

不同干燥方法对龙脑樟叶品质的影响

荔淑楠¹, 王引权^{1,2*}, 徐名刷³, 李建文³, 张卫平³, 樊秦¹, 雒军¹, 夏琦¹

(1. 甘肃中医药大学, 兰州 730000;

2. 甘肃省中药质量与标准研究重点实验室培育基地, 兰州 730000;

3. 广东万森生态科技发展有限公司, 广东 乳源 512700)

[摘要] 目的:探讨不同干燥方法对龙脑樟叶品质的影响,为确定天然龙脑樟工业化提取工艺提供理论参考依据。方法:采用自然阴干、恒温干燥、真空干燥及真空冷冻干燥4种干燥方法分别处理龙脑樟鲜叶,观察干燥叶的外观形态及粉末显微结构;采用超声辅助水蒸气蒸馏法提取纯化挥发油,应用气相色谱-质谱联用技术(GC-MS)测定右旋龙脑、樟脑及异龙脑含量。结果:自然阴干叶组织中存在较多的类椭圆形油滴,直径0.29~1.04 μm ,单位面积数目1~5个/ μm^2 ,挥发油提取率和右旋龙脑含量最低,分别为2.20%和97%;恒温干燥叶组织内存在大量类方形或长方形油滴,挥发油提取率显著高于自然阴干29.28% ($P < 0.05$),真空干燥叶组织内存在大量不规则或椭圆形油滴,单位面积数目显著多于自然阴干($P < 0.05$),挥发油提取率及右旋龙脑含量分别显著高于自然阴干23.42%和0.63%,真空冷冻干燥叶组织内存在大量类圆形油滴,单位面积数目最多,挥发油提取率及右旋龙脑显著高于自然阴干56.76%和1.44%。结论:不同干燥方法对龙脑樟叶中油滴数目、挥发油提取率及化学成分含量等有较大影响。干燥效果以真空冷冻干燥最好,其次为真空干燥、恒温干燥和自然阴干。综合分析设备投资、生产成本及干燥效果,表明天然龙脑樟工业化提取采用恒温干燥方法是可行的。

[关键词] 龙脑樟;干燥技术;挥发油;显微鉴别;开窍醒神

[中图分类号] R284.1;R22;R2-03;R931.71 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2018)10-0072-07

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.20180915

[网络出版地址] <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20180222.1653.003.html>

[网络出版时间] 2018-02-26 9:01

Effect of Different Drying Methods on Quality of *Cinnamomum camphora* Leaves

LI Shu-nan¹, WANG Yin-quan^{1,2*}, XU Ming-shua³, LI Jian-wen³,

ZHANG Wei-ping³, FAN Qin¹, LUO Jun¹, XIA Qi¹

(1. Gansu University of Chinese Medicine, Lanzhou 730000, China;

2. Gansu Province Key Laboratory of Traditional Chinese Medicine Quality and Standard,

Gansu University of Chinese Medicine, Lanzhou 730000, China;

3. Guangzhou Wansen Ecological Science and Technology Development Co. Ltd., Ruyuan 512700, China)

[Abstract] **Objective:** To explore the effects of different drying methods on the quality of *Cinnamomum camphora* leaves, in order to provide the theoretical reference for determining the industrial extraction process of *C. camphora*. **Method:** Fresh leaves were treated with four drying methods, such as natural drying, constant temperature blast drying, vacuum drying and vacuum freeze drying; the appearance and morphological characteristics of dried leaves, and microscopic structure of leaves powder were observed. The volatile oil was extracted and purified by ultrasonic assisted steam distillation. The ingredients of *D*-borneol, camphor and

[收稿日期] 20170731(012)

[基金项目] 甘肃省高校协同创新科技团队支持计划(2016C-05FF09);国家自然科学基金项目(81660625,81260616)

[第一作者] 荔淑楠,在读博士,从事中藏药资源与质量综合评价研究,E-mail: lishunan123456@163.com

[通信作者] *王引权,博士,教授,博士生导师,从事药用植物生理生态、质量综合评价研究工作,Tel:0931-8765342,E-mail: kjkfpp@163.com

isoborneol were determined by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). **Result:** In the naturally dried leaves, there were more oval-shaped oil droplets, with the diameter of 0.29-1.04 μm , the number of units per unit area was 1-5 pieces/ μm^2 , and the extraction rate of volatile oil and the content of *D*-borneol were 2.20% and 97%, respectively ($P < 0.05$). In the constant temperature blast drying leaves, there were a large number of square or rectangular oil droplets in parenchyma cells, the extraction rate of volatile oil was significantly higher than 29.28% of naturally dried ones ($P < 0.05$). In the vacuum drying leaves, there were a large number of irregular or oval oil droplets in parenchyma cells, the number per unit area was significantly higher than that of naturally dried ones ($P < 0.05$), the extraction rates of volatile oil and *D*-borneol were 23.42% and 0.63% and significantly higher than that of naturally dried ones. In the vacuum freeze drying leaves, there were a lot of intracellular circular oil droplets and the largest number of unit area, and the extraction rates of volatile oil and *D*-borneol were significantly higher than that of natural drying, which were 56.76% and 1.44%, respectively. **Conclusion:** Different drying methods have a great influence on the number of oil droplets, the extraction rate of volatile oil and the content of chemical compositions. The effect of vacuum freeze drying is the best, which is followed by vacuum drying, constant temperature blast drying and natural drying. Natural *C. camphora* camphor industrialized constant temperature drying method is feasible through the comprehensive analysis of equipment investment, production costs and drying effect.

[**Key words**] *Cinnamomum camphora*; drying technology; essential oil; microscopic identification; inducing resuscitation

龙脑樟是目前发现的天然右旋龙脑 (*D*-borneol) 含量最高的药用植物资源,其叶片精油含量高达2%,其中右旋龙脑含量占85%以上^[1]。天然右旋龙脑,又称天然冰片,俗称梅片,是珍贵的传统中药材和高级香料,也是日用化工和食品工业中的高档添加剂,具有开窍醒神、清热止痛的功效,主要用于热病神昏、惊厥,中风痰厥,气郁暴厥,中恶昏迷,胸痹心痛,目赤,口疮,咽喉肿痛,耳道流脓等症^[2]。现代药理研究表明,天然右旋龙脑具有镇痛、抗炎、镇静、抗菌、神经保护、增加血脑屏障通透性、缩短睡眠时间、保护心脑血管组织、透皮吸收、防腐生肌等药理作用^[3];异龙脑与天然右旋龙脑具有相似的生物活性,如镇痛、抗炎、抗菌活性。然而,异龙脑的半数致死量(LD₅₀)较小,毒性较大^[4],其长时间储存过程中可转变为樟脑,而樟脑具有一定毒性,当摄入大量时,会引起癫痫、易怒等情况^[5]。龙脑樟的质量直接取决于天然右旋龙脑的质量,天然右旋龙脑主要含有右旋龙脑、樟脑、异龙脑等成分,其中右旋龙脑比例大于95%,目前已有文献对GC测定龙脑樟中化学成分进行报道,但是未见对天然右旋龙脑成分的相关报道。本实验建立同时测定天然右旋龙脑中的右旋龙脑、樟脑、异龙脑含量的方法,旨在简化前处理过程,建立一种快速测定方法,有助于其生物活性的深入研究。

目前龙脑樟药材产地干燥加工过程中一般是将

龙脑樟叶片自然阴干后进行提取。有研究报道,龙脑樟新鲜枝叶阴干后所提取的 *D*-borneol 要比鲜叶直接提取的高 4.41%^[6-7]。但是,自然阴干的方法耗时过长,干燥条件可控性差,易受天气变化的影响。随着中药材生产过程工业化程度的深化,恒温干燥、真空冷冻干燥、真空干燥等现代干燥技术应用到中药材干燥,使得效率不断提升^[8]。但有关现代干燥方法在龙脑樟叶干燥方面的应用及其对龙脑樟叶品质影响的研究仍较少。本研究比较了自然阴干、恒温干燥、真空干燥和真空冷冻干燥 4 种干燥方法对龙脑樟叶外观形态、显微特征、挥发油提取率、右旋龙脑含量、樟脑含量等方面的影响,考察了不同干燥方法对龙脑樟叶品质的影响,以期对龙脑樟鲜叶干燥工艺选择提供理论参考依据。

1 材料

供试龙脑樟新鲜叶采自广东万森生态科技发展有限公司湖北宜昌龙脑樟树生产基地,经甘肃中医药大学晋玲教授鉴定为樟科植物龙脑樟 *Cinnamomum camphora*。为确保试验结果的可靠性,在干燥处理前随机挑选无病害、无机械损伤、无腐烂、无枝条、无叶柄的龙脑樟鲜叶作为试验样品。供试龙脑樟新鲜叶表面深绿色,有光泽;叶面光滑平整,叶展平后呈阔椭圆形,长 7~8 cm,宽 2~4.5 cm,叶顶端渐尖,基部稍狭,全缘;基出脉 3 条,侧脉纤细,多呈网状,叶背脉明显突出,叶缘平整,革

质;气芳香,剪碎有草香味;味辛,有麻舌感;干物质含量 55.56%,右旋龙脑质量分数 98.4%,樟脑质量分数 1.57%。

101-1 型电热鼓风干燥箱,DAF-6020 型真空干燥箱(上海一恒科学仪器有限公司);Alpha1-2 型冷冻干燥机(德国 Martin Christ 公司),DL-180A 型超声波清洗机(上海双旭电子有限公司),MH-1000 型电热套(武汉格莱莫检测设备有限公司),Nikon80i 型显微镜(尼康公司),BT1250 型 1/10 万分析天平(北京赛多利斯科学仪器有限公司),7890A-5975C 型气相色谱-质谱联用仪,7693 型自动进样器(美国安捷伦公司)。

对照品右旋龙脑(天然冰片),天然樟脑(上海源叶生物科技有限公司,批号分别为 J18J7S9015, W08J7F8778,纯度分别为 $\geq 97\%$, $\geq 98\%$),异龙脑(上海江莱生物科技有限公司,批号 20160919-5,纯度 $\geq 97\%$);丙酮、乙酸乙酯、正己烷均为色谱纯,无水乙醇、水合氯醛及稀甘油均为分析纯;针筒式微孔滤膜过滤器 0.45 μm ,1 mL 一次性针管,10 mL 量瓶,娃哈哈纯净水。

2 方法

2.1 处理方法 将混合均匀的龙脑樟鲜叶样品随机分为 4 份,每份 1.0 kg,分别采用自然阴干、恒温干燥、真空干燥及真空冷冻干燥 4 种方法处理,并在不同的条件下进行干燥处理,试验过程中以样品的含水量为评价指标对 4 种干燥方法的干燥工艺条件和参数进行设置,见表 1。

表 1 龙脑樟鲜叶不同干燥方法描述

Table 1 Description of different drying methods for fresh leaves of *Cinnamomum camphora*

干燥方法	干燥参数设置	干燥时间/h
自然阴干	将样品置室内阴凉通风处自然阴干,直至质量不再变化	120
恒温干燥	恒温干燥系将样品置电热鼓风干燥箱,控制温度为 40 $^{\circ}\text{C}$,利用电热与热风将样品烘干,直至质量不再变化	5
真空干燥	真空干燥系将样品与 P_2O_5 置于真空干燥箱内,于 40 $^{\circ}\text{C}$,真空度 -25 kPa 干燥,直至质量不再变化 ^[9]	72
真空冷冻干燥	将样品在 -80 $^{\circ}\text{C}$ 预冻后,置真空冷冻干燥器中,接通电源,设置冷阱在 -60 $^{\circ}\text{C}$,真空度为 37 Pa 后温度恒定在 40 $^{\circ}\text{C}$ 干燥,直至质量不再变化 ^[10]	48

2.2 观测方法

2.2.1 外观形态观察 按生药学常规性状鉴定方法,观察样品的色泽、形状、质地及气味等性状。

2.2.2 显微观察^[11] 采用粉末制片法,将大小均匀、去叶柄的样品捣碎过 60 目筛,挑取少许置载玻片上,滴加 2~3 滴水合氯醛试液,于酒精灯上加热透化 2~3 次,滴加 2 滴稀甘油封片,置显微镜下观察,拍照,并用仪器自带的标尺工具记录细胞直径,计数工具记录单位面积数目/ μm^2 ,重复 5 次。

2.2.3 干物质测定^[12] 采用甲苯法测定,以含水量直至质量不再变化时确定,重复 3 次,取平均值作为结果。

2.2.4 样品提取 采用超声辅助水蒸气蒸馏法提取^[13]。分别称取 4 种方法干燥的龙脑樟干叶 25.00 g,置 1 L 三口烧瓶中,加入煮沸的纯净水 300 mL,超声 10 min(功率 180 W,频率 45 Hz),在电热套中加热至 104~106 $^{\circ}\text{C}$,检测温度,提取 2 h,用纯净水洗涤,再用 60% 的乙醇洗置 10 mL 西林瓶中等待重结晶,1 d 后收集等待检测。每批次提取物精密称取 1.5 mg,用正己烷定容至 10 mL,用针筒式微孔滤膜过滤,进样分析。

2.2.5 GC-MS 条件 GC 分析条件:石英毛细管柱(250 $\mu\text{m} \times 30 \text{ m}$,0.25 μm),氢火焰离子化检测器(FID),载气高纯度氦气,纯度 $\geq 99.999\%$,进口温度 280 $^{\circ}\text{C}$,流速 1.0 $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$;四级杆温度 150 $^{\circ}\text{C}$,保持 5 min,程序升温(柱初始温度 60 $^{\circ}\text{C}$,平衡 1 min 后,以 8 $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ 升温至 132 $^{\circ}\text{C}$,再以 108 $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ 升温至 240 $^{\circ}\text{C}$,后运行 2 min 使出峰完全)。MS 条件:EI 离子源,电子能量 70 eV,离子源温度 230 $^{\circ}\text{C}$,扫描模式全扫描,扫描范围 m/z 50~650。

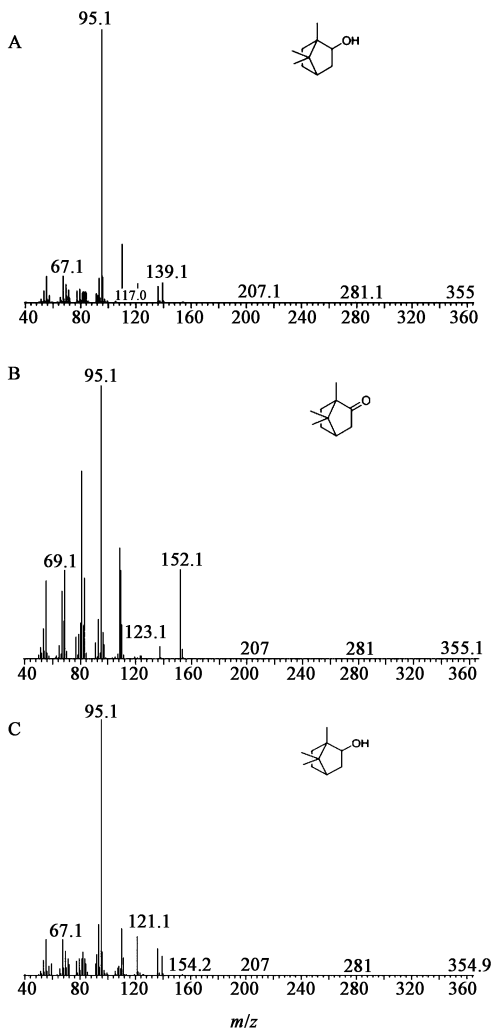
2.2.6 对照品溶液制备 取天然冰片对照品适量,精密称定,加正己烷制成每 1 mL 含 0.206 0 mg 的溶液;取樟脑对照品适量,精密称定,加正己烷定容,制成每 1 mL 含 0.360 0 mg 的溶液;取异龙脑对照品适量,精密称定,加正己烷定容,制成每 1 mL 含 0.273 0 mg 的溶液。分别吸取各对照品 200 μL ,制成每 1 mL 含有天然冰片 0.068 7 mg,樟脑 0.120 0 mg,异龙脑 0.091 0 mg 的混合对照品溶液。

2.2.7 供试品溶液制备 精密称取提取物 1.50 mg,置 10 mL 量瓶中,加正己烷溶解并稀释至刻度,摇匀即得。

2.3 方法学考察

2.3.1 适用性 分别吸取天然冰片、樟脑、异龙脑单对照品容易及混合对照品溶液各 1 μL 进样,测得

右旋龙脑、异龙脑、樟脑的分离度良好,特征性成分 EI-MS 见图 1,总离子流图 2。



A. 天然冰片;B. 樟脑;C. 异龙脑

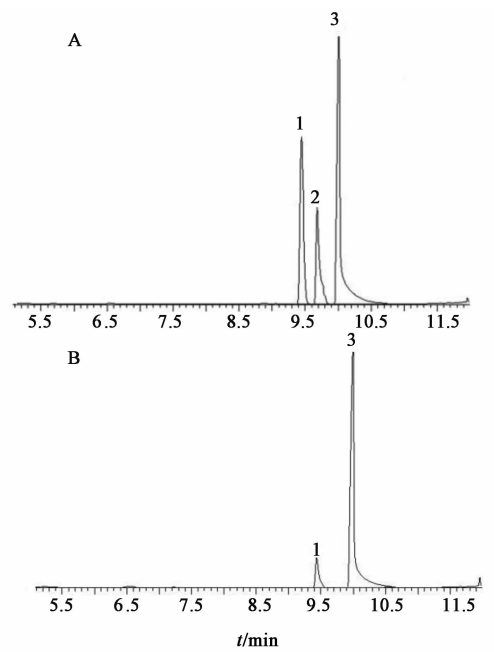
图 1 天然冰片、樟脑和异龙脑的 EI-MS

Fig.1 EI-MS spectra of *D*-borneol, camphor and isoborneol

2.3.2 精密度试验 精密吸取对照品溶液连续重复进样 6 次,进样量 1 μL 。测试结果表明,右旋龙脑、樟脑峰面积的 RSD 均 $< 3\%$,说明仪器精密度良好。

2.3.3 稳定性试验 取同一批样品(鲜叶)精密称定,按 2.2.4 和 2.2.7 项下方法提取和制备供试溶液,分别在 0, 2, 4, 6, 8, 12, 24, 48 h 进样,进样量 1 μL 。测得右旋龙脑峰面积的 RSD 1.9%,保留时间的 RSD $< 1\%$,表明样品在 12 h 内稳定。

2.3.4 重复性试验 称取龙脑樟鲜叶 6 份各 25 g 分别按 2.2.4 和 2.2.7 项下方法提取和制备供试溶液,进样分析,结果右旋龙脑、樟脑及异龙脑峰面积的 RSD 均 $< 3\%$ 。表明本方法重复性良好,能够满足含量测定的要求。



A. 对照品;B. 供试品;1. 樟脑;2. 异龙脑;3. 天然冰片

图 2 龙脑樟叶提取纯化后总离子流

Fig.2 Total ion chromatograms of *Cinnamomum Camphora* leaves after extracting and purifying

2.3.5 线性关系的考察 取混合对照品溶液分别进样 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5, 3, 4 μL ,测定各组分的保留时间和峰面积,以浓度为 X ,峰面积为 Y ,进行线性回归分析。得右旋龙脑的回归方程为 $Y = 2.0 \times 10^8 X + 1.0 \times 10^8$ ($r = 0.999$),右旋龙脑在 0.03 ~ 0.27 μg 下线性关系良好;得樟脑的回归方程为 $Y = 7.0 \times 10^7 X - 3.0 \times 10^7$ ($r = 0.999$),樟脑在 0.06 ~ 0.48 μg 下线性关系良好;异龙脑的回归方程为 $Y = 8.0 \times 10^7 X - 8.0 \times 10^7$ ($r = 0.999$),异龙脑在 0.05 ~ 0.36 μg 下线性关系良好。

2.3.6 回收率试验 取已知含量的同一批龙脑樟样品 1.5 mg (右旋龙脑平均质量分数为 98.40%,樟脑的平均质量分数为 1.92%,异龙脑平均含量计为 0)共 6 份,精密称定,再分别精密加入相当样品成分 100% 的右旋龙脑、樟脑和异龙脑对照品,按照 2.2.4 项下提取,按 2.2.7 项下制备供试品溶液,进行含量测定。结果右旋龙脑、樟脑和异龙脑平均回收率分别为 96.07%, 95.37%, 97.99%, RSD 分别为 2.3%, 1.0%, 0.9%,表明方法的回收率良好,结果见表 2。

2.4 数据处理 试验数据取重复数据的平均值,采用 SPSS 21.0 软件中的 One Way ANOVA 及 Duncan 法进行检测和多重比较,显著水平为 $P < 0.05$ 。

表 2 右旋龙脑、樟脑和异龙脑的加样回收率

Table 2 Average recovery for *D*-borneol, camphor and isoborneol

成分	称样量/mg	样品中量/ μg	加入量/ μg	测得量/ μg	回收率/%	平均值/%	RSD/%
右旋龙脑	1.54	1 515.36	1 500.00	2 945.46	95.34	96.07	2.3
	1.55	1 525.20	1 550.00	3 002.04	95.28		
	1.58	1 554.72	1 490.00	2 967.09	94.79		
	1.61	1 584.24	1 600.00	3 107.60	95.21		
	1.63	1 603.92	1 580.00	3 126.88	96.39		
	1.60	1 574.40	1 600.00	3 165.12	99.42		
樟脑	1.54	29.57	30.00	58.35	95.93	95.37	1.0
	1.55	29.76	30.20	58.35	95.28		
	1.58	30.34	31.00	60.24	96.45		
	1.61	30.91	30.00	59.73	96.07		
	1.63	31.30	32.00	61.58	94.63		
	1.60	30.72	31.00	59.82	93.88		
异龙脑	1.54	0.270	0.25	0.51	96.90	97.99	0.9
	1.55	0.271	0.26	0.52	97.30		
	1.58	0.277	0.25	0.52	97.67		
	1.61	0.282	0.27	0.55	97.88		
	1.63	0.285	0.30	0.58	99.34		
	1.60	0.280	0.28	0.56	98.84		

3 结果与分析

3.1 不同干燥方法对龙脑樟叶的外观性状影响

由表 3 看出,不同干燥方法对龙脑樟叶的性状有一定的影响。真空冷冻干燥的色泽、形状及气味最接近新鲜样,叶面光滑平整,有光泽,剪碎有浓烈清凉芳香味;真空干燥和恒温干燥的叶面稍鼓,光泽较暗,剪碎有较浓烈芳香味,自然阴干的龙脑樟叶面皱缩,叶缘卷曲,氧化变黄,剪碎有清淡芳香味,表明真空冷冻干燥对龙脑樟叶的外观性状影响较小。

3.2 不同干燥方法对龙脑樟叶油细胞的影响

具有油细胞是樟科植物的普遍特征。油细胞分布于樟科植物的根、茎、叶和果实中,也是芳香油、油脂产生的主要场所^[14]。从图 3 看出,不同干燥处理条件下叶组织内油细胞的形态及密度存在明显差异。自然阴干叶的油细胞为类椭圆形,直径为 0.29 ~ 1.04 μm ,单位面积数目达 1 ~ 5 个/ μm^2 ;恒温干燥叶的为类方形或长方形,直径为 0.34 ~ 1.17 μm ,单位面积数目达 0.5 ~ 4 个/ μm^2 ;真空干燥叶的为不

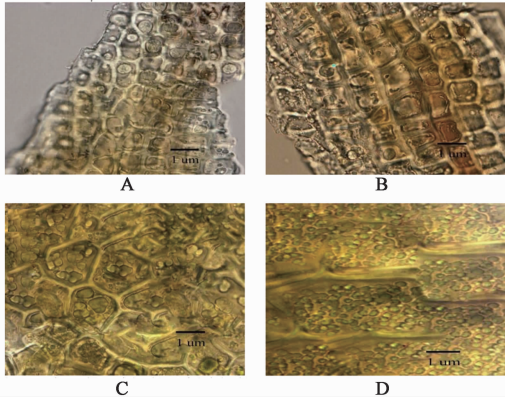
表 3 不同干燥方法对龙脑樟叶外观性状的影响

Table 3 Appearance traits of *Cinnamomum camphora* leaves under different drying methods

干燥方法	色泽	形状	气味
自然阴干	上表面绿色,光泽较暗,下表面灰绿色,带黄	叶面皱缩,叶缘卷曲,呈勺状	淡芳香味,剪碎有清淡芳香味;味微辛,微有麻舌感
恒温干燥	上表面绿色,光泽较暗,下表面灰绿色,带黄	叶缘两叶面稍鼓,叶缘两侧向中间卷起,呈勺状或卷筒状	淡芳香味,剪碎有较浓烈芳香味;味辛,有麻舌感
真空干燥	上表面绿色,光泽较淡,下表面灰绿色	叶面稍鼓,叶缘不规则稍卷,呈深浅不一的勺状	淡芳香味,剪碎有较浓烈芳香味;味辛,有麻舌感
真空冷冻干燥	上表面绿色,光泽明亮,下表面灰绿色	叶面光滑平整,呈阔椭圆形,叶顶端渐尖,基部稍狭,全缘;基出脉 3 条,侧脉纤细,多呈网状,叶背脉明显突出,叶缘平整,少有卷筒状	清凉芳香味,剪碎有浓烈芳香味;味辛辣,有强烈麻舌感

注:质地均为干脆,易揉碎。

规则或椭圆形,直径在 0.15 ~ 0.57 μm ,单位面积数目为 4 ~ 13 个/ μm^2 ;真空冷冻干燥叶的为类圆形油滴,直径 0.07 ~ 0.16 μm ,单位面积数目 18 ~ 28 个/ μm^2 ,表明真空冷冻干燥叶油细胞较小,密度较大,更有利于获得较高的挥发油提取率。



A. 自然阴干; B. 恒温干燥; C. 真空干燥; D. 真空冷冻干燥

图 3 不同干燥方法龙脑樟叶油滴显微 ($\times 200$)

Fig. 3 Oil drop micrographs under different drying methods for *Cinnamomum camphora* leaves ($\times 200$)

3.3 不同干燥方法对龙脑樟叶挥发油提取率及化学成分的影响 龙脑樟的主要化学成分为挥发油。龙脑樟叶挥发油的提取率越高,表明龙脑樟叶的品质越好。由表 4 可知,不同干燥方法对龙脑樟叶挥发油提取率有显著影响。恒温干燥、真空干燥及真空冷冻干燥的提取率分别比自然阴干的高 29.28%, 23.42%, 56.76%, 差异达到显著水平 ($P < 0.05$); 右旋龙脑含量以真空冷冻干燥的最高,达 98.40%,比自然阴干的高 1.44%,真空干燥的比自然阴干高 0.63%,恒温干燥的和自然阴干的无显著差异;樟脑含量以恒温干燥的和真空干燥的最高,达 2.39% ~ 2.48%,比自然阴干的高 1.9 ~ 2.4 倍,而真空冷冻干燥比自然阴干的高,差异均达到显著水平 ($P < 0.05$); 4 种干燥处理方法对异龙脑含量无显著影响 ($P < 0.05$),说明本试验所采用的干燥方法并不会引起龙脑的差向异构化。

4 讨论和小结

目前报道较多的检测方法是气相检测方法,也有 GC-MS 测定龙脑樟中的化学成分,未见对提取纯化后的右旋龙脑、异龙脑、樟脑成分进行测定,本文通过 GC-MS 同时测定龙脑樟叶 4 种干燥方法获得的纯龙脑中右旋龙脑、异龙脑、樟脑含量,经检测含 97.00% 以上的右旋龙脑,微量樟脑,几乎不含异龙脑,质量较佳,并对测定方法进行了方法学研究。本方法具有操作简单、灵敏度高、分辨率高、重复性

表 4 不同干燥方法对龙脑樟叶挥发油提取率及化学成分含量的影响 ($\bar{x} \pm s, n = 3$)

Table 4 Comparison of different drying methods for *Cinnamomum camphora* leaves ($\bar{x} \pm s, n = 3$)

干燥方法	提取率	右旋龙脑	樟脑	异龙脑
自然阴干	2.22 \pm 0.29 ^c	97.00 \pm 0.13 ^c	0.73 \pm 0.29 ^c	0.01 \pm 0.00
恒温干燥	2.87 \pm 0.62 ^b	97.00 \pm 0.01 ^c	2.48 \pm 0.20 ^a	0.00 \pm 0.00
真空干燥	2.74 \pm 0.21 ^{bc}	97.61 \pm 0.10 ^b	2.39 \pm 0.50 ^{ab}	0.06 \pm 0.00
真空冷冻干燥	3.48 \pm 0.17 ^a	98.40 \pm 0.40 ^a	2.09 \pm 0.24 ^b	0.00 \pm 0.00

注: 同列不同小写字母表示差异显著 ($P < 0.05$)。

好、方便快捷、高效鉴别物质种类等优点,旨在更有效地开发和利用龙脑樟资源,为天然右旋龙脑的质量评价提供方法依据。

目前提取天然冰片主要采用龙脑樟的新鲜枝叶为原料,但新鲜枝叶含水量高,体积大,不易储藏,因此研究龙脑樟新鲜叶片干燥方法对规模化产地加工具有重要现实意义。通过本研究发现,自然阴干、恒温干燥、真空干燥和真空冷冻干燥等 4 种干燥方法对龙脑樟叶外观形状,油滴大小及数目、挥发油提取率和天然右旋龙脑含量均有一定影响,从干燥效果来说,真空冷冻干燥效果最好,真空干燥和恒温干燥次之,自然阴干挥发油损失最大。其原因可能是自然阴干样品在阴凉处,随着自然流动的空气,使表面氧化变黄,干燥时间长,挥发油可能更易挥发流失,影响龙脑樟叶的品质;恒温干燥龙脑樟叶因在热风作用下,迅速脱水^[15],干燥时间变短,挥发油的损失较自然阴干的减少,保证了龙脑樟叶品质;真空干燥可能是降低了水的沸点,使龙脑樟叶组织细胞形成了一定的内外压差,使细胞组织收缩脱水,保证了龙脑樟叶品质;真空冷冻干燥通过冷冻和真空,直接把细胞间结冰的水升华为气态^[16],使其干物质质量最高,色泽最接近鲜样,叶收缩和形变最小,组织结构较为完整,剪碎有清凉浓烈芳香。但是真空冷冻干燥设备投资大,耗能高,干燥时间长,适用于小规模提取;恒温干燥操作简单,成本较低,适用于工业化大规模提取。

综合考虑干燥时间、挥发油提取率、右旋龙脑含量及生产加工成本,建议在天然龙脑樟工业化提取中可采取用恒温干燥方法对龙脑樟鲜叶先期干燥,然后再提取精制的工艺。恒温干燥对龙脑樟鲜叶干燥特征、微观结构变化、化学组分等的影响,以及恒温干燥设备的选型还需进一步研究。

[致谢] 甘肃中医药大学刘冬玲、晋玲、王振恒老师对本试验的技术指导,王彤彤和王维刚同学对本研究的试验帮助。

[参考文献]

- [1] GUO X, CUI M, DENG M, et al. Molecular differentiation of five *Cinnamomum amphora* chemotypes using desorption atmospheric pressure chemical ionization mass spectrometry of raw leaves[J]. *Sci Rep*, 2017,7:46579.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[M]. 北京:中国医药科技出版社,2015:59-60.
- [3] 魏楚蓉,伍赶球. 冰片的药理作用及其机制研究进展[J]. *国际病理科学与临床杂志*, 2010, 30(5): 447-451.
- [4] 江光池,冯旭军,黄岚,等. 龙脑和异龙脑对小鼠和家兔的药理作用[J]. *华西药学杂志*,1989(1):23-25.
- [5] 路艳丽,耿兴超,汪巨峰,等. 冰片的安全性评价研究现状[J]. *中国新药杂志*,2016,25(6):645-649,658.
- [6] 何洪城,崔琳,陈茜文,等. 天然冰片的精制工艺优化研究[J]. *湖南林业科技*,2013,40(3):14-17.
- [7] 刘塔斯,龚力民,郭英,等. GC-MS测定龙脑樟植物不同部位右旋龙脑的含量[J]. *中国中药杂志*,2009,34(13):1692-1694.
- [8] 刘晓闯,高家荣,张艳艳,等. 不同干燥方法对中药处方流浸膏干燥后质量的影响[J]. *药物生物技术*, 2017,24(1):33-37.
- [9] 朱俊霖,闫永红,张学文,等. 不同干燥方法对黄芩有效成分含量的影响[J]. *中国实验方剂学杂志*,2012, 18(5):7-9.
- [10] 高兴洋,安欣欣,赵立艳,等. 真空低温油炸和真空冷冻干燥对香菇脆片品质及挥发性风味成分的影响[J]. *食品科学*,2015,36(17):88-93.
- [11] 何婉婉,张建逵,李云静,等. 北豆根显微特征指数与化学成分相关性[J]. *中国实验方剂学杂志*,2017,23(1):42-46.
- [12] 伊斯拉依·达吾提,安沙舟,艾尼瓦尔·艾山,等. 不同干燥方式对不同茬次苏丹草干草品质影响的研究[J]. *草地学报*,2016,24(3):663-668.
- [13] 邵长青,齐琼. 一种天然冰片的提取方法及设备:湖北,CN103601619A[P]. 2014-02-26.
- [14] 初庆刚,胡正海. 中国樟科植物叶中油细胞和粘液细胞的比较解剖研究[J]. *植物分类学报*,1999,37(6): 529-540.
- [15] 郭婷,黎文清,叶姗丹,等. 热风干燥温度对香芋产品品质的影响[J]. *食品研究与开发*,2017,38(3):5-8.
- [16] 王珂,尹阳,张世超,等. 人参蛋白真空冷冻干燥技术工艺研究[J]. *北华大学学报:自然科学版*,2017,18(4):459-462.

[责任编辑 顾雪竹]