用(HS-SPME-GC-MS)进行分析。

6.2 样品前处理

准确称取 1.0 g 不同蒸制次数的多花黄精粉末至于 50 mL 顶空瓶,于 70℃ 水浴下将 100 μm /PDMS 纤维萃取头顶空萃取 20 min 后,250℃ 进样口中脱附 3 min,进行 GC-MS 分析。萃取头使用之前,先在 250℃ 进样口的气相色谱活化半个小时。

6.3 色谱条件

进样口温度 250℃;手动进样 1 μL ;程序升温:起始温度 50℃,保持 2 min,以 8℃/min 升至 200℃,以 20℃/min 升至 280℃,保持 2 min;流速 1.0 mL/min。

6.4 质谱条件

载气为高纯氦气;流速 1.0 mL/min;进样量 1.0 μL 。传输线温度 250℃;离子源为 EI 源;离子源温度 230℃;电子能量为 70 eV 四极杆,温度为 150℃;扫描范围 m/z : 35~450。

6.5 谱图检索

NIST05 谱库。采用峰面积归一法计算匹配度在 80%以上的挥发性化合物相对体积分数。

7 黄精炮制品的多糖、总黄酮、总多酚含量及抗氧化活性测定

7.1 多糖含量测定

多花黄精多糖的提取条件:液料比 41 mL/g、超声时间 40 min,超声功率 151 W,超声温度 59℃。采用蒽酮-硫酸法测定多糖含量。取 1 mL 的提取液,加入蒽酮试剂 6 mL,置于沸水浴中加热 10 min 取出,迅速浸于冰水浴中冷却 10 min,在波长为 582 nm 下进行吸光度(A)测定,以葡萄糖作为对照。

7.2 总黄酮含量测定

采用 $\text{NaNO}_2\text{-Al}(\text{NO}_3)_3$ 比色法测定总黄酮含量。取 5 mL 提取液,加入 0.3 mL

5% NaNO₂ 溶液、0.3 mL 10% Al(NO₃)₃ 溶液和 4 mL 4% NaOH 溶液，反应 15 min 后，在 510 nm 处测定 A 值，以芦丁作为对照。

7.3 总多酚含量测定

采用福林酚比色法测定总多酚含量。取 0.2 mL 提取液，加入 0.5 mL 福林酚试剂和 1 mL 10% 碳酸钠溶液，然后用蒸馏水定容至 10 mL。反应 1 h 后，在 740 nm 处测定 A 值，以没食子酸作为对照。

7.4 抗氧化性活性测定

将不同蒸制次数的多花黄精提取水溶性物质，冷冻干燥后配制成 15 mg/mL 进行抗氧化活性的测定。

7.4.1 DPPH 抗氧化活性测定

取 2 mL 样品液和 2 mL DPPH 试剂，振荡，避光放置 30 min，在 520 nm 波长下测定其 A 值（A 样），以纯水为对照（A₀）。

$$\text{DPPH 清除能力} = (A_0 - A_{\text{样}}) / A_0$$

7.4.2 ABTS⁺· 抗氧化活性测定

将 0.5 mL 样品溶液和 3.0 mL ABTS⁺· 储备液、混合振荡，记作 A₁；将 0.5 mL 样品溶液和 3.0 mL 50% 无水乙醇混合振荡，记作 A₂；将 0.5 mL 50% 无水乙醇和 3.0 mL ABTS⁺· 储备液混合振荡，记作 A₀。配制完毕后，在黑暗中反应 10 min，在波长为 734 nm 下进行 A 值测定。

$$\text{ABTS}^+\cdot \text{清除能力} = 1 - (A_1 - A_2) / A_0$$

8 黄精炮制品的聚类分析和主成分分析

8.1 聚类分析

采用 DPS 18.10 软件对九蒸九制不同蒸制次数的多花黄精的 30 个样品的气质成分含量、抗氧化活性、多糖含量、总黄酮含量和总多酚含量进行聚类分析（最长距离法）。

8.2 主成分分析

以九蒸九制不同蒸制次数多花黄精的 30 个样品的气质成分、抗氧化活性、多糖含量、总黄酮含量和总多酚含量为数据源，进行主成分分析（principal component analysis, PCA）。

9 评价原则

9.1 质量评价应遵循以下原则

9.1.1 科学性

评价指标与方法应基于可靠的加工技术和指标测试数据。

9.1.2 系统性

应全面考虑色泽、风味、活性成分和功能活性的相互作用与整体表现。

9.1.3 可操作性

评价程序应清晰，指标数据应易于获取、测量和计算。

9.1.4 导向性

评价结果应能为黄精炮制品质量评价提供明确指导。

10 评价指标体系

黄精炮制品的质量评价体系由色泽、挥发性风味物质、活性成分多糖、总黄酮、总多酚和抗氧化活性指标构成。

11 评价方法

使用 CRITIC (Criteria Importance Through Intercriteria Correlation) 方法建立综合评分模型。

12 评价步骤

12.1 选取获得的挥发性化学成分（匹配度 $\geq 80\%$ ）及黄精炮制品的多糖、总黄酮、总多酚含量及抗氧化活性（DPPH、ATBS⁺）作为黄精炮制品质量的指标。

12.2 使用 Min-Max 标准化数据以使不同量纲的指标可比：对于“越高越好”的指标，将每个指标的标准化值 f 转换到 0 到 1 的范围；对于“越低越好”的指标，反转它们的标准化值即 $1-f$ ，使得较低的值对应较高的得分；标准化值适用以下公式 (a)：

$$f = (x_{ij} - \min(x_j)) / (\max(x_j) - \min(x_j)) \quad (a)$$

式中， f ——标准化值， x_{ij} 为样本 i 的指标 j 的检测值， x_j 为指标 j 在所有样

本里的值。

12.3 计算每个标准化后指标的标准差 s ，用于衡量指标的信息量（分辨能力）。适用以下公式（b）：

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (\text{b})$$

式中， s 是样本标准差， x_i 是样本 i 的检测值， $\bar{x}$ 是所有样本中该指标的均值， n 是样本大小。

12.4 计算指标之间的相关性 r 和综合信息量 C_j ，适用以下公式（c）、（d）：

$$r = \frac{\sum (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sqrt{\sum (x_i - \bar{x})^2} \times \sqrt{\sum (y_i - \bar{y})^2}} \quad (\text{c})$$

式中， r 是相关系数（取值范围为 $[-1,1]$ ）； x_i, y_i ——是样本 i 中指标 x 和 y 的检测值； $\bar{x}$ ， $\bar{y}$ ——分别是指标 x 和 y 的均值。

$$C_j = \sigma_j \times \sum_{k=1}^m (1 - r_{jk}) \quad (\text{d})$$

式中， C_j 是指标 j 的信息量， σ_j 是指标 j 的标准差， r_{jk} 是指标 j 和指标 k 之间的相关系数。

12.5 通过归一化计算每个成分的客观权重 w_j ，然后使用这些权重对每个样本进行综合评分。适用以下公式（e）、（f）：

$$w_j = C_j / \sum(C_j) \quad (\text{e})$$

式中， w_j 为归一化权， C_j 为每个指标的信息量。

$$Y_i = \sum_{j=1}^n X_{ij} \cdot w_j \quad (\text{f})$$

式中， Y_i 是第 i 个样本的综合得分， X_{ij} 是第 i 个样本在第 j 个指标上的归一化值， w_j 是第 j 个指标的权重。

12.6 采用 Pearson 分析法分析综合评分与色泽（色调、亮度和饱和度）之间的相关性。

12.7 使用逐步回归，通过逐步选择变量来建立最优模型。

13 黄精炮制品质量的评价

多花黄精九蒸九制质量综合评分 Y 依次为 0.613、0.665、0.639、0.659、0.683、0.660、0.859、0.834 和 0.919。综合评分 0.8 以上为黄精炮制的理想终点。

Pearson 分析法显示综合评分 Y 与黄色调 b^* 显著相关 ($R^2=-0.734$, $P=0.024$)；与亮度 L^* 也显著相关 ($R^2=-0.786$, $P=0.012$)；与红色调 a^* 没有明显的相关性 ($R^2=-0.658$, $P=0.055$)；与饱和度 c^* 显著相关 ($R^2=-0.785$, $P=0.012$)；与色调 h 显著相关 ($R^2=-0.773$, $P=0.015$)。建立了最优模型，综合评分 Y 与色调 h 间回归方程为 $Y=0.97-0.08 \cdot h$ ，模型具有统计学意义 ($R^2=0.785$, $P=0.012$)，即通过色泽变化可以快速评价黄精炮制品的质量。