

基于 GC-MS 技术分析广佛手蒸制前后挥发性成分的差异

汪金玉, 张秋霞, 陈康*, 张林杰, 李婉玲, 王宏飞
(广州中医药大学 中药学院, 广州 510006)

[摘要] 目的:对广佛手蒸制前后挥发性成分的差异进行研究。方法:采用水蒸气蒸馏法提取不同批次生佛手及制佛手中的挥发油,利用 GC-MS 分析挥发油样品中的成分,进样口温度 280 ℃,载气为高纯氮气,传输线温度 280 ℃,分流比 10:1,进样量 3 μL,程序升温(初始温度 60 ℃,保持 3 min;以速率 3 ℃·min⁻¹升至 130 ℃,保持 3 min;以速率 5 ℃·min⁻¹升至 250 ℃,保持至分析完成);电子轰击离子源,电子轰击能量 70 eV,离子源温度 230 ℃,加速电压 34.6 V,扫描范围 *m/z* 40~350。对所得数据进行峰对齐、切割、滤噪等预处理,运用正交偏最小二乘法-判别分析(OPLS-DA)进行数据处理。结果:从不同批次佛手及其制品挥发油中共鉴定出 58 个成分,统计筛选出了 27 个差异性成分,其中有 15 个共有性差异成分呈现出不同的变化规律。 α -蒎烯, β -蒎烯,对伞花烃, β -芳樟醇,*L*-4-松油醇, α -松油醇,橙花醇, β -环柠檬醛,香叶醇, α -柠檬醛 10 个成分的相对质量分数在生佛手中较高; β -石竹烯,顺式- α -香柑油烯, γ -衣兰油烯, γ -榄香烯和 β -红没药烯 5 个成分的相对质量分数在制佛手中较高。结论:广佛手经过蒸制,挥发性成分的含量和组分均发生了改变,可为佛手的炮制原理及质量评价研究提供实验基础,对促进该岭南特色饮片的研究与发展具有积极意义。

[关键词] 佛手; 蒸制工艺; 气相色谱-质谱联用法; 挥发油; 水蒸气蒸馏法; *D*-柠檬烯; 差异性成分

[中图分类号] R22;O657;R28;C37;R943.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2019)04-0126-07

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.20190450

[网络出版地址] <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.r.20181031.1012.022.html>

[网络出版时间] 2018-11-03 17:13

Comparison of Volatile Components in Citri Sarcodactylis Fructus from Guangdong Province Before and After Being Steamed by GC-MS

WANG Jin-yu, ZHANG Qiu-xia, CHEN Kang*, ZHANG Lin-jie, LI Wan-ling, WANG Hong-fei
(School of Pharmaceutical Sciences, Guangzhou University of Chinese Medicine, Guangzhou 510006, China)

[Abstract] **Objective:** To compare volatile components in raw products and steamed products of Citri Sarcodactylis Fructus. **Method:** Volatile oil in different batch of raw products and steamed products of Citri Sarcodactylis Fructus was extracted by steam distillation, and volatile components were identified by GC-MS. The determination was performed with injector temperature of 280 ℃, high pure helium ($\geq 99.999\%$) as carrier gas, split ratio of 10:1, and sample size of 3 μL with temperature programming. Mass spectrum conditions included electron bombardment ion source, electron bombardment energy of 70 eV, ion source temperature of 230 ℃, acceleration voltage of 34.6 V, resolution of 2 500, scanning range of *m/z* 40-350. Peak matching, cutting and noise filtering were used in analyzing data based on GC-MS combined with orthogonal partial least square-discriminant analysis (OPLS-DA). **Result:** A total of 58 components were separated and identified from the different batches of raw Citri Sarcodactylis Fructus and their processed products, and 27 differential chemical

[收稿日期] 20180927(029)

[基金项目] 广东省教育厅 2016 年重点平台及科研项目(2016KQNCX022);广州中医药大学 2018 年省级大学生创新训练计划项目(201810572256,201810572170)

[第一作者] 汪金玉,博士,从事中药炮制机制与工艺研究,Tel:020-39358042,E-mail:wangjinyu@gzucm.edu.cn

[通信作者] * 陈康,教授,从事中药炮制现代化和中药饮片质量标准化研究,Tel:020-39358042,E-mail:chenkang@gzucm.edu.cn

components were identified by multivariate statistical analysis, among them, 15 common differential components presented different changing laws. The relative contents of α -pinene, β -pinene, *p*-cymene, β -linalool, *L*-4-terpinenol, α -terpineol, nerol, β -cyclocitral, geraniol and α -citral in raw products were higher than that of their corresponding processed products. The relative contents of β -caryophyllene, *cis*- α -bergamotene, γ -muurolene, γ -elemene and β -bisabolene in processed products were higher than that of their corresponding raw products.

Conclusion: The content and composition of volatile components in Citri Sarcodactylis Fructus from Guangdong province have changed after being steamed. The results can provide experimental basis for expounding the processing principle and quality evaluation of Citri Sarcodactylis Fructus, and have positive significance for promoting the research and development of this Lingnan characteristic decoction pieces.

[Key words] Citri Sarcodactylis Fructus; steaming process; gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS); volatile oil; steam distillation; *D*-limonene; differential components

佛手具有舒肝理气、和胃止痛、燥湿化痰之功效^[1],主产于广东、福建、浙江、四川等省,根据产地不同又有广佛手、建佛手、金佛手和川佛手等不同名称。广佛手主产于广东高要、德庆等地,乃 2016 年广东省首批立法保护的 8 个中药材品种之一。广佛手作为十大广药之一,其特色不仅体现在产地方面,更体现在饮片炮制加工上,现存关于佛手蒸制的文献记载皆注有“广东”字样。虽然 2015 年版《中国药典》仅收录其生品,但是岭南地区,尤其广东地区临床上实际应用的佛手多为制佛手,制佛手乃岭南特色饮片,收载于 1984 年版《广东省中药炮制规范》^[2]。

现代对于佛手的研究主要集中于生品的化学成分、药理作用、干燥工艺以及鉴别、含量测定、指纹图谱等方面^[3-4],关于佛手炮制研究的相关文献较少。李勇等^[5-6]对佛手不同炮制品中总黄酮、总多糖含量进行了研究;本课题组前期亦对佛手蒸制工艺及蒸制前后非挥发性成分和部分药效作用开展了研究^[7-9],结果发现蒸制对佛手中部分非挥发性成分(如 5-羟甲基糠醛、橙皮苷和 6,7-二甲氧基香豆素等)的含量以及总水提物和总醇提物的抗氧化活性均有一定影响。但现有这些研究报道尚不足以揭示佛手岭南特色炮制的科学内涵。佛手含大量挥发油,挥发油作为其主要活性成分之一,具有镇咳祛痰、抗炎、抗肿瘤、抑菌、抗抑郁等药理作用^[10-16]。研究蒸制前后挥发油类成分的变化对于探讨岭南特色饮片——制佛手的炮制内涵和质量具有重要意义。本实验拟采用气相色谱-质谱联用技术(GC-MS)分析广佛手炮制前后挥发性成分的组分差异,通过多元统计分析找出其中差异显著的化学成分及其变化规律,旨在更好地促进该岭南特色饮片的研究与发展。

1 材料

7890B-5977 GC/MSD 型气相色谱-质谱联用仪(美国 Agilent 公司),MP200B 型电子天平(上海精密科学仪器有限公司),DQ-101 型多功能切药机(温岭市林大机械有限公司)。广佛手生品饮片分别购于广州清平药材市场(产地广东德庆,批号 20151018,编号 R1),广东和翔制药有限公司(产地广东肇庆,批号 20151123,编号 R2)和广州清平药材市场(产地广东肇庆,批号 20151010,编号 R3),经广州中医药大学高明副教授鉴定为芸香科植物佛手 *Citrus medica* var. *sarcodactylis* 的干燥果实切制加工品,留样凭证存放于广州中医药大学中药炮制实验室。水为蒸馏水,试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 制佛手的制备^[2] 分别称取各生品饮片 500 g,将水(药材质量的 20%)装入喷雾瓶中,反复喷淋药材,使水被药材充分吸收,浸润 1 h。药材被充分润湿后,分别置于蒸锅中,隔水加热,待蒸锅圆气后蒸制 2.5 h,并闷过夜或等锅内温度降至室温后取出,在空气中稍晾干,置于 50 ℃ 恒温干燥箱中烘干,取出,密封保存,备用。各炮制品编号与生品对应,分别为 P1, P2, P3。

2.2 挥发油的提取 用多功能切药机将佛手生、制品饮片切成碎片,分别取约 100 g,称定质量,加入 10 倍量水,参考 2015 年版《中国药典》(四部)通则 2204^[17],利用水蒸气蒸馏法提取 5 h,收集挥发油,用无水硫酸钠干燥后备用。各批生佛手经过蒸制后,挥发油的质量分数出现了 16% ~ 54% 不同幅度的降低,见表 1。

2.3 GC-MS 分析

2.3.1 气相色谱条件 进样口温度 280 ℃,载气为高纯氦气(≥99.999%),传输线温度 280 ℃,

表 1 不同样品中挥发油的质量分数 ($\bar{x} \pm s, n=3$)

Table 1 Determination of volatile oil in different samples ($\bar{x} \pm s, n=3$)

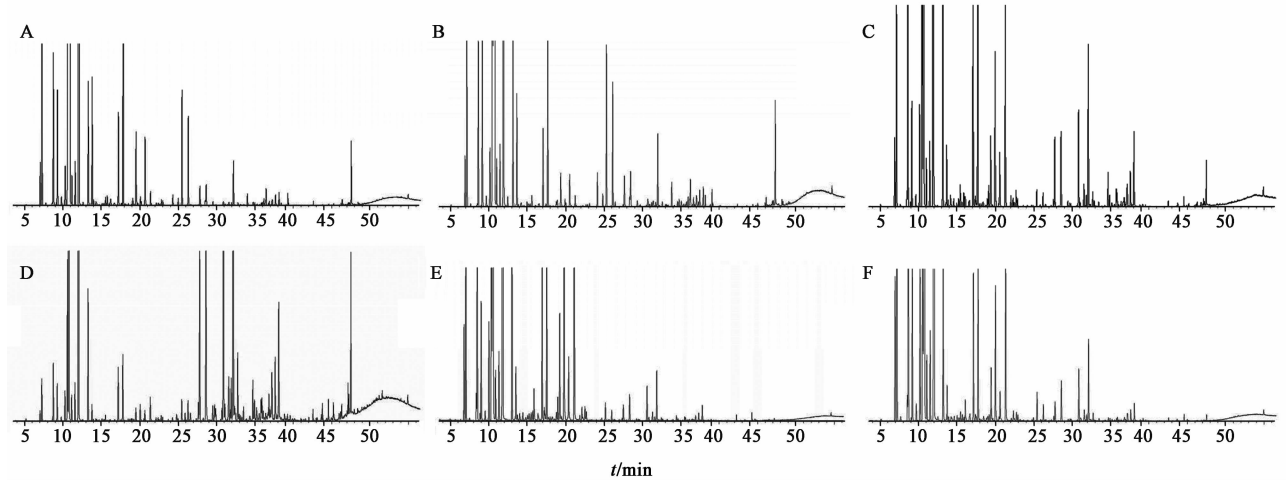
编号	生佛手(R)	制佛手(P)
1	0.69 ± 0.03	0.34 ± 0.02
2	0.57 ± 0.02	0.26 ± 0.02
3	0.94 ± 0.04	0.79 ± 0.02

分流比 10:1, 进样量 3 μL , 程序升温(初始温度 60 $^{\circ}\text{C}$, 保持 3 min; 以速率 3 $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ 升至 130 $^{\circ}\text{C}$, 保持 3 min; 以速率 5 $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ 升至 250 $^{\circ}\text{C}$, 保持至分析完成)。

2.3.2 质谱条件 电离方式为电子轰击离子源(EI), 电子轰击能量 70 eV, 离子源温度设置 230 $^{\circ}\text{C}$, 加速电压 34.6 V, 分辨率 2 500, 倍增器电压 1 388 V, 四极杆温度 150 $^{\circ}\text{C}$, 扫描范围 m/z 40 ~ 350,

扫描数 4.45 次/s。

2.3.3 样品测定 按上述分析条件进样测试, 得生佛手与制佛手挥发性成分的总离子流图, 见图 1。经 GC-MS 工作站自带的质谱数据库(NIST 14) 鉴定, 从 3 批生、制佛手中共鉴定出 58 个化合物, 其中 R1 鉴定出 38 个, 检出率 86.4%, 检出物总质量分数 98.98%; P1 鉴定出 37 个, 检出率 80.4%, 检出物总质量分数 98.65%; R2 鉴定出 38 个, 检出率 74.5%, 检出物总质量分数 97.88%; P2 鉴定出 48 个, 检出率 64.0%, 检出物总质量分数 93.44%; R3 鉴定出 31 个, 检出率 75.6%, 检出物总质量分数 98.84%; P3 鉴定出 34 个, 检出率 70.8%, 检出物总质量分数 98.81%。与相应生品相比, P1 新增化合物 5 个; P2 新增化合物多达 14 个; P3 新增化合物 3 个。



A. R1; B. P1; C. R2; D. P2; E. R3; F. P3

图 1 佛手中挥发性成分的 GC-MS 总离子流

Fig. 1 Total ion chromatograms of volatile components in Citri Sarcodactylis Fructus by GC-MS

2.4 差异成分识别及其含量变化 所得 GC-MS 原始图片经仪器工作站进行峰对齐、切割、滤噪等预处理, 利用 Microsoft Excel 对数据进行峰面积归一化处理, 并将处理后的数据导入 SIMCA-P 14.1 软件, 对数据进行正交偏最小二乘法-判别分析(OPLS-DA), 分别对各样品进行分类, 其中 R^2X 和 R^2Y 分别表示所建模型对 X 和 Y 矩阵的解释率, Q^2 标示模型的预测能力。 R^2X 和 R^2Y 越接近 1, 表示模型越稳定, $Q^2 > 0.5$ 表示预测率高。在模型有效的前提下, 寻找差异化学成分。OPLS-DA 得分图见图 2。

结果发现两组样品沿 PC1 轴明显分开, 其中模型参数为 $R^2X = 0.926, R^2Y = 0.997, Q^2 = 0.868$, 证明模型有效、可靠。采用模型相对应的柱状载荷图

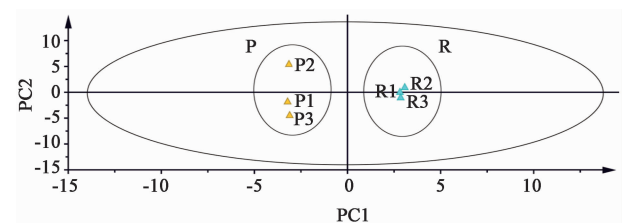


图 2 佛手样品分类的 OPLS-DA 得分

Fig. 2 OPLS-DA score plot of classification of Citri Sarcodactylis Fructus samples

寻找生、制佛手的差异化学成分。以变量重要性投影(VIP)值描述变量的贡献程度, 当 VIP 值 > 1 时, 认为该变量是重要的。3 批生、制佛手挥发油中 58 个化合物的信息见表 2, 其 VIP 值见图 3, 从中初步

筛选出 VIP 值 >1 的 27 个差异化学成分,分别为 α -蒎烯, β -蒎烯,对伞花烃, β -芳樟醇,反式-2-薄荷烯醇,1,3,8-对-薄荷三烯, β -松油醇,*L*-4-松油醇, α -松油醇,*L*-香芹醇,橙花醇, β -环柠檬醛,香叶醇, α -柠

檬醛,香芹酚,十一(烷)醛, δ -榄香烯,乙酸香茅酯, β -石竹烯,顺式- α -香柑油烯, γ -衣兰油烯, γ -榄香烯, β -红没药烯, β -杜松烯,大根香叶烯,匙叶桉油烯醇,邻苯二甲酸二丁脂。

表 2 生佛手与制佛手中挥发性成分的检测

Table 2 Detection of volatile components in raw products and steamed products of Citri Sarcodactylis Fructus

峰号	t_R /min	分子式	化合物	相对质量分数/%					
				R1	P1	R2	P2	R3	P3
1	6.909	C ₁₀ H ₁₆	β -侧柏烯	0.493	0.372	0.661	0.149	0.933	1.249
2	7.138	C ₁₀ H ₁₆	α -蒎烯	2.111	1.663	2.247	0.617	2.103	3.004
3	8.511	C ₁₀ H ₁₆	桉烯	-	-	0.143	-	0.250	0.203
4	8.626	C ₁₀ H ₁₆	β -蒎烯	1.717	1.337	2.554	0.830	2.421	3.166
5	9.146	C ₁₀ H ₁₆	β -月桂烯	1.292	1.333	0.955	0.511	1.131	1.358
6	9.667	C ₁₀ H ₁₆	α -水芹烯	0.108	0.087	0.125	0.058	0.100	0.145
7	10.153	C ₁₀ H ₁₆	α -松油烯	0.520	0.489	0.949	0.421	0.996	1.323
8	10.480	C ₁₀ H ₁₄	对伞花烃	4.545	4.441	3.811	2.363	5.040	2.365
9	10.697	C ₁₀ H ₁₆	<i>D</i> -柠檬烯	55.848	57.968	36.316	28.090	35.488	39.334
10	11.029	C ₁₀ H ₁₆	反式- β -罗勒烯	0.256	0.281	0.385	0.339	0.415	0.444
11	11.458	C ₁₀ H ₁₆	β -罗勒烯	0.411	0.403	0.545	0.505	0.620	0.691
12	11.950	C ₁₀ H ₁₆	γ -松油烯	19.389	20.823	30.327	27.065	31.802	35.061
13	13.157	C ₁₀ H ₁₆	α -异松油烯	1.264	1.316	1.984	1.826	2.055	2.315
14	13.661	C ₁₀ H ₁₈ O	β -芳樟醇	1.210	0.745	0.503	0.210	0.436	0.249
15	13.856	C ₉ H ₁₈ O	壬醛	0.063	-	-	-	-	-
16	14.582	C ₁₀ H ₁₈ O	反式-2-薄荷烯醇	-	-	0.089	-	0.092	0.042
17	15.412	C ₁₀ H ₁₄	1,3,8-对-薄荷三烯	0.092	-	0.206	0.087	-	-
18	15.618	C ₁₀ H ₁₈ O	β -松油醇	0.117	0.096	-	-	-	-
19	16.024	C ₁₀ H ₁₆ O	橙花醚	0.116	-	0.082	-	0.307	0.177
20	17.083	C ₁₀ H ₁₈ O	<i>L</i> -4-松油醇	0.964	0.557	2.532	0.754	1.541	1.139
21	17.684	C ₁₀ H ₁₈ O	α -松油醇	2.725	1.566	3.018	0.916	1.959	1.238
22	18.942	C ₁₀ H ₁₆ O	<i>L</i> -香芹醇	0.091	-	0.085	-	0.083	0.051
23	19.372	C ₁₀ H ₁₈ O	橙花醇	0.836	0.262	0.657	0.206	1.038	0.133
24	19.932	C ₁₀ H ₁₆ O	β -环柠檬醛	0.095	0.060	1.330	0.228	3.404	1.027
25	20.536	C ₁₀ H ₁₈ O	香叶醇	0.728	0.263	0.516	0.150	0.588	0.217
26	21.254	C ₁₀ H ₁₆ O	α -柠檬醛	0.150	0.089	1.851	0.357	4.292	1.460
27	22.656	C ₁₀ H ₁₄ O	香芹酚	0.069	-	0.160	0.086	-	0.079
28	22.851	C ₁₁ H ₂₂ O	十一(烷)醛	0.056	-	0.077	0.058	0.085	0.049
29	24.150	C ₁₅ H ₂₄	δ -榄香烯	0.117	0.241	-	-	-	-
30	24.664	C ₁₅ H ₂₄	α -葎澄茄油烯	-	-	-	0.102	-	-
31	24.848	C ₁₂ H ₂₂ O ₂	乙酸香茅酯	0.084	0.097	-	-	-	-
32	25.334	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	乙酸橙花酯	1.148	1.115	0.147	0.308	0.166	0.222
33	25.763	C ₁₅ H ₂₄	α -胡椒烯	-	-	-	0.118	-	-
34	26.152	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	乙酸香叶酯	0.903	0.888	0.124	0.298	0.093	0.129

续表 2

峰号	t_R/min	分子式	化合物	相对质量分数/%					
				R1	P1	R2	P2	R3	P3
35	26.461	C ₁₅ H ₂₄	β -榄香烯	-	0.114	-	0.114	-	-
36	27.668	C ₁₅ H ₂₄	β -石竹烯	0.263	0.263	0.710	2.869	0.166	0.177
37	28.120	C ₁₅ H ₂₄	β -胡椒烯	-	-	-	0.060	-	-
38	28.481	C ₁₅ H ₂₄	顺式- α -香柑油烯	0.271	0.332	0.808	4.266	0.288	0.385
39	29.362	C ₁₅ H ₂₄	α -石竹烯	0.061	0.069	-	0.284	-	-
40	29.608	C ₁₅ H ₂₄	顺式- β -金合欢烯	-	-	-	0.284	-	-
41	29.740	C ₁₅ H ₂₄	β -檀香萜烯	-	-	-	0.213	-	-
42	30.747	C ₁₅ H ₂₄	γ -衣兰油烯	0.068	0.092	0.992	4.073	0.367	0.468
43	31.456	C ₁₅ H ₂₄	γ -榄香烯	0.060	0.079	0.250	0.897	0.101	0.117
44	31.771	C ₁₅ H ₂₄	顺式- α -红没药烯	-	-	0.112	0.607	-	0.050
45	32.017	C ₁₅ H ₂₄	β -红没药烯	0.489	0.570	1.471	7.419	0.478	0.653
46	32.606	C ₁₅ H ₂₄	β -杜松烯	-	-	0.148	1.011	-	-
47	33.831	C ₁₅ H ₂₄	大根香叶烯	0.120	0.178	-	-	-	-
48	34.581	C ₁₅ H ₂₄ O	匙叶桉油烯醇	-	-	0.289	0.528	-	-
49	34.775	C ₁₅ H ₂₆ O	兰桉醇	-	0.058	-	0.322	-	-
50	35.056	C ₁₅ H ₂₆ O	绿花白千层醇	-	0.067	-	0.189	-	-
51	37.041	C ₁₅ H ₂₆ O	α -毕澄茄醇	-	0.121	-	1.039	-	0.088
52	37.939	C ₁₅ H ₂₆ O	α -红没药醇	0.133	0.141	0.650	1.644	-	-
53	38.203	C ₁₅ H ₂₆ O	杜松脑	-	0.075	-	-	-	-
54	42.391	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	邻苯二甲酸二异丁酯	-	-	-	0.114	-	-
55	43.478	C ₁₈ H ₃₀ O	金合欢基丙酮	-	-	-	0.100	-	-
56	43.610	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	棕榈酸甲酯	-	-	-	0.181	-	-
57	44.339	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	邻苯二甲酸二丁脂	-	-	0.073	0.254	-	-
58	46.951	C ₁₉ H ₃₄ O ₂	亚油酸甲酯	-	-	-	0.318	-	-

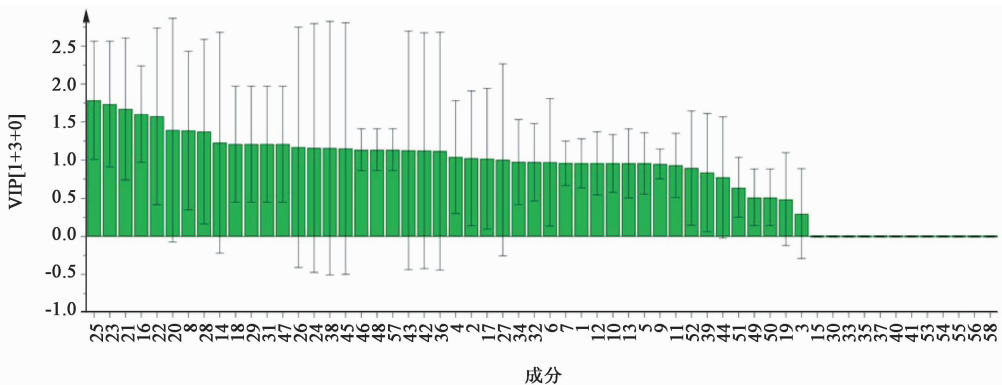


图 3 生佛手与制佛手挥发性成分 OPLS-DA 模型的 VIP 值

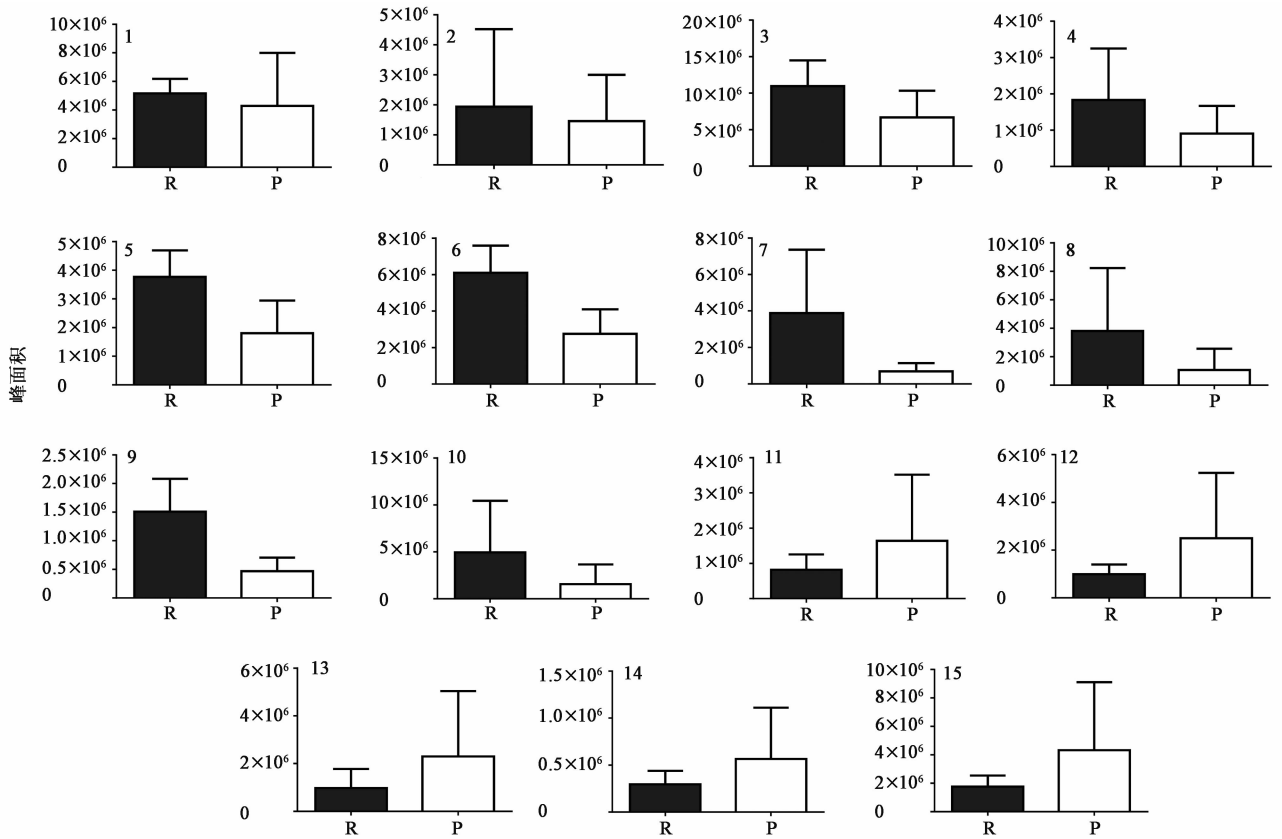
Fig. 3 VIP values of OPLS-DA model of volatile components in raw products and steamed products of Citri Sarcodactylis Fructus

在筛选出的 27 个差异性化学成分中,3 批佛手均有检出的共有差异性成分 15 个。提取共有差异性成分在各组间对应的峰强度数值,对生佛手与制佛手样品间同一物质峰强度的平均值和

标准差进行计算和作图,得到各共有差异性成分在不同组间的变化^[18],采用单变量分析方法中的 t 检验对这 15 种共有差异性化学成分进行比较,见图 4。结果显示在 15 个共有差异性成分

中, α -蒎烯, β -蒎烯, 对伞花烃, β -芳樟醇, *L*-4-松油醇, α -松油醇, 橙花醇, β -环柠檬醛, 香叶醇, α -柠檬醛 10 个成分的相对质量分数在生佛手中较高;

β -石竹烯, 顺式- α -香柑油烯, γ -衣兰油烯, γ -榄香烯和 β -红没药烯 5 个成分的相对质量分数在制佛手中较高。



1. α -蒎烯; 2. β -蒎烯; 3. 对伞花烃; 4. β -芳樟醇; 5. *L*-4-松油醇; 6. α -松油醇; 7. 橙花醇; 8. β -环柠檬醛; 9. 香叶醇; 10. α -柠檬醛; 11. β -石竹烯; 12. 顺式- α -香柑油烯; 13. γ -衣兰油烯; 14. γ -榄香烯; 15. β -红没药烯

图 4 生佛手 (R) 与制佛手 (P) 挥发油中共有差异性成分的峰强度 ($\bar{x} \pm s, n=3$)

Fig. 4 Comparison of relative contents of common differential components in raw products (R) and steamed products (P) of Citri Sarcodactylis Fructus ($\bar{x} \pm s, n=3$)

3 讨论

本文研究结果显示佛手经过蒸制后, 其挥发油的含量和组分均产生了一定的变化。现有关于不同样品间挥发油组分的分析报道, 多以组分的相对百分含量来对比分析, 为避免未检出成分可能产生的影响, 本研究在对比蒸制前后共有差异成分量的变化时, 参照文献 [18] 中的方法, 以相同进样量下组分的峰强度数值来反映其含量。GC-MS 结果显示广佛手生、制品挥发油组分以单萜和倍半萜烯碳氢化合物为主, 炮制后单萜类组分相对含量多呈现不同程度的降低, 倍半萜类组分相对含量多呈现不同程度的升高。炮制后新产生的组分多出现在较高沸点部分, 如倍半萜类成分 α -毕澄茄醇, 3 批样品炮制后均有检出, 生品则没有。

在所有检出的 58 个化合物中, *D*-柠檬烯与 γ -

松油烯为标志性化合物, 各样品中两者相对质量分数之和均 $> 50\%$, 尤以 *D*-柠檬烯相对质量分数为高, 达 $28.090\% \sim 57.968\%$ 。现代药理研究显示, *D*-柠檬烯具有中和胃酸、促进胃肠蠕动、保护胃黏膜、抑制溃疡等作用^[19]; γ -松油烯具有抗炎^[20]、降血脂^[21]等作用。OPLS-DA 分析结果中 *D*-柠檬烯的 VIP 值为 0.948, γ -松油烯的 VIP 值为 0.959。3 批样品测试结果中, 上述 2 种成分的相对质量分数在样品 R1 和 R3 中蒸制后升高, 在样品 R2 中蒸制后降低。对比 3 批样品, 发现样品 P2 中倍半萜的相对质量分数之和达到近 26%, R2 中仅约 5.4%, 而另外 4 份样品则均不到 2.5%。倍半萜类成分相对质量分数高会使得 *D*-柠檬烯与 γ -松油烯出现相对质量分数低的情况。至于为何仅样品 R2 出现蒸制后倍半萜类成分含量较大幅度增加, 可能与生品质量

差异大、加工炮制工艺可控性不高和挥发油提取不稳定等因素有一定的关系,具体原因仍有待进一步研究。为了保证研究结果更具代表性,后续将加大样本量,并从生品质量、炮制工艺和挥发油提取工艺等多方面进行优化研究,进一步验证结果的可靠性。

[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,2015:178-179.

[2] 广东省卫生厅. 广东省中药炮制规范[M]. 广州:广东省卫生厅,1984:126.

[3] 姜艳艳,张乐,刘娟,等. 香橼、佛手中黄酮类成分含量测定及 HPLC 特征图谱研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2013,19(20):103-107.

[4] 岳玲,程轩轩,唐晓敏,等. 佛手的传统应用研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2018,24(21):98-103.

[5] 李勇,姚曦. 不同炮制方法对佛手总黄酮含量的影响[J]. 医药导报,2012,31(5):643-645.

[6] 李勇,姚曦. 不同炮制方法对佛手总多糖含量的影响[J]. 中国药业,2012,21(4):24-25.

[7] 陈燕霞. 岭南特色饮片制佛手生产工艺优化及质量标准研究[D]. 广州:广州中医药大学,2014.

[8] 黎珊,高明,陈康,等. 蒸制时间对佛手主要成分与抗氧化活性的影响[J]. 中成药,2015,37(4):821-824.

[9] 汪金玉,宋稳,陈康,等. 岭南特色饮片制佛手 HPLC 指纹图谱及其炮制前后对比研究[J]. 中药材,2018,41(2):341-344.

[10] 施长春,王建英,朱婉萍,等. 佛手挥发油对支气管哮喘小鼠外周血、肺泡灌洗液及肺组织中嗜酸性粒细胞的影响[J]. 中草药,2009,40(1):99-101.

[11] 吕学维,邵邻相,张均平,等. 佛手挥发油对 B16 黑色素瘤细胞体外增殖的抑制作用[J]. 中国粮油学报,

2011,26(8):50-54.

[12] 邵邻相,吕学维,邓刚,等. 佛手挥发油对 B16 细胞增殖及其酪氨酸酶活性的影响[J]. 浙江师范大学学报:自然科学版,2011,34(2):202-206.

[13] 邵邻相,高海涛,成文召,等. 佛手挥发油对小鼠体内 B16 黑色素瘤生长的影响[J]. 浙江师范大学学报:自然科学版,2012,35(2):184-188.

[14] 郭卫东,郑建树,邓刚,等. 佛手挥发油抑菌活性的研究[J]. 中国粮油学报,2009,24(8):103-107.

[15] 付丽,卢文青,周晓敏,等. 佛手的抗菌抗氧化研究[J]. 检验医学与临床,2015,12(13):1837-1839.

[16] 高洪元,田青. 佛手挥发油的抗抑郁作用机制探讨[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(7):231-234.

[17] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 四部[M]. 北京:中国医药科技出版社,2015:203.

[18] 刘娟秀,罗益远,刘训红,等. 基于 GC-MS 技术分析苍耳草与苍耳子的挥发性成分差异[J]. 天然产物研究与开发,2016,28(12):1929-1935.

[19] Moraes T M, Kushima H, Moleiro F C, et al. Effects of limonene and essential oil from *Citrus aurantium* on gastric mucosa: role of prostaglandins and gastric mucus secretion [J]. Chem Biol Interact, 2009, 180 (3): 499-505.

[20] Ramalho T R, Oliveira M T, Lima A L, et al. Gamma-terpinene modulates acute inflammatory response in mice [J]. Planta Med, 2015, 81 (14): 1248-1254.

[21] Takahashi Y, Inaba N, Kuwahara S, et al. Effects of gamma-terpinene on lipid concentrations in serum using Triton WR1339-treated rats [J]. Biosci Biotechnol Biochem, 2003, 67 (11): 2448-2450.

[责任编辑 刘德文]