

IAC-HPLC-ESI-MS/MS 法测定不同产地柏子仁中 4 种黄曲霉毒素

刘震营， 王玲娜， 蒲高斌， 张永清*
(山东中医药大学 药学院，山东 济南 250000)

摘要：目的 建立 IAC-HPLC-ESI-MS/MS 法测定不同产地柏子仁 *Platycladus orientalis* (L.) Franco 中黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂ 的含量。**方法** 柏子仁 70% 甲醇提取物的分析采用 HALO 90A C₁₈ 色谱柱 (2.1 mm×100 mm, 2.7 μm)；流动相 0.1% 甲酸-甲醇，梯度洗脱；柱温 40 ℃；体积流量 0.25 mL/min。利用高效液相色谱串联三重四级杆质谱法进行测定。**结果** 黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂ 在各自范围内线性关系良好 ($r>0.998\ 5$)，平均加样回收率 81.33% ~ 97.92%，RSD 1.36% ~ 15.02%。所测的 14 批柏子仁样品中，12 批样品检测呈阳性，黄曲霉毒素污染率高达 71.43%。**结论** 该方法简便快速，重复性高，灵敏度好，适合柏子仁样品中黄曲霉毒素含量的检测。
关键词：柏子仁；产地；黄曲霉毒素；高效液相色谱-三重四级杆质谱联用
中图分类号：284.1 **文献标志码：**A **文章编号：**1001-1528(2021)05-1236-06
doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2021.05.024

Determination of four aflatoxins in *Platycladus orientalis* from different growing areas by IAC-HPLC-ESI-MS/MS

LIU Zhen-ying, WANG Ling-na, PU Gao-bin, ZHANG Yong-qing*
(College of Pharmacy, Shandong University of Chinese Medicine, Jinan 250000, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish an IAC-HPLC-ESI-MS/MS method for the content determination of aflatoxins B₁, B₂, G₁, and G₂ in *Platycladus orientalis* (L.) Franco from different growing areas. **METHODS** The analysis of 70% methanol extract of *P. orientalis* was performed on a 40 ℃ thermostatic HALO 90A C₁₈ column (2.1 mm×100 mm, 2.7 μm), with the mobile phase comprising of 0.1% formic acid-methanol flowing at 0.25 mL/min in a gradient elution manner, and the determination was performed by IAC-HPLC-ESI-MS/MS. **RESULTS** Aflatoxins B₁, B₂, G₁, and G₂ showed good linear relationships within their own ranges ($r>0.998\ 5$), whose average recoveries were 81.33%–97.92% with the RSDs of 1.36%–15.02%. Twelve out of fourteen batches of samples were tested positive, and thus there existed a 71.43% aflatoxin contamination rate. **CONCLUSION** This simple, rapid, reproducible and sensitive method can be used for the detection of aflatoxins in *P. orientalis*.
KEY WORDS: *Platycladus orientalis* (L.) Franco; growing areas; aflatoxins; IAC-HPLC-ESI-MS/MS

黄曲霉毒素是由黄曲霉菌和寄生曲霉菌相互作用产生的一类次级代谢产物，主要包括黄曲霉毒素 B₁、黄曲霉毒素 B₂、黄曲霉毒素 G₁、黄曲霉毒素 G₂、黄曲霉毒素 M₁ 和黄曲霉毒素 M₂^[1]。黄曲霉毒素 M₁ 和黄曲霉毒素 M₂ 主要存在于动物和乳制品中。中药材中主要含有黄曲霉毒素 B₁、黄曲霉毒素 B₂、黄曲霉毒素 G₁、黄曲霉毒素 G₂。其中，黄曲霉毒素 B₁ 具有最强的致癌性和毒性，而毒性尤为显着，是三氧化二砷的 68 倍，氰化钾的 10 倍，甚至三聚氰胺的 416 倍。它很容易对人和动物的肝脏组织造成损害，在严重的情况下甚至会导致肝癌甚至死亡^[2]。此外，暴露于较高浓度的黄曲

收稿日期：2020-07-20
基金项目：国家中医药管理局全国中药资源普查项目（GZY-KJS-2018-004）；山东省现代农业产业技术体系中草药产业创新团队（SDAIT-20-01）
作者简介：刘震营（1996—），男，硕士生，研究方向为中药资源及其质量控制。Tel: 18963461309, E-mail: 17862987069@163.com
* 通信作者：张永清（1962—），男，教授，博士生导师，研究方向为中药资源开发与利用。E-mail: zyg622003@126.com

霉毒素中可导致急性黄疸，肝衰竭和死亡。2002 年，黄曲霉毒素 B1 被国际癌症研究机构（IARC）列为 I 类强致癌物^[3]。从中药材的种植、收获、晾晒到加工、储藏、运输环节，若条件控制不好，容易滋生霉菌，甚至产生黄曲霉毒素，一些药材如柏子仁、酸枣仁等含丰富油脂，污染现象更为严重。而且污染后的黄曲霉毒素难以彻底消除，因此必须及时检测防控。2020 年版《中国药典》^[4]规定了 19 种中药材黄曲霉毒素限量标准，严格把控药材中黄曲霉毒素污染问题。

柏子仁，为柏科植物侧柏 *Platycladus orientalis* (L.) Franco 的干燥成熟种仁，具有养心安神、润肠通便、止汗的功效^[4]。现代化学成分研究表明，柏子仁含有脂类、氨基酸、皂苷、萜类和多糖等有效成分；现代药理活性研究表明，柏子仁具有镇静安神、抗抑郁、改善阿尔茨海默病、治疗不孕症等作用^[5-11]。柏子仁全国各地均产，主产于安徽、山东、陕西、河南等省，八九月份成熟，但受高温高湿天气等影响，使得部分柏子仁药材采收后便已滋生真菌，甚至已产生黄曲霉毒素等真菌毒素。而且后续晾晒、生产加工、储藏、运输等过程同样有可能产生黄曲霉毒素等真菌毒素^[12]。2020 年版《中国药典》^[4]规定柏子仁中黄曲霉毒素 B1 不得高于 5 μg/kg、黄曲霉毒素总量（黄曲霉毒素 B1+黄曲霉毒素 B2+黄曲霉毒素 G1+黄曲霉毒素 G2）不得高于 10 μg/kg。

目前关于黄曲霉毒素的测定主要有薄层色谱法（TLC）^[13]、酶联免疫检测法（ELISA）^[14-15]、高效

液相色谱法（HPLC）^[16-18]、液相色谱-串联质谱法（LC-MS/MS）^[19-21]等，期间还衍生出一些诸如量子点^[22]、免疫层析技术^[23]、传感器^[24-26]等快速检测方法。本研究采用 IAC-HPLC-ESI-MS/MS 建立柏子仁中黄曲霉毒素检测方法，并对不同产地柏子仁进行 4 种黄曲霉毒素的含量测定，分析产地因素对柏子仁中黄曲霉毒素污染程度的影响，以期为柏子仁的质量评价提供依据。

1 材料与方法

1.1 材料 高效液相色谱-串联三重四级杆质谱联用仪（配备 1260 型液相色谱仪、6420A 型三重四级杆质谱检测器，美国 Agilent 公司）；KQ-600DV 台式数控超声波清洗器（昆山市超声仪器有限公司）；LE204E 电子分析天平 [万分之一，瑞士梅特勒-托利多仪器（上海）有限公司]；5810R 高速离心机（德国 Eppendorf 公司）；DHM-200 多管漩涡混合仪（宁波洛尚智能科技有限公司）；黄曲霉毒素免疫亲和柱（北京华安麦科生物技术有限公司）。

柏子仁，2019 年秋季采自 14 个不同产地，信息见表 1，经山东中医药大学张永清教授鉴定为柏科植物侧柏 *Platycladus orientalis* (L.) Franco 的干燥成熟种仁。黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂ 混合对照品溶液（批号 LRAC0310，北京华安麦科生物技术有限公司），质量浓度分别为 1.0、0.3、1.0、0.3 mg/L。甲醇（分析纯，天津富宇精细化工有限公司）；吐温-20（北京索莱宝科技有限公司）；甲醇、甲酸（色谱纯，美国 Thermo Fisher 公司）；氯化钠（分析纯，天津登科化工试剂有限公司）。

表 1 样品信息

Tab. 1 Information of samples

样品	批号	来源	编号	坐标	采收时间
柏子仁	2019081301	山东东平	SD01	116°47'E/35°93'N	2019. 08. 13
柏子仁	2019080501	山东滕州	SD02	117°16'E/35°10'N	2019. 08. 05
柏子仁	2019081601	山东泗水	SD03	117°27'E/35°66'N	2019. 08. 16
柏子仁	2019073001	山东沂源	SD04	118°17'E/36°18'N	2019. 07. 30
柏子仁	2019081101	山东临朐	SD05	118°54'E/36°51'N	2019. 08. 11
柏子仁	2019110501	山东曲阜	SD06	116°98'E/35°58'N	2019. 11. 05
柏子仁	2019110502	山东台儿庄	SD07	117°73'E/34°56'N	2019. 11. 05
柏子仁	2019081501	山东济南	SD08	117°00'E/36°68'N	2019. 08. 15
柏子仁	2019082401	安徽宿州	AH01	116°98'E/33°63'N	2019. 08. 24
柏子仁	2019082402	安徽巢湖	AH02	117°87'E/31°60'N	2019. 08. 27
柏子仁	2019110503	陕西西安	SX01	109°74'E/38°29'N	2019. 10. 28
柏子仁	2019110504	陕西延川	SX02	110°19'E/36°88'N	2019. 10. 16
柏子仁	2019110505	陕西铜川	SX03	108°96'E/34°91'N	2019. 10. 19
柏子仁	2019081601	陕西绥德	SX04	110°26'E/37°49'N	2019. 10. 22

1.2 方法

1.2.1 柏子仁样品前处理

1.2.1.1 样品提取 精密称取 5 g(精确到 0.001 g) 柏子仁样品于 50 mL 离心管中，加入 1 g 氯化钠和

25 mL 70% 的甲醇溶液混匀, 振荡, 涡旋 5 min, 离心 3 min (2 500 r/min); 取 10 mL 上清液加入 40 mL 1% 吐温水溶液稀释, 用快速定量滤纸过滤, 并收集滤液作为上清液, 待净化洗脱。

1.2.1.2 净化洗脱 取 25 mL 上样液注入免疫亲和柱中; 待液体排干后, 用 10 mL 水洗涤 2 次, 弃去全部洗脱液; 待液体排干后, 加入 1 mL 甲醇, 收集洗脱液并定容至 1 mL; 洗脱液用 0.22 μm 滤膜过滤后转移至液相小瓶中用于后续分析。

1.2.2 色谱条件 HALO 90A C₁₈ 色谱柱(2.1 mm×100 mm, 2.7 μm); 流动相含 0.1% 甲酸水溶液(A)-甲醇(B), 梯度洗脱(0~4 min, 80%~62% A; 4~10 min, 62%~30% A; 10~10.20 min, 30%~0A; 10.2~15 min, 0~80% A); 体积流量 0.25 mL/min; 柱温 40 ℃; 进样量 3 μL。

1.2.3 质谱条件 离子源电喷雾离子源(ESI); 扫描类型正离子扫描; 扫描模式多反应监测模式(MRM); 干燥气温度 300 ℃; 干燥气体积流量 10 L/min; 雾化气压力 35 psi (1 psi=6.895 kPa); 毛细管电压 4 000 V; 4 种黄曲霉毒素的相关质谱参数见表 2。

表 2 4 种黄曲霉毒素质谱参数表

Tab. 2 Mass spectrometry parameters of four constituents

成分	<i>t_R</i> /min	母离子(<i>m/z</i>)	子离子(<i>m/z</i>)
黄曲霉毒素 B1 (ESI ⁺) ^a	11.78~12.00	313.2(150) ^b	241.2(42) ^c 285.2(20)
黄曲霉毒素 B2 (ESI ⁺)	11.24~11.45	315.2(135)	259.2(40) 287.2(30)
黄曲霉毒素 G1 (ESI ⁺)	10.78~10.86	329.2(135)	115.2(90) 243.2(40)
黄曲霉毒素 G2 (ESI ⁺)	10.19~10.38	331.2(135)	245.2(40) 189.2(70)

注:a 为离子模式,b 为碎裂电压,c 为碰撞能。

2 结果与分析

2.1 方法学考察

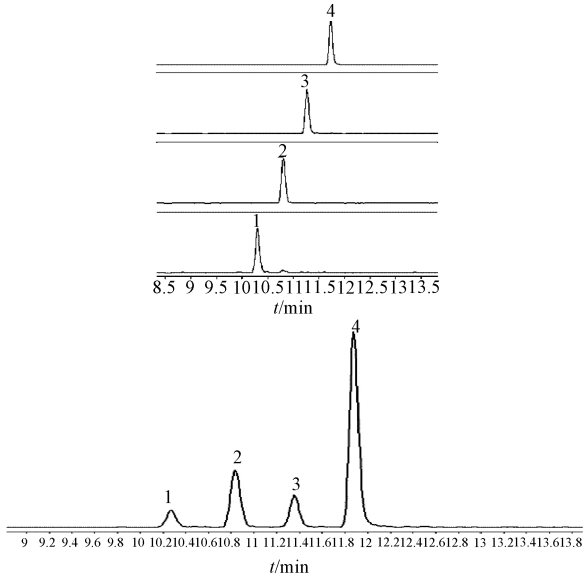
表 3 各成分线性关系

Tab. 3 Linear relationships of various constituents

成分	回归方程	<i>r</i>	线性范围/(ng·mL ⁻¹)	检测限/(ng·mL ⁻¹)	定量限/(ng·mL ⁻¹)
黄曲霉毒素 B ₁	<i>Y</i> =16.998 <i>X</i> +7.473 3	0.999 7	1.05~67.68	0.025	0.062
黄曲霉毒素 B ₂	<i>Y</i> =30.88 <i>X</i> -5.994 3	0.998 5	0.28~18.38	0.034	0.078
黄曲霉毒素 G ₁	<i>Y</i> =7.7436 <i>X</i> -7.011 5	0.999 2	1.01~64.56	0.042	0.090
黄曲霉毒素 G ₂	<i>Y</i> =11.037 <i>X</i> -9.875	0.999 1	0.31~20.13	0.027	0.065

2.1.3 重复性试验 取同一样品, 按“1.2.1”项下方法制备供试品溶液, 平行制备 6 份, 在“1.2.2”项色谱条件下进样, 计算 4 种黄曲霉毒素峰面积 RSD。测得 4 种黄曲霉毒素 RSD 分别为

2.1.1 线性关系考察 精密吸取黄曲霉毒素混合对照品溶液, 分别用甲醇稀释成 1.0、4.0、8.0、10.0、30.0、50.0、80.0 ng/mL 的系列对照品溶液, 用 0.22 μm 有机滤膜进行过滤, 在“1.2.2”项色谱条件下进样检测, 以黄曲霉毒素质量浓度为横坐标(*X*), 峰面积为纵坐标(*Y*), 进行回归, 以信噪比为 3 的浓度为检测限, 以信噪比为 10 的浓度为定量限, 结果见表 3, 色谱图见图 1。



1. 黄曲霉毒素 G₂ 2. 黄曲霉毒素 G₁ 3. 黄曲霉毒素 B₂ 4. 黄曲霉毒素 B₁

1. aflatoxin G₂ 2. aflatoxin G₁ 3. aflatoxin B₂ 4. aflatoxin B₁

图 1 4 种黄曲霉毒素 MRM 模式色谱图

Fig. 1 Chromatograms of four aflatoxins in MRM mode

2.1.2 精密度试验 配制质量浓度为 15.0 ng/mL 的黄曲霉毒素混合对照品溶液, 在“1.2.2”项色谱条件下连续进样 6 次, 测定 4 种黄曲霉毒素峰面积 RSD, 计算日内精密度; 然后再连续 6 d 进样, 测定 4 种黄曲霉毒素峰面积 RSD, 计算日间精密度。结果表明仪器精密度良好。

2.85%、4.17%、4.25%、3.62%, 表明该方法重复性良好。

2.1.4 稳定性试验 取同一样品, 按“1.2.1”项下方法制备供试品溶液, 分别于 0、1、2、4、

8、12、24 h，在“1.2.2”项色谱条件下进样，计算 4 种黄曲霉毒素峰面积 RSD。测得 4 种黄曲霉毒素 RSD 分别为 1.20%、1.07%、2.91%、1.23%，表明供试品溶液在 24 h 内稳定性良好。

2.1.5 加样回收率试验 选取同一柏子仁空白对照品，分别向其中加入不同水平的黄曲霉毒素混合对照品溶液，其中黄曲霉毒素 B₁、G₁ 的加标水平

为 1.5、5、10 ng/mL 3 个质量浓度，黄曲霉毒素 B₂、G₂ 的加标水平为 0.5、1.6、3.3 ng/mL 3 个质量浓度。按“1.2.1”项下方法制备供试品溶液，每个加标水平重复 3 次，在“1.2.2”项色谱条件下测定，计算 4 种黄曲霉毒素的加样回收率，结果见表 4。

表 4 各成分加样回收率试验结果

Tab. 4 Results of recovery tests for various constituents

成分	加标水平/(ng·mL ⁻¹)				平均回收率/%	RSD/%
	加入量	样品 1	样品 2	样品 3		
黄曲霉毒素 B ₁	1.5	1.37	1.29	1.23	86.44	5.42
	5	4.61	4.18	3.74	83.53	10.42
	10	9.24	9.3	9.06	92	1.36
黄曲霉毒素 B ₂	0.5	0.36	0.47	0.4	86	13.58
	1.6	1.57	1.51	1.62	97.92	3.51
	3.3	3.09	3.02	3.18	93.83	2.59
黄曲霉毒素 G ₁	1.5	1.19	1.44	1.35	88.44	9.54
	5	4.77	4.83	4.29	92.6	6.39
	10	9.92	9.46	9.81	97.3	2.47
黄曲霉毒素 G ₂	0.5	0.34	0.42	0.46	81.33	15.02
	1.6	1.58	1.52	1.42	94.17	5.36
	3.3	2.83	3.05	2.9	88.69	3.84

2.2 样品含量测定 对收集的 14 批来自不同产地的柏子仁药材按照上述检测方法进行含量测定，结果发现柏子仁污染率高达 71.43%，污染较严重，4 种黄曲霉毒素含量见表 5。由表 5 可知，陕西铜川和安徽宿州所产样品没有被黄曲霉毒素污染，而安徽巢湖和山东曲阜所产柏子仁样品污染严重，其中黄曲霉毒素 B₁ 含量分别高达 76.99、74.16 μg/kg。至于 4 种黄曲霉毒素的总量，安徽巢湖和山东曲阜含量最高，黄曲霉毒素总量分别高达 79.84、76.75 μg/kg。安徽巢湖、山东东平、山东曲阜、陕西延川四地所产的柏子仁中不仅黄曲霉毒素 B₁ 的含量超过了《中国药典》标准，黄曲霉毒素总量也远超限量标准，污染较为严重。

3 讨论

本研究建立了柏子仁中黄曲霉毒素含量测定的 IAC-HPLC-ESI-MS/MS 法，结果表明该方法稳定性、重复性良好，可用于检测柏子仁中黄曲霉毒素的含量。与 HPLC 法相比，具有精密度好、灵敏度高的优点，而酶联免疫法适合样本的快速检测，多用于样本含量粗筛及户外快检，该方法更适合用于实验室测定；与 LC-MS/MS 法相比，该方法对于柏子仁这一油脂含量高的样品，从研磨至最终质谱条件的确定，均具有特异性，且专属性强。据相关文献可知，目前针对柏子仁这一中药材进行黄曲霉毒

表 5 黄曲霉毒素含量测定结果

Tab. 5 Results of content determination for aflatoxins

编号	黄曲霉毒 素 B ₁	黄曲霉毒 素 B ₂	黄曲霉毒 素 G ₁	黄曲霉毒 素 G ₂	黄曲霉 毒素
SD01	32.62	7.93	4.13	2.16	46.84
SD02	4.97	1.04	1.94	—	7.95
SD03	2.44	—	—	—	2.44
SD04	2.80	0.32	1.55	1.35	6.02
SD05	0.44	—	—	—	0.44
SD06	74.16	2.59	—	—	76.75
SD07	0.33	—	—	—	0.33
SD08	0.85	0.49	1.68	—	3.02
AH01	—	—	—	—	—
AH02	76.99	2.85	—	—	79.84
SX01	3.56	1.20	3.36	1.53	9.65
SX02	23.33	0.45	—	—	23.78
SX03	—	—	—	—	—
SX04	0.27	0.52	—	—	0.79

注：“—”表示样品中未检出。

素含量测定的研究相对较少^[27-28]，与前期研究相比，该方法克服了柏子仁因油脂含量高在粉碎时粘结的现象，且更加简便，无需衍生化等操作，节省成本。

柏子仁产业链中各个环节可能产生污染黄曲霉毒素的条件，农户从采摘到销售，要尽可能保持干燥条件，将生产加工基地选择建在通风阴凉处，亦或避开八九月份高温高湿天气，选择低温干燥的冬季生产加工，从各方面减少霉菌滋生，降低黄曲霉

毒素产生的风险，保证柏子仁药材达到相关限量标准。而且柏子仁一旦污染黄曲霉毒素，很难有效脱除。据有关报道，黄曲霉毒素可通过冲洗或向其中加入某些挥发油、黄曲霉毒素降解菌的方式来降低其含量^[29-31]。此外，还有部分生物防控策略，如利用植物精油等天然成分抑制黄曲霉毒素生物合成的原理来抑制霉菌生长及产毒^[32-33]，但这些防控策略大都仅限于实验室使用，很难将其利用到整个黄曲霉脱除产业链中。

因此，未来在研究柏子仁生物防控及脱除策略如何应用于产业化的同时，要进一步加强柏子仁产业链中各种影响因素的研究，试图从源头把控柏子仁药材质量，以期减少霉菌及黄曲霉毒素的产生，提高柏子仁临床用药的安全。

参考文献：

[1] Mahuku G, Nzioki H S, Mutegi C, *et al.* Pre-harvest management is a critical practice for minimizing aflatoxin contamination of maize[J]. *Food Control*, 2019, 96: 219-226.

[2] Kamala A, Shirima C, Jani B, *et al.* Outbreak of an acute aflatoxicosis in Tanzania during 2016[J]. *World Mycotoxin J*, 2018, 11(3): 311-320.

[3] IARC (International Agency for Research on Cancer). Summaries and Evaluations; Aflatoxins [R]. IARC Press, France, 2002.

[4] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典：2020 年版一部 [S]. 北京：中国医药科技出版社，2020.

[5] 周 静，许一凡. 柏子仁化学成分与药理活性研究进展 [J]. 化学研究，2019，30 (4)：429-433.

[6] Rehman R, Hanif M A, Zahid M, *et al.* Reporting effective extraction methodology and chemical characterization of bioactive components of under explored *Platycladus orientalis* (L.) Franco from semi-arid climate [J]. *Nat Prod Res*, 2019, 33 (9)：1237-1242.

[7] Lin Z H, Liao W Z, Ren J Y. Physicochemical characterization of a polysaccharide fraction from *Platycladus orientalis* (L.) Franco and its macrophage immunomodulatory and anti-hepatitis B virus activities [J]. *J Agric Food Chem*, 2016, 64 (29)：5813-5823.

[8] 申 枢，纪思宇，李瑞海，等. 不同产地柏子仁中氨基酸成分比较分析 [J]. 中国实验方剂学杂志，2014，20 (9)：125-128.

[9] 李瑞海，冯 琳，马欣悦，等. 脂肪油和总二萜含量与柏子仁质量的相关性分析 [J]. 中国实验方剂学杂志，2015，21 (12)：9-11.

[10] 索金红，牟海军，刘晓娟，等. 柏子仁甙对阿尔茨海默病模型大鼠的行为改善作用及其相关作用机制 [J]. 中国比较医学杂志，2018，28 (6)：84-88.

[11] 赖双玲. 章勤教授治疗输卵管炎性不孕症的用药规律研究

[D]. 杭州：浙江中医药大学，2016.

[12] 郭梦月，庞晓慧. 中药材污染曲霉属真菌鉴定研究进展 [J]. 中草药，2018，49 (16)：3933-3941.

[13] 马海华，孙楫舟，甄 彤，等. 我国国家标准和行业标准中黄曲霉毒素测定方法综述 [J]. 食品工业科技，2016，37 (6)：360-366.

[14] 杨 艳，吴 鑫，朱应飞，等. 酶联免疫吸附法测定植物油中黄曲霉毒素 B₁ [J]. 食品安全质量检测学报，2018，9 (12)：3166-3170.

[15] 蒋佳伊，张 磊，秦 露，等. 高灵敏度黄曲霉毒素 B₁ 单克隆抗体的制备及其在中药材酸枣仁污染快速检测中的应用 [J]. 中国中药杂志，2020，45 (16)：3900-3907.

[16] 苏静华，张 超，钟水生，等. HPLC-FLD 免疫亲和柱-光衍生化法测定胖大海中黄曲霉毒素的残留量 [J]. 中国实验方剂学杂志，2014，20 (15)：75-78.

[17] 姜学涯，高荣航，梁景文，等. 低温法检测菜籽油黄曲霉毒素 B₁ 的研究 [J]. 中国油脂，2020，45 (1)：47-50.

[18] 于鹏浩，张 磊，秦家安，等. 免疫亲和柱净化光化学衍生高效液相色谱-荧光检测法同时测定土鳖虫中黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂、M₁、M₂ [J]. 中国中药杂志，2019，44 (23)：5083-5087.

[19] 诸 晨，钱 勇. 高效液相色谱-质谱联用法测定薏苡仁药材中黄曲霉毒素 [J]. 食品安全质量检测学报，2019，10 (5)：1273-1277.

[20] 王一晨，刘 奇，吴学贵，等. 高效液相色谱-串联质谱法测定花生中的黄曲霉毒素 B₁ [J]. 食品安全质量检测学报，2019，10 (7)：2059-2063.

[21] 孟繁磊，宋志峰，牛红红，等. 基于 UPLC-MS-MS 技术快速测定花生中 4 种黄曲霉毒素 [J]. 中国油脂，2018，43 (1)：136-139.

[22] 李满秀，任光明，杜丽娟，等. 碳量子点/银复合材料用于食用油中黄曲霉毒素 B₁ 的检测 [J]. 中国油脂，2018，43 (4)：53-56；83.

[23] 王邹璐琪，李立煌，李丹阳，等. 构建下转换荧光-适配体的免疫层析试纸条用于快速检测黄曲霉毒素 B₁ [J/OL]. 食品科学：1-11 [2020-07-02]. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.2206.TS.20200426.0950.002.html>.

[24] 易守军，黎 燕，张 敏，等. 纳米 Au/核酸适配体/硅量子点荧光传感体系用于黄曲霉毒素 B₁ 分析检测 [J]. 分析科学学报，2020，36 (1)：47-51.

[25] 欧阳秀颀，李 琳，张林威，等. 基于荧光共振能量转移的免疫传感器检测黄曲霉毒素 B₁ [J]. 食品与发酵工业，2020，46 (16)：226-230.

[26] 杨 妍，尹盈爱，董益阳. 纳米金-适配体比色传感法检测玉米油中黄曲霉毒素 B₁ [J]. 分析化学，2020，48 (5)：676-684.

[27] 谢 昕，李红艳. 免疫亲和柱净化-光化学柱后衍生-高效液相色谱法测定柏子仁中的黄曲霉毒素 [J]. 理化检验 (化学分册)，2016，52 (5)：541-544.

[28] 杨 晶，栾国华，杨润陆. 液相色谱-串联质谱法测定柏子仁中黄曲霉毒素残留量 [J]. 中国药业，2011，20 (14)：35-37.

[29] 陈建茹,董伟伟,彭 娟,等. 储藏条件对柏子仁污染黄曲霉毒素的影响及脱除方法探讨[J]. 中国现代中药, 2018, 20(6): 725-728; 733.

[30] 王刘庆,王 瑶,王 多,等. 坚果和干果中黄曲霉毒素的污染、检测与控制[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(22): 5791-5798.

[31] 李 婷,姜 丹,常晓茜,等. 16 种植物挥发油对柏子仁黄曲霉菌的抑制作用考察[J]. 中国实验方剂学杂志, 2020, 26(5): 132-136.

[32] 李红玲,高微微. 植物挥发油对黄曲霉毒素产生菌及其毒素合成的影响[J]. 中国食品卫生杂志, 2012, 24(6): 590-595.

[33] 李金寒,商 博,梁丹丹,等. 活性氧在柠檬醛抑制黄曲霉产毒过程中的作用[J]. 核农学报, 2016, 30(7): 1316-1322.

基于熵权 TOPSIS 模型对经不同方法干燥的苦水玫瑰品质的综合评价

王玉霞, 武晓玉, 夏鹏飞, 段文达, 王 玉, 赵 磊*
[甘肃中医药大学药学院 甘肃省高校中(藏)药化学与质量研究省级重点实验室 甘肃省道地药材质量标准化技术与推广工程实验室, 甘肃 兰州 730000]

摘要: **目的** 基于熵权 TOPSIS 模型综合评价经不同方法干燥的苦水玫瑰的品质。**方法** 采用传统与现代干燥方法(阴干、40、50、60 ℃热风干燥,冷冻干燥,真空干燥,远红外辐射干燥,微波干燥)处理新鲜苦水玫瑰,以成分含量、浸出物、抗氧化活性为评价指标,利用熵权 TOPSIS 模型进行综合评价。**结果** 阴干品中挥发性成分、总黄酮和浸出物含量最高;远红外辐射干燥品总多糖和总多酚含量最高;微波干燥品抗氧化活性最好。熵权 TOPSIS 模型综合排序从大到小依次为 40 ℃热风干燥、阴干、真空干燥、冷冻干燥、微波干燥、远红外辐射干燥、50 ℃热风干燥、60 ℃热风干燥;40 ℃热风干燥的苦水玫瑰品质最好。**结论** 从外观性状、综合评价结果、生产效率及成本等方面考虑,40 ℃热风干燥可作为苦水玫瑰的最佳干燥方法。
关键词: 苦水玫瑰;干燥方法;熵权 TOPSIS 模型;综合评价
中图分类号: 284 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-1528(2021)05-1241-08
doi: 10. 3969/j.issn.1001-1528. 2021. 05. 025

Entropy-based TOPSIS model for comprehensive evaluation of quality of differently dried *Rosa sertata* ×*Rosa rugosa*

WANG Yu-xia, WU Xiao-yu, XIA Peng-fei, DUAN Wen-da, WANG Yu, ZHAO Lei*
[Gansu Province Engineering Laboratory for TCM Standardization Technology and Popularization, Key Laboratory for Chemistry and Quality of Traditional Chinese (Tibetan) Medicine of Gansu Province Colleges, Gansu University of Chinese Medicine, Lanzhou 730000, China]

ABSTRACT: **AIM** To evaluate the effects of different drying methods on quality of *Rosa sertata*×*Rosa rugosa* Yu. et. Ku. using entropy-based TOPSIS model. **METHODS** The fresh *R. sertate* ×*R. rugosa* samples processed differently by traditional and modern drying approaches of shadow drying, hot air drying (40 ℃, 50 ℃, 60 ℃), lyophilization method, vacuum drying, far infrared rays method, and microwave method were subjected to the comprehensive quality evaluation with entropy-based TOPSIS model, with regard to the chemical constituents content, extracts and their antioxidant activity. **RESULTS** Shadow drying method produced the largest amount of volatile components, total flavonoids and extracts. Far infrared rays method brought forth the highest content of total

收稿日期: 2020-08-07
基金项目: 国家自然科学基金资助项目(81660577); 甘肃省高校中(藏)药化学与质量研究省级重点实验室开放基金项目(zzy-2016-02)
作者简介: 王玉霞(1995—),女,硕士生,从事中药药效物质基础研究。Tel: 18794757380, E-mail: 277656208@qq.com
* 通信作者: 赵 磊(1967—),女,博士,教授,博士生导师,从事中药药效物质基础与质量标准研究。Tel: (0931) 8762539, E-mail: zzyhx@gszy.edu.cn