

## 基于糖类成分与颜色变化相关性分析 的滇黄精炮制时间探讨\*

郭鸿<sup>1</sup>, 么蕊<sup>1</sup>, 李哲<sup>1</sup>, 范晶<sup>1</sup>, 王莹<sup>1</sup>, 郭晓晗<sup>1</sup>, 陈佳<sup>1</sup>,  
段宝忠<sup>2</sup>, 杨建波<sup>1\*\*</sup>, 荆文光<sup>1</sup>, 程显隆<sup>1</sup>, 魏锋<sup>1\*\*</sup>

(1. 中国食品药品检定研究院, 北京 100050; 2. 大理大学药学院, 云南 大理 671000)

**摘要** 目的: 研究滇黄精(*Polygonatum kingianum*) 在九蒸九晒炮制过程中颜色参数与还原糖、总多糖、总寡糖及 4 种糖类成分(果糖、葡萄糖、蔗糖、蔗果三糖)含量变化的规律, 初步探究黄精炮制过程中颜色-糖含量相关性及其最佳炮制时间。方法: 采用色差仪客观评价炮制过程中的颜色变化; 蒽酮-硫酸法测定总多糖和总寡糖含量; 3,5-二硝基水杨酸(DNS)比色法测定总还原糖含量; 利用高效液相色谱-电雾式检测器(HPLC-CAD)定量分析果糖、葡萄糖、蔗糖及蔗果三糖的含量变化; 结合多元统计分析对不同蒸晒阶段的黄精样品进行分析。结果: 不同炮制阶段的滇黄精在颜色和成分含量上存在较大差异。随蒸晒次数增加, 饮片颜色逐渐加深变暗; 亮度值( $L^*$ )和总色度( $Eab^*$ )先下降后趋于稳定, 红绿值( $a^*$ )和黄蓝值( $b^*$ )则呈先上升后下降的趋势。总多糖与总寡糖含量总体呈下降趋势; 总还原糖含量先升高后趋于稳定; 果糖和葡萄糖含量上升; 蔗糖及蔗果三糖含量持续下降, 至五蒸五晒后已无法检出。结论: 滇黄精在炮制过程中的颜色变化及糖类成分与其蒸晒时间存在显著相关性, “四蒸四晒”后黄精  $Eab^*$ 、还原糖含量都趋于稳定, 推测“四蒸四晒”, 即炮制 12 h 可能为黄精较优的炮制时间点。

**关键词:** 黄精; 炮制; 九蒸九晒; 色度值; 总还原糖; 总多糖

中图分类号: R 921.2 文献标识码: A 文章编号: 1009-3656(2026)01-0083-09

doi: 10.19778/j.chp.2026.01.011

## Discussion on processing time for *Polygonatum kingianum* based on analysis of correlation between sugar components and color changes\*

GUO Hong<sup>1</sup>, YAO Rui<sup>1</sup>, LI Zhe<sup>1</sup>, FAN Jing<sup>1</sup>, WANG Ying<sup>1</sup>, GUO Xiaohan<sup>1</sup>, CHEN Jia<sup>1</sup>,  
DUAN Baozhong<sup>2</sup>, YANG Jianbo<sup>1\*\*</sup>, JING Wenguang<sup>1</sup>, CHENG Xianlong<sup>1</sup>, WEI Feng<sup>1\*\*</sup>

(1. National Institutes for Food and Drug Control, Beijing 102629; 2. China College of Pharmaceutical Science, Dali University, Dali 671000, China)

**Abstract Objective:** To investigate the correlation between color parameters ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $Eab^*$ ) and the contents of reducing sugars, total polysaccharides, total oligosaccharides, as well as four saccharides (fructose, glu-

\* 基金项目: 2025 年中药所学科建设(中药生熟异治品种炮制减毒增效机制及质量评价研究); 自治区重点研发计划项目(2024B02023-2)

第一作者简介: 郭鸿, 硕士研究生; 研究方向: 中药质量控制。Tel: 18308251993; E-mail: guohong@nifdc.org.cn

\*\* 共同通信作者简介: 杨建波, 副研究员; 研究方向: 中药质量标准及安全性评价研究。Tel: 010-53852101; E-mail: yangjianbo@nifdc.org.cn; 魏锋, 研究员; 研究方向: 中药质量标准及安全性评价研究。Tel: 010-53852020; E-mail: weifeng@nifdc.org.cn

cose, sucrose, and kestose) during the nine cycles of steaming and sun-drying processing of *Polygonatum kingianum*, and to preliminarily explore the optimal processing duration. **Methods:** The color changes were objectively evaluated using a colorimeter. The anthrone-sulfuric acid method was employed to determine total polysaccharides and oligosaccharides. The 3,5-dinitrosalicylic acid (DNS) colorimetric method was used to measure total reducing sugar content. High-performance liquid chromatography coupled with charged aerosol detection (HPLC-CAD) was applied for quantitative analysis of fructose, glucose, sucrose, and kestose. Multivariate statistical analysis was conducted to assess samples from different processing stages. **Results:** Significant variations in color and component contents were observed across processing stages. The herbal pieces progressively darkened with increased processing cycles; brightness ( $L^*$ ) and total color difference ( $Eab^*$ ) initially decreased then stabilized, while  $a^*$  (red-green) and  $b^*$  (yellow-blue) values first increased then declined. Total polysaccharides and oligosaccharides showed overall decreasing trends, whereas reducing sugars initially increased before stabilizing. Fructose and glucose levels rose continuously, while sucrose and kestose decreased progressively, becoming undetectable after five cycles. **Conclusion:** The chromatic alteration and saccharide composition of *P. kingianum* showed significant correlation with processing duration. Both total color difference ( $Eab^*$ ) and reducing sugar content stabilized after four processing cycles (12 hours), suggesting that four cycles of steaming and sun-drying may represent the optimal processing duration.

**Key words:** *Polygonatum kingianum* Coll. et Hemsl.; processing; nine-time repeating steaming and sun-drying; chromatic value; total reducing sugar; total polysaccharides

黄精(*Polygonati Rhizoma*),为百合科多年生草本药用植物,具有补气养阴,健脾润肺的功效。《中国药典》2020年版以滇黄精 *Polygonatum kingianum* Coll. et Hemsl.、黄精 *Polygonatum sibiricum* Red. 及多花黄精 *Polygonatum cyrtoneuma* Hua 的干燥根茎收录入药<sup>[1]</sup>。黄精生品含有刺激性成分,服用时会产生麻舌感,经炮制后,不仅刺激性消除,其补益功效也得到显著增强<sup>[2]</sup>。历代入药也是兼用生品和炮制品。追溯黄精炮制历史沿革,《雷公炮炙论》中首载“单蒸法”,《千金翼方》继而发展出“重蒸法”,而唐代《食疗本草》中首推“九蒸九晒”的工艺。黄精的炮制方法多样,药用黄精炮制以蒸、炖为主,常用的辅料有黄酒、黑豆、熟地、蜂蜜等<sup>[3]</sup>。历代典籍中,“九蒸九晒”法记载最为详备,也是为现今最普遍的主流炮制方法。“九”在古代为虚数,泛指多数或多次,故各省市炮制规范也存在差异,主要体现在蒸晒次数(1~9次不等)及蒸制时间(多为4~12 h,也有20 h以上)的不同<sup>[4]</sup>。有研究发现,蒸制后黄精中皂苷含量增加约6~7倍,但反复长时间蒸晒皂苷含量会降低,单从活性成分保留考虑,总蒸制时间需控制在12 h以内<sup>[5]</sup>;也有学者报道,多花黄精五蒸五晒(15 h)后已达到传统外观质量要求,符合《中国药典》性状且多糖趋于稳定,有望作为九蒸九晒的改良工艺<sup>[6]</sup>。

在中医药理论体系中,“以形论质”与“表里关

联”的观点为炮制过程提供了独特视角。传统认为,炮制黄精以“色黑者为佳”,而糖类物质作为黄精中占比最大的一类化合物,被发现具有抗炎<sup>[7]</sup>、抗衰老<sup>[8]</sup>、改善骨质疏松<sup>[9]</sup>、降血糖<sup>[10]</sup>等作用。因此,本研究基于《本草图经》中对黄精炮制火候的传统经验鉴别标准——“汁尽色黑,当光黑如漆,味甘如饴糖”,系统考察了“九蒸九晒”过程中滇黄精饮片颜色特征“光黑如漆”与单糖、寡糖、多糖等糖类成分的动态变化规律及其相关性,为构建传统经验与现代质控相结合的黄精质量评价体系提供一定参考。

## 1 仪器与材料

仪器:电磁炉,UV-2700型紫外分光光度计(日本岛津公司),色差仪(3nh,YS6060),oven 125 control 电热鼓风干燥箱,Milli-Q型纯水仪(默克化工技术(上海)有限公司),Vanquish Flex CAD电喷雾超高压液相色谱仪(美国Thermo Fisher仪器公司),水浴锅,超声波清洗仪,粉碎机,电子天平。

试剂:硫酸(北京益利精细化学品有限公司,20240523),蒽酮(北京百灵威科技有限公司),酒石酸钾钠(湖南比克曼控股有限责任公司),苯酚(北京沃凯生物科技有限公司),亚硫酸钠(美国Sigma-Aldrich公司),无水乙醇(分析纯)、氢氧化钠、3,5-二硝基水杨酸(国药集团化学试剂有限公司),超纯

水(Milli-Q 纯水仪制备),乙腈(色谱纯),黄酒(浙江德清莫干山酒业有限公司,20241228)。

试药:滇黄精药材收集于云南德宏,经大理大学段宝忠教授鉴定为百合科植物滇黄精 *Polygonatum kingianum* Coll. et Hemsl. 的干燥根茎,炮制样品为实验室自制。果糖、葡萄糖、蔗糖对照品来自中国食品药品检定研究院,批号分别为:100231-202309、110833-202109、111507-202406;蔗果三糖对照品购自上海安谱实验科技股份有限公司,批号:2365629,含量 97.5%。

## 2 方法和结果

### 2.1 滇黄精炮制品的制备

选取滇黄精(编号:S0),每 100 kg 滇黄精加入 20 kg 黄酒,闷润至黄酒被吸收,黄精变软。置入蒸锅中,加入适量清水蒸制 3 h,切片,晾晒 48 h,即得一蒸一晒的黄精样品 S1,留样,其余拌入剩余汁液,继续加水蒸制,重复九次,得到九蒸九晒的黄精样品 S1~S9。

### 2.2 感官评价

测试人员从颜色、质地、气味、口感 4 个方面,对滇黄精 S0~S9 样品进行了描述。结果见表 1。

表 1 滇黄精九蒸九晒外观性状评价

Tab. 1 Evaluation of appearance and flavor of *Polygonatum kingianum* processed by nine-cycle steaming and sun-drying

编号	颜色	质地	气味	口感
S0	浅棕色	坚硬、不易折断	气微弱	味涩,麻舌感强
S1	黄褐色	硬且脆	略有香气	略有麻舌感
S2	褐色	质稍硬	略有香气	微有甜味,略涩
S3	深褐色	柔软	有香气	味甜,略涩
S4	棕黑色	柔软不易断	有香气	味甜,无涩味
S5	黑色	柔软且黏	气香	味甜,微苦
S6	乌黑色	柔软且韧	焦香气浓	味甜,微苦
S7	乌黑色	柔软且韧	焦香气	微甜,略苦
S8	乌黑色	柔软且韧	微糊味	酸味,味苦
S9	乌黑色	柔软且韧	微糊味	酸涩味重,有焦糊味

### 2.3 色度值测定

九蒸九晒黄精粉末外观颜色如图 1 所示,色差仪开机稳定后,使用仪器所带配件进行黑白校正,以  $L^*$  (亮度值,范围 0~100,依次表示由黑到白)、 $a^*$  (红绿值,  $+a^*$  值越大代表颜色越红,  $-a^*$  值越大代表颜色越绿)、 $b^*$  (黄蓝值,  $+b^*$  值越大代表颜色越黄,  $-b^*$  值越大代表颜色越蓝) 3 个参数表征黄精粉末颜

色,  $E_{ab}^*$  表示待测样品的总色差值,  $E_{ab}^* = \sqrt{L_*^2 + a_*^2 + b_*^2}$ 。  $\Delta E_{ab}^*$  代表样品与生品 S0 之间的颜色差异程度,光圈口径:15 mm。

### 2.3.1 方法学考察

取滇黄精 S1 样品细粉(过 5 号筛)均匀平铺于玻璃比色皿(2×4.5×1 cm)中,连续测定 6 次,记录  $L^*$ 、 $a^*$ 、 $b^*$  值, RSD 分别为 0.01%、0.06%、0.05%,表明仪器精密度良好;取 6 份滇黄精 S1 样品细粉,测定后计算  $L^*$ 、 $a^*$ 、 $b^*$  值的 RSD,分别为 0.29%、1.04%、0.64%,表明该方法重复性较好;取滇黄精 S1 样品细粉,测定室温下放置 0、2、4、8、16、24 h 时的  $L^*$ 、 $a^*$ 、 $b^*$  值,每个时间点重复测定 6 次,以平均值计算 RSD,分别为 0.38%、1.69%、1.09%,说明样品在 24 h 内稳定性良好。

### 2.3.2 样品测定

分别取滇黄精及其炮制品细粉均匀平铺在玻璃比色皿(2 cm×4.5 cm×1 cm)中,每个样品平行测定 3 次,计算  $L^*$ 、 $a^*$ 、 $b^*$ 、 $E_{ab}^*$  及  $\Delta E_{ab}^*$  的平均值,并记录样品与生品之间的颜色差异描述,如表 2 所示。黄精从生品至四蒸四晒期间颜色变化较大,到六蒸六晒后颜色基本稳定,推测黄精里与颜色相关的化学成分变化也趋于稳定。

### 2.4 还原糖含量测定

参考农业部标准 NY/T 2742-2015 水果及制品可溶性糖的测定中 3,5-二硝基水杨酸比色法<sup>[11]</sup> 配制 DNS 试剂,将 6.3 g 3,5-二硝基水杨酸和 262 mL 的 2 mol·L<sup>-1</sup> 氢氧化钠溶液混合,加入到含 185 g 酒石酸钾钠的 500 mL 的热水中,再加入 5 g 苯酚和 5 g 亚硫酸钠,不断搅拌溶解,冷却后加水定容至 1 000 mL,放置在棕色瓶里,待用。

#### 2.4.1 葡萄糖标准曲线

精密称取葡萄糖对照品置容量瓶中,加水配制成为 1 mg·mL<sup>-1</sup> 的对照品溶液。取 8 只试管依次加入 0、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6、0.8、1.0 mL 上述葡萄糖对照品溶液,以水调节体积至 4 mL,加入 5 mL DNS 显色剂后充分混匀,在沸水浴中反应 5 min 后,流水冷却至室温,加水定容至 10 mL。以管 1 为空白,照紫外-可见分光光度法在 540 nm 的波长处测定吸光度,建立葡萄糖标准曲线。

#### 2.4.2 供试品配制

精密称取黄精细粉 0.1 g 置锥形瓶中,加入 80% 乙醇溶液 30 mL 水浴回流 1 h,滤过,用 80% 乙醇溶液洗入 50 mL 容量瓶,定容至刻度线,即得黄精还原糖供试品溶液。

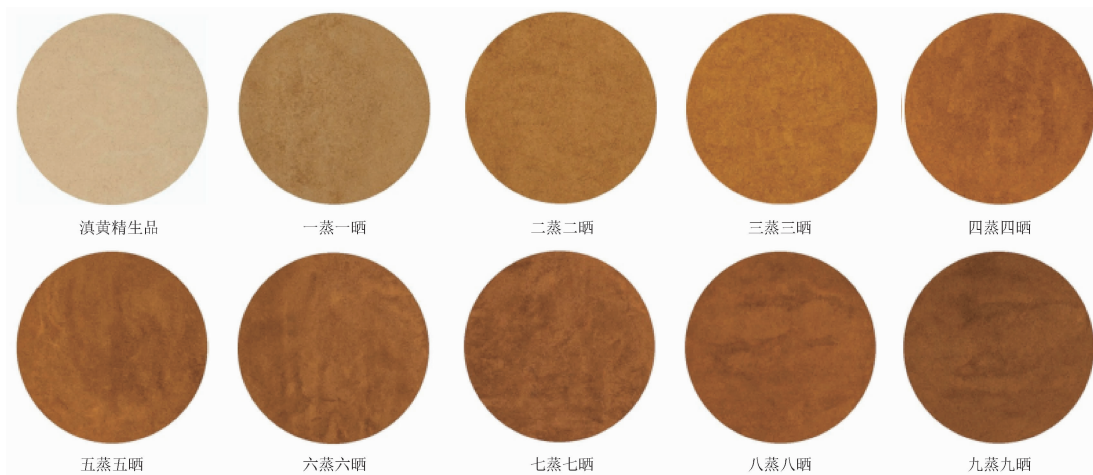


图1 滇黄精及炮制品颜色示意图

Fig. 1 Color schematic diagram of *Polygonatum kingianum* and its processed products

表2 滇黄精及炮制品粉末色度值测定结果

Tab. 2 Colorimetric value determination results of *Polygonatum kingianum* and its processed product powders

样品	$L^*$	$a^*$	$b^*$	Eab <sup>*</sup>	$\Delta Eab^*$ (相对于生品)	与生品颜色差异
S0	83.930 ± 0.000	3.353 ± 0.006	16.243 ± 0.015	85.553 ± 0.003	-	无
S1	70.017 ± 0.006	8.247 ± 0.006	25.010 ± 0.010	74.805 ± 0.007	17.158 ± 0.006	偏暗,偏红,偏黄
S2	64.633 ± 0.006	9.743 ± 0.006	25.197 ± 0.006	70.052 ± 0.006	22.212 ± 0.005	偏暗,偏红,偏黄
S3	54.890 ± 0.010	11.163 ± 0.006	20.627 ± 0.021	59.691 ± 0.009	30.39 ± 0.012	偏暗,偏红,偏黄
S4	50.953 ± 0.006	10.287 ± 0.015	16.680 ± 0.010	54.592 ± 0.008	33.701 ± 0.004	偏暗,偏红
S5	51.457 ± 0.006	9.417 ± 0.012	15.893 ± 0.021	54.672 ± 0.006	33.036 ± 0.005	偏暗,偏红
S6	48.953 ± 0.015	8.057 ± 0.006	12.983 ± 0.012	51.283 ± 0.017	35.442 ± 0.016	偏暗,偏红,少黄
S7	48.227 ± 0.012	8.207 ± 0.006	12.417 ± 0.006	50.471 ± 0.011	36.234 ± 0.012	偏暗,偏红,少黄
S8	47.503 ± 0.015	7.970 ± 0.010	11.790 ± 0.026	49.589 ± 0.020	36.987 ± 0.019	偏暗,偏红,少黄
S9	47.283 ± 0.006	7.120 ± 0.000	11.040 ± 0.010	49.074 ± 0.008	37.205 ± 0.007	偏暗,偏红,少黄

2.4.3 标准曲线

线性方程为:  $y = 17.538x - 0.1829$ , 扣除空白后线性范围的吸光度值为 0.134 ~ 1.574,  $r$  值为 0.9989, 标准曲线的线性良好。

2.4.4 方法学考察

2.4.4.1 精密度试验 取 S9 样品, 在 540 nm 波长下连续测定 6 次, 算得吸光度的 RSD 为 0.086%, 表明仪器精密度良好。

2.4.4.2 稳定性试验 取 S9 样品, 在室温下分别放置 0、10、30、60、90、150 min 后测定吸光度, 算得吸光度的 RSD 为 0.74%。表明在 0 ~ 150 min 内, 样品稳定性较好。

2.4.4.3 重复性试验 取 6 份 S9 粉末, 平行制备, 记录吸光度值, 算得 6 个样品还原糖含量的 RSD 为 1.11%, 表明方法重复性较好。

2.4.4.4 加样回收率试验 取 6 份已知含量的 S9 黄精细粉 0.05 g 精密称定, 置于锥形瓶中, 分别精

密加入 2.4.1 项下  $1 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$  的葡萄糖对照品溶液 0.25 mL, 按 2.4.1 葡萄糖标准曲线测定方法测定吸光度, 算得加样回收率为 95.70% ~ 99.66%, 平均回收率为 97.85% ( $\text{RSD} = 1.42\%$ ,  $n = 6$ )。

2.4.5 还原糖含量测定

按 2.4.2 项下制备黄精 S0 ~ S9 样品, 精密吸取 0.5 mL 样品液, 按 2.4.1 项下标准曲线制备方法自“以水调节体积至 4 mL”起操作, 在 540 nm 的波长处测定吸光度, 根据标准曲线计算滇黄精还原糖含量, 结果见表 3。

2.5 总多糖和总寡糖含量测定

参考《中国药典》2020 年版, 黄精【含量测定】项<sup>[1]</sup>, 采用紫外-可见分光光度法, 蒽酮-硫酸法测量黄精生品及炮制品中总多糖的含量变化。

2.5.1 标准曲线的制备

取干燥至恒重的无水葡萄糖对照品 33 mg, 精密称定, 放置于 100 mL 量瓶中, 加水溶解并稀释至

刻度,摇匀,即得  $0.33 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$  的无水葡萄糖对照品溶液。

精密量取对照品溶液 0、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6 mL,分别置 10 mL 具塞刻度试管中,各加水或 80% 乙醇溶液至 2.0 mL,摇匀,在冰水浴中缓缓滴加 0.2% 蒽酮-硫酸溶液至刻度,混匀,放冷后置水浴中保温 10 min,取出,立即置冰水浴中冷却 10 min,取出,以管 1 为空白。照紫外-可见分光光度法在 582 nm 波长处测定吸光度,以吸光度为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线。

### 2.5.2 供试品溶液制备

精密称定干燥至恒重的滇黄精 S0 ~ S9 细粉 0.25 g,80% 乙醇溶液 150 mL 回流 1 h,趁热滤过,以 80% 热乙醇溶液洗涤 3 次,每次 10 mL,放冷,滤液定容至 250 mL 容量瓶中,再取 8 mL,定容到 50 mL 容量瓶里,摇匀,得到黄精寡糖供试品溶液。残渣和滤纸放置于锥形瓶,沸水浴中回流提取 1 h,趁热滤过,残渣及锥形瓶用热水洗涤 4 次,每次 10 mL,合并滤液与洗液,放冷后定容至 250 mL 容量瓶中,摇匀,得到黄精多糖供试品溶液。

### 2.5.3 标准曲线

总寡糖线性方程为:  $y = 42.336x + 0.0137$ ,  $r = 0.9990$ ,扣除空白后线性范围的吸光度值为 0.152 ~ 0.844;总多糖的线性方程为:  $y = 50.569x - 0.0026$ ,  $r = 0.9966$ ,吸光度值范围为 0.176 ~ 0.992,标准曲线的线性良好。

### 2.5.4 多糖及寡糖样品测定

分别精密量取 2.5.2 项下黄精寡糖供试品溶液 1 mL 置于 10 mL 具塞干燥试管中,按照标准曲线制备项下的方法,自“加水至 2 mL”起,依法测定吸光度。同法精密量取 2.5.2 项下黄精多糖供试品溶液,置 10 mL 具塞干燥试管中,按照标准曲线制备项下的方法,自“加水至 2 mL”起,依法测定吸光度,结果如表 3 所示。

## 2.6 CAD 测定黄精中 4 种糖含量

测定滇黄精及炮制品中 4 种糖类成分的含量,分别是果糖、葡萄糖、蔗糖、蔗果三糖。

### 2.6.1 液相条件

采用电雾式检测器, Ecosil Grace Carbohydrate ES(4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 色谱柱。流动相 A 为乙腈, B 为水,溶剂比例随时间呈线性变化,梯度洗脱: 0 ~ 18 min, 16% → 22% B; 18 ~ 22 min, 22% B; 28 ~ 30 min, 22% → 30% B; 30 ~ 35 min, 30% B; 35 ~ 40 min, 30 → 35% B; 41 ~ 47 min, 80% B;

48 ~ 55 min, 16% B。

### 2.6.2 供试品制备

精密称取滇黄精生品及炮制品细粉 0.5 g,置于具塞锥形瓶中,精密加入 80% 乙醇溶液 50 mL,称重,超声 30 min 后取出,放冷,用 80% 乙醇溶液补足减失的重量,摇匀,0.22 μm 滤膜滤过,取续滤液即得。

### 2.6.3 对照品及阴性对照配制

精密称取 4 种对照品,配成果糖、葡萄糖、蔗糖、蔗果三糖浓度分别为 2、0.5、0.5、0.25  $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$  的混合标准品溶液;按 2.6.2 项下制备不含果糖、葡萄糖、蔗糖、蔗果三糖的阴性对照。以 2.6.1 的液相条件进样分析,结果见图 2。

### 2.6.4 方法学考察

2.6.4.1 线性关系、定量限和检测限考察 分别精密称定果糖对照品 50 mg,葡萄糖 20 mg,蔗糖及蔗果三糖对照品 10 mg,以 80% 乙醇溶液为溶剂,梯度稀释得到系列质量浓度的果糖(5.002、2.501、1.251、0.625、0.313、0.156  $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ )、葡萄糖(2.045、1.023、0.511、0.256、0.128、0.064  $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ )、蔗糖(1.012、0.506、0.253、0.126、0.063、0.032  $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ )及蔗果三糖(1.006、0.503、0.252、0.126、0.063、0.031  $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ )对照品溶液,按 2.6.1 项下的条件进样分析,记录峰面积,以峰面积为纵坐标( $y$ ),质量浓度为横坐标( $x$ )进行线性回归,得到的曲线方程分别为,果糖:  $y = 29.927x + 11.536$ ,  $r = 0.9991$ ;葡萄糖:  $y = 28.749x + 2.3543$ ,  $r = 0.9988$ ;蔗糖:  $y = 51.523x + 2.0467$ ,  $r = 0.9981$ ;蔗果三糖:  $y = 34.783x + 1.7658$ ,  $r = 0.9970$ ,各标准曲线在线性范围内关系良好。将对照品溶液逐级稀释后进样测定,以信噪比(S/N)分别为 3:1、10:1 时的浓度分别作为检测限(LOD)和定量限(LOQ),得到果糖、葡萄糖、蔗糖、蔗果三糖的 LOD 分别为:0.0312、0.065、0.0195、0.0292  $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ; LOQ 分别为:0.104、0.195、0.065、0.0975  $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

2.6.4.2 精密度试验 精密吸取 2.6.3 项下的混合对照品溶液 10 μL,按 2.6.1 项下条件测定,连续进样 6 次,测得 6 次结果峰面积的 RSD 分别为,果糖:1.011%,葡萄糖:0.661%,蔗糖:0.918%,蔗果三糖:1.449%,表明仪器精密度良好。

2.6.4.3 稳定性试验 精密吸取滇黄精生品 S0 溶液 10 μL,分别在 0、2、4、8、16、24 h 进样,测得 6 次结果峰面积的 RSD 分别为果糖:2.262%,葡萄糖:2.184%,蔗糖:2.461%,蔗果三糖:2.499%,表明方

法稳定性较好。

2.6.4.4 重复性试验 取滇黄精生品细粉 0.5 g 共 6 份,按 2.6.2 项下制备供试品溶液,按 2.6.1 项下条件进样,记录峰面积,得到果糖、葡萄糖、蔗糖、蔗果三糖的平均含量分别为:56.170、28.142、40.730、10.637 mg · g<sup>-1</sup>,RSD 分别为 1.794%、2.538%、2.412%、1.498%,表明该方法重复性良好。

2.6.4.5 加样回收率试验 取已知含量的滇黄精生品 0.25 g,精密称定 6 份,分别精密加入 4 种对照

品溶液,按 2.6.2 项下制备,进样,记录峰面积,得到果糖、葡萄糖、蔗糖、蔗果三糖的平均加样回收率分别为:98.868%、101.474%、101.265%、100.881%,RSD 分别为 3.045%、3.182%、3.721%、3.917%,表明此方法准确度良好。

2.6.5 样品含量测定

按 2.6.2 项下制备滇黄精 S0 ~ S9 样品,2.6.1 条件进样,测定 4 种糖类成分的含量,结果见图 3 及表 3。

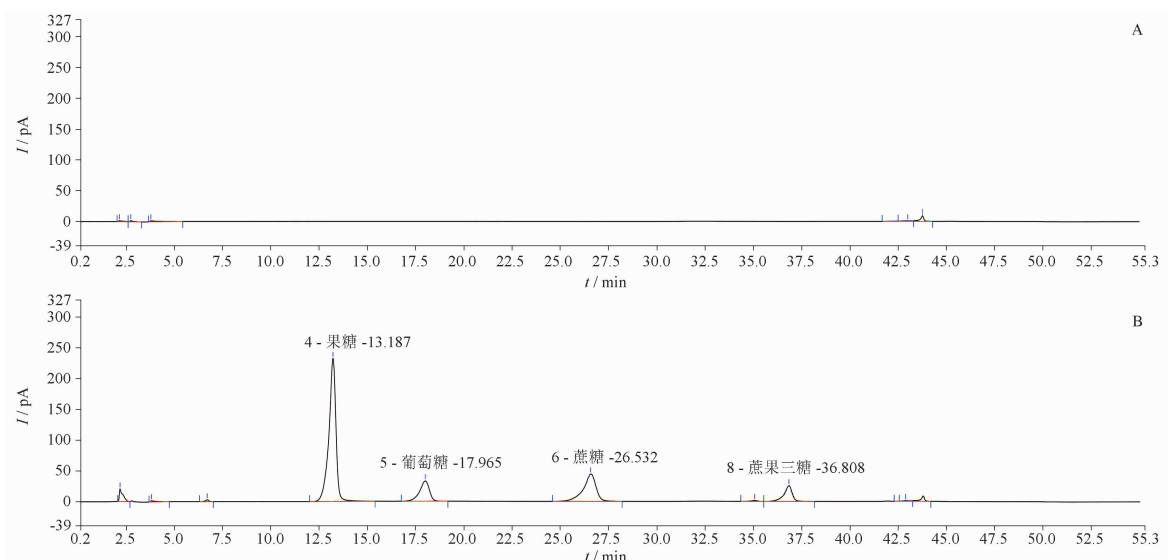


图 2 阴性对照色谱图 (A),果糖、葡萄糖、蔗糖及蔗果三糖混合对照品色谱图 (B)

Fig. 2 Negative control chromatogram (A), Chromatogram of fructose, glucose, sucrose, and kestose mixed reference standard (B)

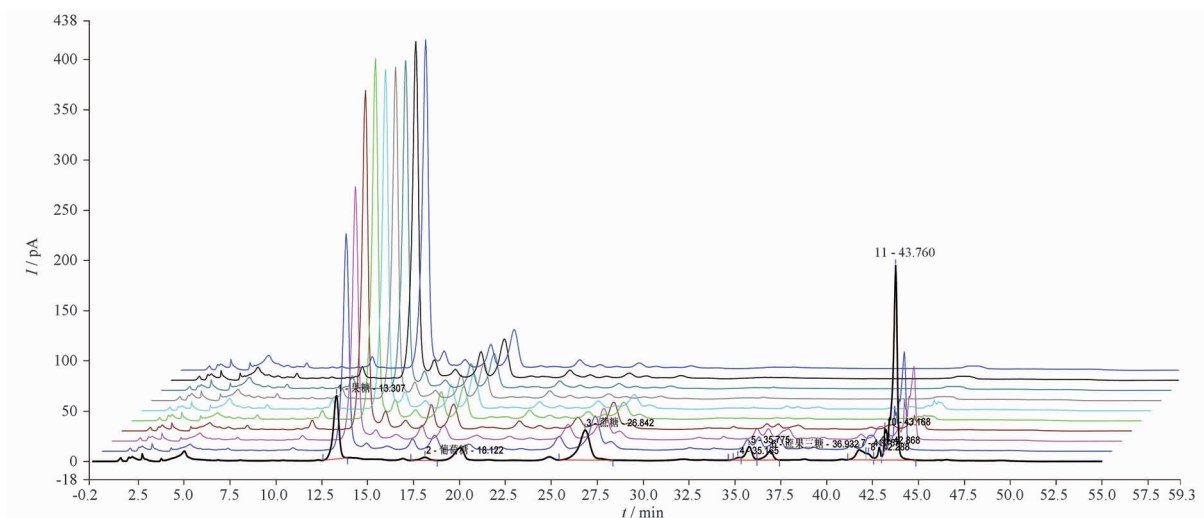


图 3 滇黄精及其炮制品色谱图

Fig. 3 Chromatogram of *Polygonatum kingianum* and its processed products

2.7 数据分析

2.7.1 色度值数据分析

将滇黄精及炮制品的色度参数  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ,

Eab\* 值导入 SIMCA 14.1 及 SPSS 22.0 统计软件,进行层次聚类分析 (Hierarchical clustering analysis, HCA) 与无监督的主成分分析 (principal component

表3 滇黄精及其炮制品糖含量(n=2)

Tab. 3 Sugar content of *Polygonatum kingianum* and its processed products(n=2)

样品	含量%						
	总还原糖	总多糖	总寡糖	果糖	葡萄糖	蔗糖	蔗果三糖
S0	5.343	10.855	59.712	6.770	1.388	2.948	2.015
S1	26.833	6.277	43.175	16.638	1.705	2.545	0.718
S2	35.604	4.297	42.033	23.554	2.331	3.350	0.746
S3	52.209	3.453	28.815	27.601	3.472	2.531	-
S4	54.580	3.349	27.820	27.562	3.589	0.968	-
S5	52.932	4.028	26.916	27.419	4.069	-	-
S6	48.199	6.376	26.734	27.185	4.208	-	-
S7	50.482	6.352	27.512	26.670	4.222	-	-
S8	53.000	5.810	27.193	26.390	4.096	-	-
S9	50.108	6.268	31.774	26.230	4.212	-	-

analysis,PCA),结果如图4、5所示,HCA结果表明,不同蒸晒时间的滇黄精可划分为5类,生品S0自成一类,S1与S2聚为一类,S3自成一类,S4~S5聚为一类,S6~S9聚为一类。PCA结果显示,PC1和PC2的贡献率分别为63.068%和36.139%,累积贡献率达99.207%,说明PC1和PC2能较好反映黄精不同粉末的颜色信息,黄精生品在第4象限,S1~S2在第1象限,S4~S5在第2象限,S6~S9集中分布在第3象限。

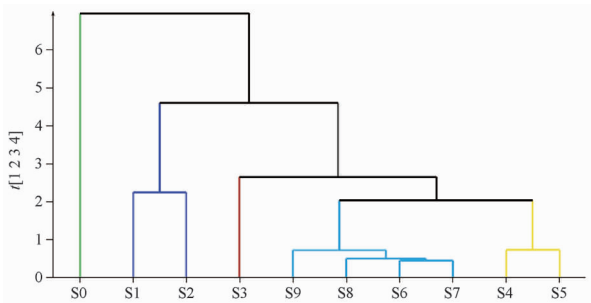


图4 滇黄精及其炮制品粉末色度值 HCA 图  
Fig. 4 HCA plot of powder color values of *Polygonatum kingianum* and its processed products

2.7.2 糖含量数据分析

将滇黄精及炮制品的主要糖成分含量导入 SIMCA 14.1 进行 HCA 与 PCA 分析,观察到不同蒸晒时间的黄精样品间聚类与自然聚集,如图 6、7 所示,HCA 结果表明,不同蒸晒时间的黄精样品可划分为 5 类,生品 S0 自成一类,S1 与 S2 聚为一类,S3 自成一类,S4~S5 聚为一类,S6~S9 聚为一类。PCA 结果显示,PC1 和 PC2 的贡献率分别为 52.565% 和 45.243%,累积贡献率达 97.808%,说明该数据能够较好地反映黄精不同样品的糖含量信息,黄精生品

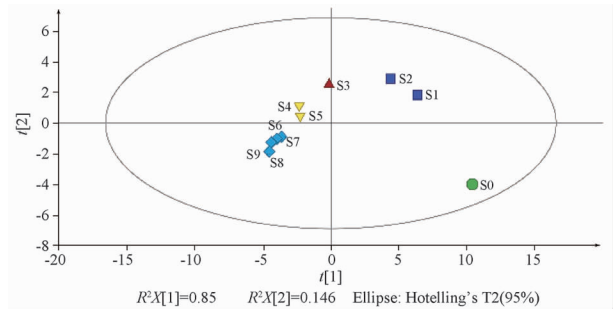


图5 滇黄精及其炮制品粉末色度值 PCA 图  
Fig. 5 PCA plot of powder chromaticity values of *Polygonatum kingianum* and its processed products

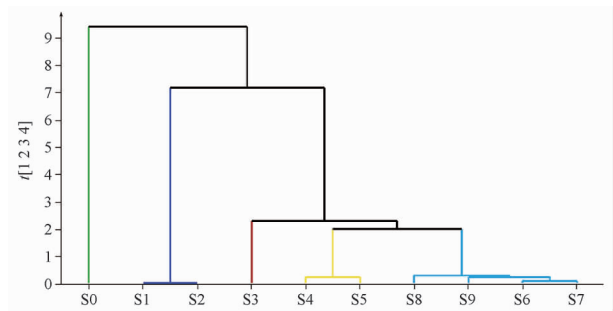


图6 滇黄精及其炮制品糖含量 HCA 图  
Fig. 6 HCA plot of sugar content in *Polygonatum kingianum* and its processed products

在第2象限,S1~S2在第3象限,S4~S5在第4象限,S6~S9集中分布在第1象限。

2.8 黄精颜色变化与糖含量的相关性分析

将滇黄精及炮制品的粉末颜色  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $Eab^*$  值以及糖含量数据导入 SPSS 22.0 及 origin 2024 软件,进行 Pearson 相关性分析,如图 8 所示,结果显示, $L^*$ 、 $Eab^*$  值与总寡糖、蔗糖、蔗果三糖

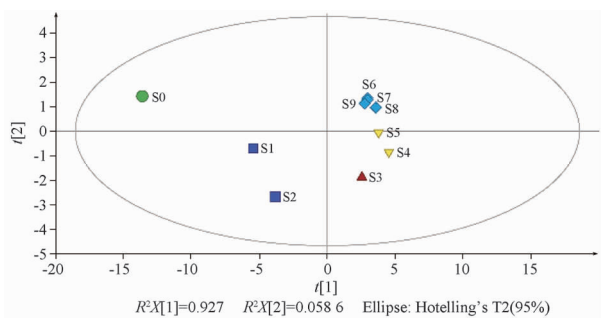


图7 滇黄精及其炮制品糖含量 PCA 图

Fig. 7 PCA plot of sugar content in *Polygonatum kingianum* and its processed products

含量呈显著正相关 ( $P < 0.01$ ), 与总还原糖、果糖、葡萄糖含量呈显著负相关 ( $P < 0.01$ );  $a^*$  值与果糖、总还原糖含量呈显著正相关 ( $P < 0.05$ ), 与总多糖、蔗糖三糖呈显著负相关 ( $P < 0.05$ ,  $P < 0.01$ );  $b^*$  值与蔗糖含量呈显著正相关 ( $P < 0.01$ ), 与葡萄糖含量呈显著负相关 ( $P < 0.05$ ), 说明黄精炮制过程中颜色变化可能作为提示糖含量变化的一个依据。

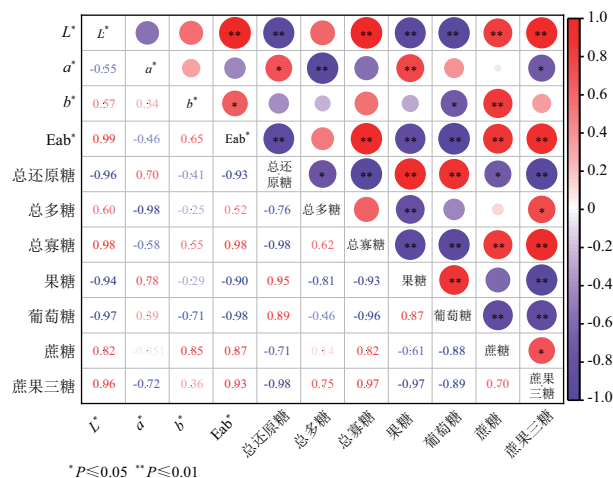


图8 滇黄精及炮制品的色度值与糖含量 Pearson 相关性分析热图

Fig. 8 Heatmap of Pearson correlation analysis between chromaticity values and sugar content in *Polygonatum kingianum* and its processed products

### 3 讨论

《本草蒙筌》强调,“凡药制造,贵在适中,不及则功效难求,太过则气味反失”,指出药材炮制需把握适度,黄精炮制过程中颜色由浅黄转为深黑,直观反映内在成分的变化。 $L^*$  为亮度值,  $a^*$  为红绿值,  $b^*$  为黄蓝值,黄精炮制品  $L^*$  下降,  $a^*$  有所上

升,说明相对与生品,炮制品颜色偏暗、偏红,使得整体呈现黑褐色。这与炮制过程中发生的复杂非酶褐变反应,包括美拉德反应、焦糖化反应、抗坏血酸氧化及酚类自动氧化有关<sup>[12-13]</sup>,游离糖与氨基酸在加热条件下发生反应,生成类黑素等黑褐色物质,黄精多糖在高温高湿环境下发生水解,产生葡萄糖、果糖等大量还原糖,形成“味甘如饴”的特征;同时,蛋白质和游离氨基酸在加热中释放,进一步增强了美拉德反应<sup>[14]</sup>,导致黄精颜色由生品的“淡黄色至黄棕色”,转变为炮制品的“表面棕褐色至黑色”。

层次聚类分析显示,能够将炮制过程分为 S0、S1 ~ S2、S3 ~ S9 共 3 个大组,但由于第 3 类组内数据过多,可以再细分为 3 类,并且结合感官口感评价,生品与早期炮制品 S1-S3 存在麻涩味, S4 味甜无苦涩味,后期 S6-S9 有苦涩焦糊味,但口感评价并未量化加入到 HCA 分类中。因此综合考虑,将炮制过程分为 5 类。结合传统“从巳至子”的记载,表明 12 h 为较优炮制终点,此时化学成分与口感达到较佳的平衡。对于 CAD 参数的选择,增大滤波常数能有效滤除高频随机噪声,但滤波常数增加到 10 s 时,与 5 s 相比自动噪声变化不大,且此时色谱响应低于滤波常数为 5 s 时。检测室温度在 50 °C 下目标物响应较高,综合考虑,设置 CAD 检测器采集频率为 10 Hz,滤波常数 5.0 s,蒸发温度 50 °C 的条件。

《中国药典》自 2005 年版至 2020 年版均收录酒黄精为炮制饮片,其含量测定项采用紫外-可见分光光度法(蒽酮-硫酸法)测定总多糖含量,规定以无水葡萄糖计不得低于 4.0%。然而现代研究证实,黄精炮制过程中多糖含量呈现显著下降趋势,蒸制时长与多糖含量呈负相关<sup>[15-16]</sup>,而且《中国药典》2025 年版已删除酒黄精的多糖含量测定项<sup>[17]</sup>,新增蒸黄精饮片,但仅要求“炖透或蒸透”,缺乏关键可量化质量控制指标。实验发现,滇黄精炮制过程中  $L^*$ 、 $a^*$ 、 $b^*$  在 S4 后趋于稳定,结合感官颜色评价, S4 饮片外表为棕黑色, S6 ~ S9 为乌黑色,因此建议将滇黄精炮制品色度值  $L^* \leq 55$ ,  $a^* \geq 6$ ,  $b^* \leq 18$  作为炮制到位的数字化性状特征。

有研究指出,炮制后黄精多糖的生物活性(如免疫调节、抗氧化)有所增强<sup>[18]</sup>。这可能归因于炮制过程中多糖分子量的适度降低,从而改善了其在体内的溶解性、吸收率和代谢利用效率。此外,炮制对黄精活性成分的影响不仅限于糖类,还涉及其他

成分(如多糖、皂苷、酚类等)转化的动态过程,目前尚未完全阐明其炮制增效机制,未来的研究应重点聚焦于运用糖谱学、代谢组学等现代分析技术,结合近红外光谱等快检技术,深入解析整个炮制链条中多糖、皂苷等关键活性成分的转化规律及其协同增效机制,为优化炮制工艺和建立更科学全面的质量评价体系提供坚实依据。

### 参考文献

- [ 1 ] 中国药典 2020 年版. 一部 [S]. 2020: 319. [ 2 ] 蒋彤. 多花黄精炮制化学及炮制增效机理研究 [D]. 北京: 中国中医科学院, 2023.
- [ 3 ] 段宝忠, 陶爱恩. 中国黄精 [M]. 北京: 中国中医药出版社, 2024.
- [ 4 ] 曲寿河, 程喜乐, 潘英妮, 等. 黄精产地加工及炮制方法的历史沿革 [J]. 沈阳药科大学学报, 2020, 37(4):379.
- [ 5 ] 吴兰兰, 黄宁炜, 熊梅惠, 等. 九蒸九制过程对 3 种黄精功效成分影响的比较研究 [J]. 科技创新与应用, 2023, 13(20):49.
- [ 6 ] 郑晓倩, 金传山, 张亚中, 等. 黄精九蒸九晒炮制过程中糖类成分动态变化 [J]. 中成药, 2020, 42(7):1837.
- [ 7 ] He L L, Yan B X, Yao C Y, *et al.* Oligosaccharides from *Polygonatum Cyrtoneura* Hua: Structural characterization and treatment of LPS-induced peritonitis in mice [J]. Carbohydr Polym, 2021, 255: 117392.
- [ 8 ] 陆佳岑, 薛畅, 姜程曦. 黄精及有效成分抗衰老作用机制的研究进展 [J]. 中草药, 2023, 54(14):4732.
- [ 9 ] Du L, Nong M N, Zhao J M, *et al.* *Polygonatum sibiricum* polysaccharide inhibits osteoporosis by promoting osteoblast formation and blocking osteoclastogenesis through Wnt/ $\beta$ -catenin signalling pathway [J]. Scientific Reports, 2016, 24:6:32261.
- [ 10 ] Cai J L, Zhu Y L, Zuo Y J, *et al.* *Polygonatum sibiricum* polysaccharide alleviates inflammatory cytokines and promotes glucose uptake in high-glucose-and high-insulin-induced 3T3-L1 adipocytes by promoting Nrf2 expression [J]. Mol Med Rep, 2019, 20(4):3951.
- [ 11 ] NY/T 2742-2015 中华人民共和国农业行业标准. 水果及制品可溶性糖的测定 3,5-二硝基水杨酸比色法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2015.
- [ 12 ] 王春婷. 基于非酶褐变反应研究月柿果片在微波干燥中的变色机理 [D]. 广州: 广州中医药大学, 2023.
- [ 13 ] Lund M N, Ray C A. Control of maillard reactions in foods: strategies and chemical mechanisms [J]. J Agric Food Chem, 2017, 65(23):4537.
- [ 14 ] 张帆. 九蒸九制过程中黄精感官品质形成规律及主要活性物质变化研究 [D]. 南宁: 广西大学, 2022.
- [ 15 ] 刁卓, 刘军玲, 胡冲, 等. 基于酒黄精炮制前后糖类成分的变化探讨《中国药典》酒黄精含量测定指标的合理性 [J]. 中国药事, 2022, 36(1):56.
- [ 16 ] 董宁, 陈西, 李旭博, 等. 基于颜色-多糖-抗氧化活性关联分析探究黄精九蒸九制质量变化 [J]. 中草药, 2025, 56(2):476.
- [ 17 ] 李浩, 申明睿, 张鹏, 等. 2025 年版《中国药典》一部主要增修订内容介绍 [J]. 中国药品标准, 2025, 26(1):17.
- [ 18 ] Sun T T, Zhang H, Li Y, *et al.* Physicochemical properties and immunological activities of polysaccharides from both crude and wine-processed *Polygonatum sibiricum* [J]. Int J Biol Macromol, 2020, 143: 255.

(收稿日期:2025-06-18)