

麸炒茅苍术及其不同物化形式标准汤剂中挥发油的量质传递规律分析

郭秀丽, 宋成程, 肖扬鑫, 董妍, 成焕波, 涂济源, 刘艳菊*
(湖北中医药大学药学院, 湖北省中药炮制工程技术研究中心, 武汉 430065)

[摘要] 目的:研究麸炒茅苍术、麸炒茅苍术标准汤剂浓缩液及冻干粉中挥发油含量,以及挥发油中化学成分种类与含量的差异,明确量质传递规律。方法:收集10批茅苍术药材,依次制备成茅苍术、麸炒茅苍术、麸炒茅苍术标准汤剂浓缩液及冻干粉,分别提取挥发油,计算各样品中挥发油转移率;采用气相色谱法(GC)对各挥发油中主要化学成分(β -桉叶醇、苍术酮、苍术素)进行分析,色谱柱为HP-5石英毛细管柱(0.32 mm \times 30 m, 0.25 μ m),检测器为氢火焰离子化检测器(FID),分流比10:1,程序升温(初始温度80 $^{\circ}$ C,保持1 min;以10 $^{\circ}$ C \cdot min $^{-1}$ 升至150 $^{\circ}$ C,保持10 min;以0.5 $^{\circ}$ C \cdot min $^{-1}$ 升至155 $^{\circ}$ C,保持5 min;以8.5 $^{\circ}$ C \cdot min $^{-1}$ 升至240 $^{\circ}$ C,保持8 min);利用聚类分析、主成分分析(PCA)探究麸炒茅苍术标准汤剂浓缩液与冻干粉之间化学成分种类及含量的整体差异。结果:麸炒茅苍术及其标准汤剂浓缩液、冻干粉中挥发油的转移率分别为70.51%、1.57%、40.90%;麸炒茅苍术挥发油中 β -桉叶醇、苍术酮、苍术素的平均转移率分别为58.45%、48.49%、55.64%,在麸炒茅苍术标准汤剂浓缩液中仅检测出 β -桉叶醇和苍术素,两者平均转移率分别为0.22%、0.10%;冻干粉中只检测出 β -桉叶醇,平均转移率8.37%;聚类分析和PCA结果均显示,麸炒茅苍术标准汤剂浓缩液与冻干粉之间化学成分种类及含量整体差异明显。结论:麸炒茅苍术及其标准汤剂浓缩液、冻干粉之间量质传递规律稳定,若选择冻干粉作为中药配方颗粒基准物质,应回加适量挥发油使其与标准汤剂浓缩液量质保持一致。

[关键词] 麸炒茅苍术; 气相色谱法(GC); 标准汤剂; 冻干粉; 挥发油; 中药饮片; 量质传递

[中图分类号] R22;R28;R943.1;O657 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2023)12-0168-07

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.20221247 **[增强出版附件]** 内容详见 <http://www.syfjxzz.com> 或 <http://cnki.net>

[网络出版地址] <https://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20221025.1707.004.html>

[网络出版日期] 2022-10-26 09:06:47

Analysis of Quality Value Transmitting of Volatile Oil in Bran-processed *Atractylodes lancea* and Its Standard Decoction with Different Physicochemical Forms

GUO Xiuli, SONG Chengcheng, XIAO Yangxin, DONG Yan, CHENG Huanbo, TU Jiyuan, LIU Yanju*
(Hubei Research Center of Chinese Materia Medica Processing Engineering and Technology,
School of Pharmacy, Hubei University of Chinese Medicine, Wuhan 430065, China)

[Abstract] **Objective:** To study the differences in volatile oil content of bran-processed *Atractylodes lancea* and its standard decoction concentrate and freeze-dried powder, as well as the differences in the types and contents of chemical components in volatile oil, and to clarify the quality value transmitting. **Method:** Ten batches of *A. lancea* rhizoma were collected and prepared into raw products and bran-processed products of *A. lancea*, standard decoction concentrate and freeze-dried powder of bran-processed *A. lancea* in order to extract the volatile oil, and the transfer rate of volatile oil in each sample was calculated. Quantitative analysis of the main chemical components (β -eudesmol, atractylon, atractylodin) in each volatile oil was performed by gas chromatography(GC) on the HP-5 quartz capillary column(0.32 mm \times 30 m, 0.25 μ m) with a flame ionization

[收稿日期] 2022-07-05

[基金项目] 湖北省重点研发计划项目(2020ACA007)

[第一作者] 郭秀丽,在读硕士,从事中药饮片炮制工艺、质量控制及原理研究,E-mail:1453452073@qq.com

[通信作者] *刘艳菊,教授,博士生导师,从事中药饮片炮制工艺、质量控制及原理研究,E-mail:lyj1965954@sohu.com

detector(FID), a split ratio of 10:1 and a temperature program(initial temperature at 80 °C, hold for 1 min, rise to 150 °C at 10 °C·min⁻¹, hold for 10 min, rise to 155 °C at 0.5 °C·min⁻¹, hold for 5 min, rise to 240 °C at 8.5 °C·min⁻¹, hold for 8 min). Cluster analysis and principal component analysis(PCA) were used to explore the overall differences in types and contents of chemical components between the standard decoction concentrate and freeze-dried powder. **Result:** The transfer rates of volatile oil in the bran-processed products, standard decoction concentrate and freeze-dried powder were 70.51%, 1.57% and 40.90%, respectively. The average transfer rates of β -eudesmol, atractylon and atractylodin in the volatile oil of bran-processed *A. lancea* were 58.45%, 48.49% and 55.64%, respectively. In the standard decoction concentrate, only β -eudesmol and atractylodin were detected, and their average transfer rates were 0.22% and 0.10%, respectively. And only β -eudesmol was detected in the freeze-dried powder with the average transfer rate of 8.37%. The results of cluster analysis and PCA showed that there are obvious differences in the types and contents of chemical components between the standard decoction concentrate and freeze-dried powder. **Conclusion:** The quality value transmitting between bran-processed *A. lancea* and its standard decoction concentrate and freeze-dried powder is stable, and if the freeze-dried powder is selected as the reference material of dispensing granules, appropriate amount of volatile oil should be added back to make it consistent with the quality of the standard decoction concentrate.

[Keywords] bran-processed *Atractylodes lancea*; gas chromatography(GC); standard decoction; freeze-dried powder; volatile oil; decoction pieces of Chinese medicine; quality value transmitting

苍术为菊科植物茅苍术 *Atractylodes lancea* 或北苍术 *A. chinensis* 的干燥根茎,具有燥湿健脾、祛风散寒、明目等功效^[1]。据报道,茅苍术(南苍术)和北苍术的有效成分含量差异较大^[2],药效亦有一定差异。例如,茅苍术挥发油及其主要活性成分 β -桉叶醇等含量均显著高于北苍术,抗消化道溃疡、抑菌、抗炎等药效亦优于北苍术^[3]。挥发油作为苍术主要药效成分,其含量和组成是衡量苍术品质的重要指标^[4]。因此,目前对苍术化学成分的研究主要集中在挥发油方面。

由于饮片煎煮不便,目前中药配方颗粒已成为饮片的重要补充形式。在中药配方颗粒制备工艺研究时,对含挥发油的中药饮片应高度关注挥发油的损失,甚至可考虑在其配方颗粒中添加适量挥发油,以保证与汤剂质量的一致性。如小茴香配方颗粒标准规定挥发油质量分数 0.10%~0.90%^[5];在北苍术配方颗粒制备过程中,要求添加北苍术饮片量 0.04% 的挥发油^[6]。目前麸炒北苍术配方颗粒质量标准已公布,但未见对其挥发油含量做出相关规定。麸炒苍术为中医临床常用饮片,而麸炒茅苍术挥发油含量高于麸炒北苍术,其配方颗粒制备工艺中是否需要添加挥发油,应予以高度关注。中药标准汤剂为中药配方颗粒的基准物质,是中药饮片经煎煮、固液分离、浓缩和干燥等工艺制备而成,是衡量中药配方颗粒与汤剂一致性的中间体^[7]。中药标准汤剂的表现形式主要分为 2 种,即标准汤剂浓缩

液与冻干粉^[8]。这 2 种物化形式是否都能准确反映传统汤剂的质量本质,还需针对不同品种进行探究。为探讨麸炒茅苍术标准汤剂上述 2 种物化形式与传统汤剂的量质关系,本实验拟提取茅苍术、麸炒茅苍术、麸炒茅苍术标准汤剂浓缩液及其冻干粉中的挥发油,分析茅苍术在麸炒、煎煮浓缩、冷冻干燥等过程中挥发油的转移率,并运用气相色谱法(GC)测定挥发油中 β -桉叶醇、苍术酮、苍术素的含量,采用聚类分析、主成分分析(PCA)考察麸炒茅苍术标准汤剂浓缩液与冻干粉 2 种物化形式之间挥发性成分的总体差异,以确定既能反映临床汤剂质量本质又方便储存的标准汤剂形式,为麸炒茅苍术配方颗粒的基准物质形式选择提供参考依据,也为富含挥发油的其他中药标准汤剂的物化形式研究提供思路。

1 材料

7890B 型气相色谱仪(美国安捷伦科技有限公司),SCIENTZ-12N 型冷冻干燥机(宁波新芝生物科技股份有限公司),FA1004 型万分之一电子天平(上海舜宇恒平科技仪器有限公司),DFY-400C 型摇摆式高速粉碎机,DQ-103/104 型台式方形中药切片机(温岭市林大机械有限公司),DGD3003BQ 型智能煎药壶(杭州九阳生活电器有限公司),GZX-9146MBE 型数显鼓风干燥箱(上海博迅实业有限公司医疗设备厂),JSB6-02 型电子计重秤(上海浦春计量仪器有限公司),AKSW-V-08 型超纯水机(成都

艾柯水处理设备有限公司)。

石油醚、无水硫酸钠、正己烷(国药集团化学试剂有限公司,批号分别为20210105、20180223、20190605), β -桉叶醇、苍术酮、苍术素对照品(成都普思生物科技股份有限公司,批号分别为PS0537-0025MG、PS011118、PS0645-0250MG,纯度均 \geq 98%),水为超纯水,正己烷为色谱纯,其他试剂均为分析纯。10批茅苍术药材购于湖北宏图中药材科技有限公司,经湖北中医药大学杨红兵教授鉴定为菊科植物茅苍术 *A. lancea* 的干燥根茎。

2 方法与结果

2.1 饮片、标准汤剂浓缩液及冻干粉制备

2.1.1 饮片的制备 根据2020年版《中华人民共和国药典》(以下简称《中国药典》)(一部)“苍术”饮片项下炮制规定,制备茅苍术饮片10批,每批1 kg,编号S1~S10,产地信息见增强出版附加材料;取每批茅苍术饮片500 g按[取苍术饮片,照麸炒法(通则0213)炒至表面深黄色]制备麸炒茅苍术饮片,编号F1~F10。

2.1.2 麸炒茅苍术标准汤剂浓缩液的制备^[9] 称取麸炒茅苍术F1~F10各200 g,分别置于智能煎药壶中,加7倍量水浸泡30 min,加热煮沸后文火继续煎煮30 min,药液趁热用双层纱布过滤;药渣再加6倍量水煎煮20 min,趁热用双层纱布过滤药液。合并2次滤液,用旋转蒸发器浓缩药液至1 L,即得麸炒茅苍术标准汤剂浓缩液(以下简称“标准汤剂”),编号分别记为T1~T10。

2.1.3 麸炒茅苍术标准汤剂冻干粉的制备 取样品T1~T10各500 mL,分别置于洁净铁盘中,使用冷冻干燥机(样品温度 $-12\text{ }^{\circ}\text{C}$,冷阱温度 $-48\text{ }^{\circ}\text{C}$,真空度4 Pa)干燥48 h,即得麸炒茅苍术标准汤剂冻干粉(以下简称“冻干粉”),编号分别记为D1~D10。

2.2 挥发油的提取

2.2.1 饮片挥发油 将样品S1~S10与样品F1~F10分别用高速粉碎机粉碎后过一号筛,称取各样品100.0 g置于圆底烧瓶中,加适量水浸泡1 h,用挥发油提取器提取至蒸馏液不再增加,将所得蒸馏液用乙醚萃取后再用无水硫酸钠脱水,经 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤,自然挥干,得挥发油,称定质量,密封后置 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存备用。

2.2.2 标准汤剂挥发油 分别量取样品T1~T10 500 mL,置于圆底烧瓶中,按2.2.1项下方法提取挥发油。

2.2.3 冻干粉挥发油 分别称取样品D1~D10

34.99、35.58、45.79、40.26、40.09、43.02、40.90、38.67、42.61、47.13 g,加水使溶解后定容至500 mL,置于圆底烧瓶中,按2.2.1项下方法提取挥发油。

2.3 挥发油成分的GC分析

2.3.1 检测条件 HP-5石英毛细管柱($0.32\text{ mm}\times 30\text{ m}$, $0.25\text{ }\mu\text{m}$),进样量 $1\text{ }\mu\text{L}$,进样口温度 $240\text{ }^{\circ}\text{C}$,检测器为氢火焰离子化检测器(FID),检测器温度 $260\text{ }^{\circ}\text{C}$,载气为氮气,空气流量 $300\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$,氢气流量 $40\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$,分流比10:1,程序升温(初始温度 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$,保持1 min;以 $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ 升至 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$,保持10 min;以 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ 升至 $155\text{ }^{\circ}\text{C}$,保持5 min;以 $8.5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ 升至 $240\text{ }^{\circ}\text{C}$,保持8 min)。

2.3.2 溶液配制 分别称取茅苍术、麸炒茅苍术、标准汤剂及冻干粉提取的挥发油0.01 g,加正己烷1.0 mL,充分震荡使其完全溶解,配制成最终质量浓度为 $0.01\text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的溶液,经 $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤,得各供试品溶液。分别称取 β -桉叶醇、苍术酮、苍术素对照品8.0、12.0、8.0 mg于2.0 mL棕色量瓶中,加正己烷定容,得质量浓度分别为 4.0 、 6.0 、 $4.0\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的对照品储备液;分别精密量取3个对照品储备液各0.5 mL,置于2.0 mL量瓶中,加正己烷定容,得到 β -桉叶醇、苍术酮、苍术素质量浓度分别为1.0、1.5、 $1.0\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的混合对照品溶液。

2.3.3 线性关系考察 取2.3.2项下混合对照品溶液0.1、0.5、1.0、1.5、2、2.5、3 μL ,按照2.3.1项下条件测定,以进样量为横坐标,峰面积为纵坐标进行回归处理,绘制标准曲线,得 β -桉叶醇、苍术酮、苍术素回归方程分别为 $Y=673.85X+4.744\ 2(R^2=0.999\ 7)$ 、 $Y=252.89X+2.107\ 2(R^2=0.999\ 6)$ 、 $Y=798.53X+11.028(R^2=0.999\ 8)$,线性范围分别为0.1~3.0、0.15~4.5、0.1~3.0 μg 。混合对照品溶液的色谱图见增强出版附加材料。

2.3.4 精密度试验 取样品S3挥发油的供试品溶液适量,按2.3.1项下条件连续进样6次,计算 β -桉叶醇、苍术酮、苍术素峰面积的相对标准偏差(RSD)分别为0.8%、1.6%、0.4%,表明仪器精密度良好。

2.3.5 稳定性试验 取样品S3挥发油的供试品溶液适量,分别于制备后0、4、8、12、16、20 h按2.3.1项下条件测定,计算 β -桉叶醇、苍术酮、苍术素峰面积的RSD分别为2.6%、2.6%、2.5%,表明供试品溶液在20 h内稳定性良好。

2.3.6 重复性试验 取样品S3的挥发油适量,按2.3.2项下方法平行制备6份供试品溶液,按2.3.1项下条件测定,计算 β -桉叶醇、苍术酮、苍术素的平均

质量分数分别为0.029 7%、0.021 4%、0.004 2%，RSD均<2.0%，表明该方法重复性良好。

2.3.7 加样回收试验 取样品S3的挥发油0.01 g，共6份，各加入β-桉叶醇、苍术酮、苍术素对照品0.80、0.13、0.22 μg，按2.3.2项下方法制备供试品溶液，按2.3.1项下条件测定，计算三者平均回收率分别为95.54%、95.77%、100.61%，RSD分别为1.5%、1.5%、1.9%，表明该方法准确度良好。

2.4 饮片挥发油及其指标成分的转移率分析

2.4.1 麸炒茅苍术挥发油转移率 麸炒茅苍术挥发油转移率计算公式为转移率=麸炒茅苍术挥发油质量/茅苍术挥发油质量×100%。样品S1~S10提取的挥发油质量分别为4.11、3.35、3.56、3.47、3.70、3.70、3.05、3.33、3.41、3.26 g，样品F1~F10提取的挥发油质量则依次为2.68、2.44、2.74、2.48、2.53、2.47、2.22、2.31、2.38、2.33 g，计算麸炒茅苍术挥发油转移率分别为65.21%、72.84%、76.97%、71.47%、68.38%、

66.76%、72.79%、69.37%、69.79%、71.47%，平均转移率70.51%。说明茅苍术经过麸炒后挥发油含量明显降低。

2.4.2 茅苍术和麸炒茅苍术挥发油中指标成分含量与转移率 取样品S1~S10与样品F1~F10挥发油的供试品溶液适量，按2.3.1项下条件平行测定2次，计算茅苍术、麸炒茅苍术挥发油中β-桉叶醇、苍术酮、苍术素含量及转移率，计算公式为转移率=(麸炒茅苍术所得挥发油质量×挥发油中该成分的含量)/(茅苍术所得挥发油质量×挥发油中该成分含量)×100%，见表1。结果表明麸炒茅苍术较茅苍术而言，相同浓度挥发油中β-桉叶醇、苍术酮、苍术素含量均呈下降趋势；麸炒茅苍术中β-桉叶醇、苍术酮、苍术素平均转移率分别为58.45%、48.49%、55.64%。说明茅苍术经麸炒后，不仅挥发油的含量降低，相同浓度挥发油中β-桉叶醇、苍术酮、苍术素含量亦呈下降趋势。

表1 茅苍术、麸炒茅苍术挥发油中3种成分含量测定及转移率(n=2)

Table 1 Determination and transfer rate of three components in volatile oil of *Atractylodes lancea* and bran-processed *A. lancea* (n=2) %

样品	β-桉叶醇		苍术酮		苍术素	
	质量分数($\bar{x}\pm s$)	转移率	质量分数($\bar{x}\pm s$)	转移率	质量分数($\bar{x}\pm s$)	转移率
S1	27.30±0.028 9	-	3.99±0.001 4	-	3.36±0.002 0	-
F1	25.15±0.037 8	60.07	2.71±0.005 9	44.29	2.26±0.005 1	43.86
S2	24.00±0.003 2	-	6.07±0.000 2	-	2.45±0.001 9	-
F2	23.70±0.002 4	71.93	4.20±0.026 6	50.40	2.04±0.000 1	60.65
S3	21.90±0.020 1	-	17.51±0.015 5	-	3.29±0.002 8	-
F3	18.50±0.022 3	65.02	12.57±0.013 7	55.25	2.48±0.002 2	58.02
S4	28.55±0.029 5	-	7.97±0.009 3	-	3.53±0.003 3	-
F4	23.11±0.014 1	57.85	5.04±0.003 3	45.20	2.70±0.003 8	54.67
S5	32.67±0.000 5	-	8.17±0.001 2	-	3.54±0.000 1	-
F5	25.59±0.013 1	53.56	6.34±0.021 1	53.06	2.47±0.000 3	47.71
S6	39.27±0.004 3	-	15.24±0.003 0	-	5.21±0.003 0	-
F6	25.59±0.013 1	43.50	6.34±0.021 1	27.77	2.47±0.003 0	31.65
S7	36.78±0.044 6	-	37.93±0.049 0	-	1.02±0.001 3	-
F7	30.29±0.001 5	59.94	26.53±0.001 4	50.91	0.95±0.000 1	67.79
S8	39.46±0.005 6	-	21.08±0.004 5	-	4.89±0.000 1	-
F8	34.41±0.002 7	60.49	18.38±0.001 6	60.48	4.24±0.000 1	60.15
S9	35.06±0.005 1	-	12.30±0.002 3	-	3.50±0.000 6	-
F9	21.42±0.007 6	42.64	4.93±0.001 3	27.97	3.14±0.002 8	62.62
S10	35.35±0.007 0	-	9.54±0.001 2	-	4.15±0.001 4	-
F10	34.39±0.000 9	69.53	9.28±0.001 3	69.52	4.02±0.000 4	69.23

2.4.3 挥发油GC特征图谱的建立与分析 取样品S1~S10与样品F1~F10挥发油的供试品溶液适量，

按2.3.1项下条件检测，将GC图谱导入“中药色谱指纹图谱相似度评价系统”(2004A版)，对每组样品的

色谱峰进行自动匹配,建立对照特征图谱,见增强出版附加材料;二者对照特征图谱的镜像图见增强出版附加材料。结果发现茅苍术生品、麸炒品中挥发油的共有色谱峰数目无明显差异,但麸炒茅苍术挥发油中相应色谱峰相对峰面积降低,说明茅苍术麸炒后挥发油中主要成分种类未发生变化,但含量发生了变化。

2.5 标准汤剂与冻干粉中挥发油及其指标成分的转移率分析

2.5.1 挥发油的含量及转移率

转移率的计算公式为标准汤剂挥发油转移率(T/F)=标准汤剂挥发油质量/麸炒茅苍术挥发油质量×100%;冻干粉挥发油转移率(D/F)=冻干粉挥发油质量/标准汤剂挥发油质量×100%,见表2。结果表明麸炒茅苍术制备成标准汤剂后挥发油含量明显降低,平均转移率1.57%;标准汤剂制备成冻干粉后挥发油平均转移率40.90%。

表2 麸炒茅苍术标准汤剂浓缩液和冻干粉中挥发油的转移率
Table 2 Transfer rate of volatile oil in standard decoction and freeze-dried powder of bran-processed *Atractylodes lancea*

No.	挥发油质量/g			转移率/%	
	麸炒茅苍术	标准汤剂	冻干粉	T/F	D/T
1	2.680	0.049	0.018	1.83	36.73
2	2.440	0.039	0.016	1.60	41.03
3	2.740	0.041	0.018	1.50	43.90
4	2.482	0.036	0.017	1.45	47.22
5	2.531	0.035	0.015	1.38	42.86
6	2.470	0.033	0.014	1.34	42.42
7	2.221	0.037	0.013	1.67	35.14
8	2.308	0.041	0.016	1.78	39.02
9	2.378	0.040	0.014	1.68	35.00
10	2.332	0.035	0.016	1.50	45.71

2.5.2 挥发油中指标成分的含量与转移率

取样品F1~F10、样品T1~T10及样品D1~D10挥发油的供试品溶液适量,按2.3.1项下条件测定(n=2),计算β-桉叶醇、苍术酮、苍术素含量与转移率,见表3。标准汤剂转移率=(标准汤剂挥发油质量×标准汤剂挥发油中该成分的含量)/(麸炒茅苍术挥发油质量×麸炒茅苍术挥发油中该成分的含量)×100%,冻干粉转移率=(冻干粉挥发油质量×冻干粉挥发油中该成分的含量)/(标准汤剂挥发油质量×标准汤剂挥发油中该成分的含量)×100%。结果发现麸炒茅苍术挥发油中检测出β-桉叶醇、苍术酮、苍术素,经煎煮浓

缩制成标准汤剂后,所得挥发油中只检测出β-桉叶醇和苍术素,二者平均转移率分别为0.22%、0.10%,未检测出苍术酮,说明麸炒茅苍术经煎煮浓缩后,其挥发油中主要化学成分种类减少且含量下降。标准汤剂制备成冻干粉后,从冻干粉挥发油中仅能检测出β-桉叶醇,较标准汤剂平均转移率8.37%,推测冻干粉与标准汤剂中挥发油的化学成分及其含量存在较大差异。

2.5.3 标准汤剂与冻干粉挥发油的GC特征图谱建立

取样品T1~T10和样品D1~D10挥发油的供试品溶液适量,按2.3.1项下条件检测,将GC图谱导入“中药色谱指纹图谱相似度评价系统”(2004A版),通过软件自动匹配,建立对照特征图谱,见增强出版附加材料,对二者对照特征图谱进行镜像分析,见增强出版附加材料。结果发现标准汤剂制备成冻干粉后,挥发油中1~3号色谱峰相对峰面积明显降低,4~6号色谱峰几乎消失,但7号色谱峰相对峰面积有所增加。说明标准汤剂制成冻干粉后,挥发油中成分及其含量可能已经发生变化,为进一步明确二者的整体差异性,对其进行聚类分析与PCA。

2.5.4 标准汤剂与冻干粉的聚类分析

采用MetaboAnalyst 5.0对样品T1~T10和样品D1~D10中挥发油的GC色谱峰进行系统聚类分析,结果发现标准汤剂与冻干粉明显聚为两类,热图分析见增强出版附加材料,表明标准汤剂与冻干粉的挥发油中化学成分含量整体存在较大差异。

2.5.5 标准汤剂与冻干粉的PCA

PCA是一种重要的降维分析方法,可用于分析同种样品间的相似性和不同种样品间的差异性^[10]。PC1轴和PC2轴上包含了在原始信息转换中得到的第一主成分和第二主成分的贡献率,贡献率越大,说明降维后的综合指标可以更好地反映原始数据^[11]。采用MetaboAnalyst 5.0对样品T1~T10和样品D1~D10中挥发油的GC色谱峰进行PCA处理,见图1。结果显示,PC1解释了总方差的56.7%,而PC2解释了总方差的21%,说明二者可较大幅度地代表所分析数据结果的准确性。同时,标准汤剂与冻干粉数据各自聚为一类,与聚类分析结果一致,表明标准汤剂与冻干粉的挥发油中所含化学成分含量存在一定差异。

3 讨论

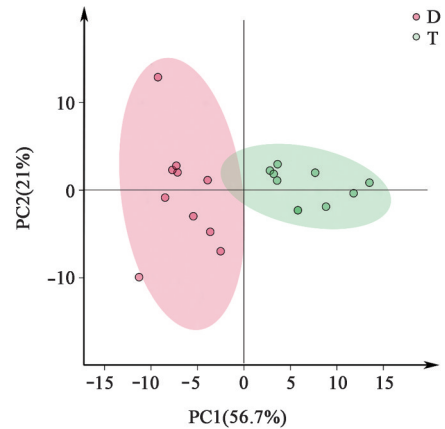
苍术富含挥发油,此类成分具有提高免疫力、抗氧化、降血糖、降血压、中枢神经抑制、抑菌消毒、保肝利胆等活性^[12-13]。苍术挥发性成分主要包括了

表3 麸炒茅苍术、标准汤剂、冻干粉挥发油中3种成分的含量及转移率(n=2)

Table 3 Contents and transfer rates of three components in volatile oil of bran-processed *Atractylodes lancea* and its standard decoction and freeze-dried powder (n=2) %

样品	β-桉叶醇		苍术酮 ($\bar{x}\pm s$)	苍术素	
	质量分数 ($\bar{x}\pm s$)	转移率		质量分数 ($\bar{x}\pm s$)	转移率
F1	25.15±0.037 8	-	2.71±0.005 9	2.26±0.005 1	-
T1	2.44±0.000 5	0.18	-	0.10±0.000 1	0.08
D1	0.55±0.000 5	8.28	-	-	-
F2	23.70±0.002 4	-	4.20±0.026 6	2.04±0.000 1	-
T2	2.54±0.002 8	0.17	-	0.13±0.000 1	0.10
D2	1.14±0.001 3	18.41	-	-	-
F3	18.5±0.022 3	-	12.57±0.013 7	2.48±0.002 2	-
T3	4.68±0.000 8	0.38	-	0.18±0.000 2	0.11
D3	1.01±0.002 6	9.47	-	-	-
F4	23.11±0.014 1	-	5.04±0.003 3	2.70±0.003 8	-
T4	2.55±0.002 1	0.16	-	0.13±0.000 6	0.07
D4	0.35±0.000 4	6.48	-	-	-
F5	25.59±0.013 1	-	6.34±0.021 1	2.47±0.000 3	-
T5	2.42±0.002 0	0.13	-	0.12±0.000 3	0.07
D5	0.58±0.000 2	10.27	-	-	-
F6	25.59±0.013 1	-	6.34±0.021 1	2.47±0.003 0	-
T6	2.52±0.000 6	0.13	-	0.13±0.000 3	0.07
D6	0.59±0.001 9	9.93	-	-	-
F7	30.29±0.001 5	-	26.53±0.001 4	0.95±0.000 1	-
T7	2.91±0.001 4	0.16	-	0.05±0.000 3	0.09
DT	0.67±0.000 1	8.09	-	-	-
F8	34.41±0.002 7	-	18.38±0.001 6	4.24±0.000 1	-
T8	4.71±0.007 4	0.24	-	0.26±0.000 4	0.11
D8	0.47±0.000 7	3.89	-	-	-
F9	21.42±0.007 6	-	4.93±0.001 3	3.14±0.002 8	-
T9	6.58±0.010 8	0.52	-	0.42±0.000 1	0.22
D9	0.47±0.001 1	2.50	-	-	-
F10	34.39±0.000 9	-	9.28±0.001 3	4.02±0.000 4	-
T10	2.74±0.000 8	0.12	-	0.14±0.000 1	0.05
D10	0.38±0.000 5	6.34	-	-	-

倍半萜和聚乙烯炔两大类,其中倍半萜类主要包括β-桉叶醇、茅术醇、苍术酮和白术内酯;聚乙烯炔类主要包括苍术素、苍术素醇和乙酰苍术素醇等^[14]。苍术素具有抗炎^[15]、抑制氧化应激作用^[16];β-桉叶醇具有镇痛、镇静、抗抑郁^[17]等功效;苍术酮具有抗炎、抗肿瘤等功效^[18-19]。由此可见,挥发油是苍术的主要活性物质,苍术饮片及其配方颗粒中所含挥发



注:T.标准汤剂;D.冻干粉

图1 麸炒茅苍术标准汤剂、冻干粉挥发油的PCA得分

Fig. 1 PCA scores of standard decoction and freeze-dried powder of bran-processed *Atractylodes lancea*

性成分的种类与含量对其临床疗效有较大影响,而茅苍术较北苍术挥发油含量更高,相关药理作用更明显。因此,本文选择对10批茅苍术、麸炒茅苍术、标准汤剂及冻干粉之间挥发油及其指标成分的量质传递规律进行研究。结果表明茅苍术麸炒后挥发油转移率70.51%,挥发油中β-桉叶醇、苍术酮、苍术素转移率分别为58.45%、48.49%、55.64%;标准汤剂与麸炒茅苍术饮片比较,挥发油转移率1.57%,β-桉叶醇、苍术素平均转移率分别为0.22%、0.10%,未检测出苍术酮;冻干粉与标准汤剂比较,挥发油转移率40.90%,β-桉叶醇转移率8.37%,苍术素未被检测到。进一步的聚类分析与PCA结果显示,标准汤剂与冻干粉的挥发油中所含化学成分含量及种类整体存在明显差异。

目前,已有学者采用高效液相色谱法特征图谱分析中药饮片、标准汤剂、冻干粉之间的量质传递差异^[20-24],结果表明中药标准汤剂与冻干粉2种不同物化形式中化学成分种类及含量存在差异。然而,对于富含挥发油的中药饮片尚缺乏系统性研究。为兼顾质量真实性和保存便利性,本实验重点分析标准汤剂与冻干粉中挥发油的质量差异,基于研究结果,建议在麸炒茅苍术配方颗粒中加入适量挥发油,以满足冻干粉与标准汤剂的质量一致性。值得注意的是,由于本研究样本量有限,研究结果可能存在一定的局限性,后续将综合考虑样本量、药材产地差异及制粒工艺,以验证其适宜性。

[利益冲突] 本文不存在任何利益冲突。

[参考文献]

[1] 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,2020:168-169.
- [2] 张金龙,秦昆明,徐自升,等. 南北苍术炮制前后特征图谱及苍术素含量研究[J]. 科学技术与工程,2011,11(20):4843-4847.
- [3] 刘春莲,瞿领航,涂济源,等. 基于中药道地性优势对苍术现行质量标准的思考[J]. 中国实验方剂学杂志,2022,28(3):212-219.
- [4] 曹梅玉,孙楷,闫滨滨,等. 光温条件对苍术光合荧光参数及挥发油含量的影响[J]. 中国实验方剂学杂志,2022,28(20):108-115.
- [5] 于姗姗,郭东晓,张秋红,等. 从质量标准复核和审评视角浅析中药配方颗粒标准制定工作(Ⅲ)[J]. 中草药,2022,53(14):4256-4264.
- [6] 赵剑锋,张雪,祁进,等. 含挥发油饮片配方颗粒国家标准现状与制定技术对策分析[J]. 中国现代中药,2022,doi:10.13313/j.issn.1673-4890.20220413001.
- [7] 王永春,董金香,李军鸽,等. UPLC-Q-TOF/MS技术结合UNIFI数据库快速分析经典名方温经汤标准汤剂的化学成分[J]. 沈阳药科大学学报,2022,39(6):639-652.
- [8] 王晓蕾,张慧慧,邵长森,等. 基于标准汤剂参比的温经汤颗粒提取、浓缩、干燥过程成分传递的考察[J]. 山东中医药大学学报,2022,46(2):260-266.
- [9] 王秀文,马钊杰,靳如娜,等. 蜜南葶苈子饮片及标准汤剂质量评价方法的建立[J]. 中国中药杂志,2020,45(4):884-889.
- [10] 刘涛涛,代悦,于淼,等. 基于智能感官分析技术的九蒸九晒大黄饮片气味表征[J]. 中国实验方剂学杂志,2022,28(20):116-121.
- [11] 王宝怡,王培强,李晓晗,等. 基于电子鼻技术对不同季节山东绿茶香气的分析[J]. 现代食品科技,2020,36(10):259,284-289.
- [12] 邓爱平,李颖,吴志涛,等. 苍术化学成分和药理的研究进展[J]. 中国中药杂志,2016,41(21):3904.
- [13] 于欢,刘德文,龚鹏飞,等. 苍术炮制方法及其饮片的质量控制、药效评价研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志,2017,23(23):194-200.
- [14] 陈天阳,刘廷亮,侯天禄,等. 苍术酮对急性肺损伤小鼠保护作用的研究[J]. 现代中西医结合杂志,2018,27(24):2623.
- [15] QU L, LIN X, LIU C, et al. Atractylodin attenuates dextran sulfate sodium-induced colitis by alleviating gut microbiota dysbiosis and inhibiting inflammatory response through the MAPK pathway [J]. Front Pharmacol,2021,12:665376.
- [16] DONG Y, ZHANG X, YAO C, et al. Atractylodin attenuates the expression of MUC5AC and extracellular matrix in lipopolysaccharide-induced airway inflammation by inhibiting the NF- κ B pathway [J]. Environ Toxicol,2021,36(9):1911-1922.
- [17] 张明发,沈雅琴. 苍术及其活性成分 β -桉叶醇的神经药理作用的研究进展[J]. 抗感染药学,2017,14(1):6-11.
- [18] 苏菲,贾立群,程志强,等. 中医药干预食管癌前病变转癌相关研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志,2022,28(9):242-247.
- [19] 杨雪丽,薛建华,陈天阳,等. 苍术酮对肝癌HepG2细胞活性、凋亡的影响及其相关机制[J]. 临床肝胆病杂志,2021,37(11):2589-2594.
- [20] 王辙远,张璠璠,王隆隆,等. 基于高效液相色谱指纹图谱的天麻饮片-标准汤剂-配方颗粒对比研究[J]. 中南药学,2022,20(5):985-991.
- [21] 陈婷,钱博文,唐樑,等. 基于指纹图谱结合化学模式识别评价益胃汤标准汤剂及配方颗粒的差异[J]. 现代中药研究与实践,2022,36(3):55-60.
- [22] 成焕波,胡辉,孙代华,等. 黄连标准汤剂HPLC特征图谱的量质传递研究[J]. 华西药学杂志,2020,35(5):509-512.
- [23] 管莉. 巴戟天饮片标准汤剂的制备及质量评价研究[D]. 重庆:西南大学,2020.
- [24] 董青,马玉芹,代云桃. 炒酸枣仁标准汤剂的质量评价[J]. 长春理工大学学报:自然科学版,2020,43(3):102-107,120.

[责任编辑 刘德文]