

·实验研究·

本文引用:黄菊,张亚志,谢四芳,段雨晴,陈树和,王秀兰,段雪云,孙婉瑾.灯心草炒乳香的炮制工艺优化及基于4种成分测定的质量传递规律研究[J].湖南中医药大学学报,2022,42(3): 349-355.

灯心草炒乳香的炮制工艺优化及基于4种成分测定的质量传递规律研究

黄菊^{1,2},张亚志^{2,3},谢四芳^{1,2},段雨晴^{1,3},陈树和^{2,3},王秀兰^{2,3},段雪云^{2,3},孙婉瑾^{2,3*}

(1.湖北中医药大学,湖北 武汉 430065;2. 湖北省中医院,湖北 武汉 430061;3.湖北省中医药研究院,湖北 武汉 430074)

[摘要] 目的 传承全国名老中医药专家、中药炮制专家涂绍川学术思想,研究特色炮制饮片——灯心草炒乳香,优化炮制工艺并揭示灯心草炒乳香的科学内涵。**方法** 采用正交实验法,以灯心草炒乳香中醋酸辛酯的含量、去油率为综合评价指标;以炮制温度、炮制时间、乳香粒径及灯芯草投入量4个影响因素来优化灯心草炒乳香炮制的工艺;并采用GC法测定比较不同乳香炮制品中特征性成分D-柠檬烯、醋酸辛酯、1-辛醇、月桂酸的差异,研究乳香炮制前后4种成分的质量传递规律。**结果** 灯心草炒乳香炮制优选工艺:大小分档后,选取中等粒径(4~7 mm)的乳香投入80 °C锅中,每50 g乳香加入2 g灯心草,均分两份,分别在炒制的第2分钟和第4分钟投入,不断翻炒6 min;质量传递规律揭示:灯心草炒乳香在保证去油率的基础上,稳定了以D-柠檬烯、醋酸辛酯、1-辛醇为代表的保留时间在8 min之前的成分;去除了以月桂酸为代表的保留时间靠后的挥发性成分。由于挥发油的去除,极显著提高了醋酸辛酯、1-辛醇的质量分数($P<0.01$)。**结论** 灯心草炒乳香的优化工艺稳定、可重复,降低挥发油含量的同时,保留了特征挥发性成分,此为该特色炮制饮片的优势所在。

[关键词] 灯心草;乳香;炮制工艺;气相色谱法;D-柠檬烯;醋酸辛酯;1-辛醇;月桂酸

[中图分类号]R283

[文献标志码]A

[文章编号]doi:10.3969/j.issn.1674-070X.2022.03.001

Study on preparing optimization of Frankincense stir-fried with Rushes and quality transfer law based on determination of 4 components

HUANG Ju^{1,2}, ZHANG Yazhi^{2,3}, XIE Sifang^{1,2}, DUAN Yuqing^{1,3}, CHEN Shuhe^{2,3}, WANG Xiulan^{2,3},
DUAN Xueyun^{2,3}, SUN Wanjin^{2,3*}

(1. Hubei University of Chinese Medicine, Wuhan, Hubei 430065, China; 2. Hubei Provincial Hospital of Traditional Chinese Medicine, Wuhan, Hubei 430061, China; 3. Hubei Academy of Traditional Chinese Medicine, Wuhan, Hubei 430074, China)

[Abstract] **Objective** To inherit the academic thought of Tu Shaochuan, a famous expert of traditional Chinese medicine and traditional Chinese medicine preparing, and to research the special processing slices—Frankincense stir-fried with Rushes, optimize the processing technology and reveal the scientific connotation of Frankincense stir-fried with Rushes. **Methods** By orthogonal experiment, the content of octyl acetate and deoiling rate in Frankincense stir-fried with Rushes were taken as evaluation indexes. The processing technology of Frankincense stir-fried with Rushes was optimized by processing temperature, processing time, Frankincense size and the amount of Rushes input. The content difference of D-limonene, octyl acetate, 1-octyl alcohol and lauric acid in different Frankincense products was compared by GC. The quality transfer rule of four components in Frankincense before and after processing was studied. **Results** The optimal processing technology of Frankincense stir-fried with Rushes was as follows: after size grading, medium size (4~7 mm) of Frankincense was put into pot of 80 °C with 2 g of Rushes divided

[收稿日期]2021-10-20

[基金项目]中药炮制技术传承基地项目(国中医药人教函[2014]193号);湖北省卫计委中医药科研项目(鄂卫通[2019]13号);名老中医药专家涂绍川中药炮制学术思想传承及应用项目(ZY2019M027)。

[第一作者]黄菊,女,硕士研究生,研究方向:中药饮片炮制工艺、质量控制与原理研究。

[通信作者]* 孙婉瑾,女,副主任药师,硕士,E-mail:sunwanjin@126.com。

at twice and put into every 50 g of Frankincense at the 2nd minute and the 4th minute, stirred constantly for 6 min. Quality transfer law revealed: on the basis of ensuring the deoiling rate, Frankincense stir-fried with Rushes stabilized the components represented by D-limonene, octyl acetate and 1-octyl alcohol whose retention time was 8 min earlier; the volatile components represented by lauric acid with a later retention time were removed. Due to the removal of volatile oil, the mass fraction of octyl acetate and 1-octyl alcohol in the volatile oil was significantly increased ($P<0.01$). **Conclusion** The optimized process of Frankincense stir-fried with Rushes is stable and repeatable, and the volatile oil content is reduced while the characteristic volatile components are retained, which is the advantage of this special processing.

[Keywords] Rushes; Frankincense; preparing technology; gas chromatography; D-limonene; octyl acetate; 1-octyl alcohol; lauric acid

灯心草炒乳香传承自全国名老中医药专家、中药炮制专家涂绍川学术思想,是湖北省中医院中药炮制技术传承基地的特色炮制技艺。灯心草质轻,结构疏松,有许多微孔,可以吸附乳香溢出的油脂;利用比重差异簸分辅料灯心草与主药乳香,使得净制操作便捷,是灯心草炒乳香传承特色所在^[1]。

灯心草炒乳香的炮制方法兴始于宋朝,兴盛于清朝^[2-4],曾被收录于2018年、1999年版湖北《中药饮片炮制规范》和1980年版江苏《中药饮片炮制规范》中^[5-6],两者所描述的炮制方法大致相同,传统炮制的实施以乳香外观性状变化为度,均未规定具体炮制条件参数,也未对炮制前后乳香成分进行定性、定量研究,本研究运用现代技术将传统工艺参数,如火候、火力、大小分档等进行量化,通过药效成分醋酸辛酯含量变化、去油率,综合评价优化炮制工艺,确定灯心草炒乳香的具体工艺参数,为灯心草炒乳香炮制工艺标准化提供参考。

炮制过程质量传递规律可揭示炮制工艺各环节及参数等对药材和饮片质量的影响规律。中药化学成分改变是不同炮制工艺对中药饮片的药性或功效变化的物质基础,因此,探讨中药炮制过程中其化学成分的变化规律,可为阐明中药炮制机制提供参考^[7]。本研究对同一生品炮制的灯心草炒乳香、醋乳香挥发油中4种成分进行质量分数测定,初步探讨乳香不同炮制品的质量传递规律,确立本特色炮制技艺的优势。

1 材料

1.1 主要药物与试剂

乳香(产地,广西;批号:20190571,湖北天济中药饮片有限公司)。经湖北省中医院中药炮制专家涂绍川传承人张亚志主任药师鉴定为橄榄科乳香树(*Boswellia carterii* Birdw.)树皮渗出的树脂。实验所用醋乳香由湖北省中医院张亚志主任药师自行炮制,经鉴定符合2020年版《中华人民共和国药典》醋

乳香项下规定。高纯 N₂(纯度≥99.999%,批号:20210407,武汉市同和气体制造有限公司);无水乙醇(批号:2053612,色谱纯,赛默飞世尔科技有限公司);醋酸辛酯对照品(批号:111671-201704,纯度≥98%,中国食品药品检定研究院);1-辛醇对照品(批号:B24577,纯度≥98%,中国食品药品检定研究院);月桂酸对照品(批号:111774-201602,纯度≥98%),D-柠檬烯对照品(批号:100470-201503,纯度≥98%)均购自上海源叶生物科技有限公司。

1.2 主要仪器

PerKELmer Clarus 580 气相色谱(GC)仪和 FID 检测器(美国 PerKELmer 公司); 色谱柱 Elite-WAX ETR (250 °C, 0.25 μm×0.25 mm×30 m); CA-2 型静音无油空气泵(武汉科林普丰仪器有限公司); SPH-300 型氢气发生器(北京中惠普分析技术研究所); 225SM-DR 十万分之一分析天平(赛多利斯科学仪器有限公司); AS 220.R2 万分之一分析天平(波兰瑞戈威公司); 希玛 AT 380 红外测温仪计(河北中仪伟创试验仪器有限公司); OPAICN 嵌入式燃气炉(广东欧派科技有限公司)。

2 方法与结果

2.1 灯心草炒乳香传统工艺

先将锅预热,投入大小分档的净乳香,文火翻炒至乳香表面微熔化、出现油量光泽,并有气味外溢时,分两次投入适量灯心草,不断翻炒至乳香表面呈深黄色,质地酥脆,有香气溢出,出锅,晾凉,簸去灯心草,即得。

2.2 灯心草炒乳香的工艺优化

2.2.1 正交实验的因素与水平设计 依据中医名家的炮制过程和地方标准以及参考文献^[8-10],选取影响灯心草炒乳香炮制工艺的4个因素:炮制温度(A)、炮制时间(B)、灯心草投入量(C)、乳香粒径(D),进行 L₉(3⁴)正交设计,相应水平因素见表1。

2.2.2 挥发油的提取与去油率的测定 大小分档,

表1 正交实验因素水平表

| 水平 | A | B | C | D |
|----|-----|-----|---|------------|
| 1 | 80 | 3.0 | 1 | 小(<4 mm) |
| 2 | 100 | 4.5 | 2 | 中(4~7 mm) |
| 3 | 120 | 6.0 | 4 | 大(8~12 mm) |

取中等粒径的乳香,每份约50 g,按照L₉(3⁴)正交设计表方案进行炮制,平行实验两份。不同试验组的灯心草炒乳香,打成粗粉取约50 g,置于1000 mL圆底烧瓶中,加蒸馏水250 mL,按照2020年版《中华人民共和国药典》挥发油测定法甲法提取^[11]。收集所提取灯心草炒乳香的挥发油,置于-20 ℃的冰箱中保存。计算各试验号灯心草炒乳香的去油率,见表2。

$$\text{去油率} = (\text{灯心草炒乳香挥发油体积}/\text{乳香生品挥发油体积}) \times 100\%$$

2.2.3 减毒增效综合评分 对各灯心草炒乳香炮制品进行综合加权评分,减毒与增效作用对灯心草炒乳香工艺优化目的同等重要,故醋酸辛酯含量、去油率的权重系数均为0.5,以二者的综合评分为指标,见表2。即:综合评分=50×醋酸辛酯含量/醋酸辛酯含量最大值+50×去油率/去油率最大值。

经直观分析,对去油率的影响因素为A>B>C>D;对醋酸辛酯含量的影响因素为A>B>C>D;对综合评分的影响因素为A>C>B>D,见表3。方差分析表明,4个因素对综合评分无显著影响($P>0.05$),见表4。据综合评分极差分析结果,优选灯心草炒乳香最佳炮制工艺条件为:A₁B₃C₂D₂,见图1。

根据正交实验结果,醋酸辛酯含量高则去油率低,为综合控制乳香品质,利用综合评分方法的优选工艺为:大小分档后,将中等粒径(4~7 mm)乳香生品投入80 ℃锅中,每50 g乳香取2 g灯心草,均

分两份,在第2、4分钟时加入,不断翻炒6 min,起锅。

2.2.4 验证实验 按最佳炮工艺炮制3份平行样品,采取“2.2.2”项下方法提取挥发油,计算去油率,去油率的RSD值为3.34%。利用GC法测定灯心草炒乳香挥发油中醋酸辛酯含量,醋酸辛酯含量的RSD值为1.98%。见表5。结果表明,本实验中灯心草炒乳香工艺稳定、可行。

2.3 质量分数测定

2.3.1 气相色谱条件 色谱柱:PE-WATER-30M-25MM-25 μm,气相条件:50 ℃(1 min)以25 ℃/min升到180 ℃(3 min),以10 ℃/min升到240 ℃(5 min),分流比:20:1,柱流量:1 mL/min,进样口温度:200 ℃,检测器温度:280 ℃,进样量:1 μL,检测器:FID,氢气:45 mL/min,空气:450 mL/min。

2.3.2 对照品溶液的制备 精密移取或精密称取各对照品适量,加入无水乙醇配制成每mL含D-柠檬烯、醋酸辛酯、1-辛醇、月桂酸各4 μL、100 μL、20 μL、3 mg的储备液。

2.3.3 供试品溶液的制备 分别精密移取各样品或不同炮制品挥发油0.2 mL,置于2 mL容量瓶,加入无水乙醇,稀释至刻度,0.45 μm微孔滤膜滤过,供GC分析用^[12]。

2.3.4 线性范围考察 精密度量取“2.3.2”项下的对照品储备液配制不同浓度的对照品溶液,按“2.3.1”项下条件进样分析,以溶液的浓度(x)为横坐标对峰面积(y)进行回归,见表6。结果表明:在相应浓度范围内,各化合物与其峰面积呈良好线性关系。

2.3.5 精密度试验 验证实验样品按“2.3.3”项下方得溶液连续进样6次,计算D-柠檬烯、醋酸辛酯、1-辛醇、月桂酸峰面积的RSD值分别为0.97%、

表2 正交实验结果

| 试验号 | A | B | C | D | 试验编号 | 评价指标 | | |
|-----|---|---|---|---|---|------------------------------|-------|--------|
| | | | | | | 醋酸辛酯含量/(μL·g ⁻¹) | 去油率/% | 综合评分/分 |
| 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | A ₁ B ₃ C ₃ D ₃ | 6.02 | 19.43 | 75.49 |
| 2 | 1 | 2 | 2 | 2 | A ₂ B ₁ C ₂ D ₃ | 6.30 | 23.7 | 85.57 |
| 3 | 1 | 3 | 3 | 3 | A ₃ B ₂ C ₁ D ₃ | 3.86 | 23.7 | 70.36 |
| 4 | 2 | 1 | 2 | 3 | A ₂ B ₁ C ₂ D ₃ | 7.88 | 4.74 | 58.39 |
| 5 | 2 | 2 | 3 | 1 | A ₂ B ₂ C ₃ D ₁ | 6.38 | 2.37 | 44.41 |
| 6 | 2 | 3 | 1 | 2 | A ₂ B ₃ C ₁ D ₂ | 7.46 | 8.06 | 62.25 |
| 7 | 3 | 1 | 3 | 2 | A ₃ B ₁ C ₃ D ₂ | 7.34 | 9.48 | 64.28 |
| 8 | 3 | 2 | 1 | 3 | A ₃ B ₂ C ₁ D ₃ | 8.02 | 2.84 | 55.56 |
| 9 | 3 | 3 | 2 | 1 | A ₃ B ₃ C ₂ D ₁ | 5.74 | 25.59 | 85.79 |
| | | | | | 平均值 | 6.56 | 13.32 | 66.9 |

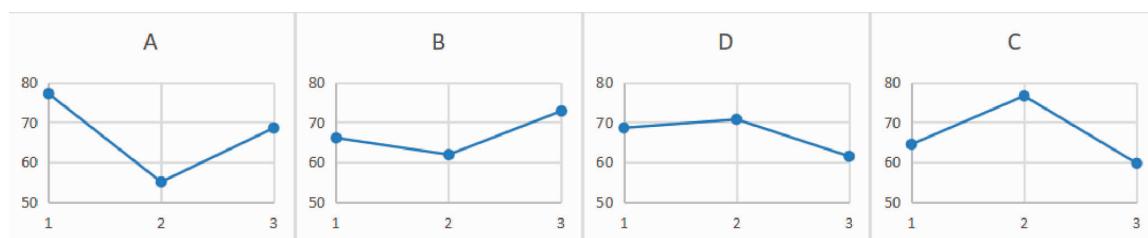


图1 综合评分的极差分析(直观分析)结果图

表3 直观分析结果

| 评价指标 | K/K' | A | B | C | D |
|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 去油率 | K1 | 16.18 | 21.24 | 21.50 | 18.14 |
| | K2 | 21.72 | 20.7 | 19.92 | 21.10 |
| | K3 | 21.10 | 17.06 | 17.58 | 19.76 |
| | $K1'$ | 5.39 | 7.08 | 7.17 | 6.05 |
| | $K2'$ | 7.24 | 6.90 | 6.64 | 7.03 |
| | $K3'$ | 7.03 | 5.69 | 5.86 | 6.59 |
| | R | 1.85 | 1.39 | 1.31 | 0.99 |
| 醋酸辛酯含量 | K1 | 66.83 | 33.65 | 30.33 | 47.39 |
| | K2 | 15.17 | 28.91 | 54.03 | 41.24 |
| | K3 | 37.91 | 57.35 | 35.55 | 31.28 |
| | $K1'$ | 22.28 | 11.22 | 10.11 | 15.80 |
| | $K2'$ | 5.06 | 9.64 | 18.01 | 13.75 |
| | $K3'$ | 12.64 | 19.12 | 11.85 | 10.43 |
| | R | 17.22 | 9.48 | 7.90 | 5.37 |
| 综合评分 | K1 | 231.43 | 198.16 | 193.30 | 205.68 |
| | K2 | 165.04 | 185.53 | 229.74 | 212.10 |
| | K3 | 205.62 | 218.40 | 179.04 | 184.30 |
| | $K1'$ | 77.14 | 66.05 | 64.43 | 68.56 |
| | $K2'$ | 55.01 | 61.84 | 76.58 | 70.70 |
| | $K3'$ | 68.54 | 72.80 | 59.68 | 61.43 |
| | R | 22.13 | 10.95 | 16.90 | 9.27 |

表4 方差分析结果

| 方差来源 | 离差平方和 | 自由度 | 均方 | F值 | P值 |
|----------------------|--------|----------------------|--------|------|-------|
| Sa | 746.67 | 2 | 373.33 | 5.29 | >0.05 |
| Sb | 183.21 | 2 | 91.60 | 1.30 | >0.05 |
| Sc | 455.77 | 2 | 227.88 | 3.23 | >0.05 |
| Sd | 141.23 | 2 | 70.62 | 1.00 | >0.05 |
| Se | 141.23 | 2 | 70.62 | | |
| $F_{0.05}(2,2)=19.0$ | | $F_{0.01}(2,2)=99.0$ | | | |

表5 验证实验结果

| 指标 | 试验号 | | | | |
|--|------|-------|-------|-------|-------|
| | 生品 | 1 | 2 | 3 | RSD/% |
| 去油率/% | - | 7.40 | 7.39 | 7.77 | 3.34 |
| 醋酸辛酯含量/($\mu\text{L}\cdot\text{g}^{-1}$) | 4.73 | 10.03 | 10.37 | 10.01 | 1.98 |

1.45%、2.55%、1.35%，说明该GC仪器的精密度良好。
2.3.6 重复性试验 验证实验样品按“2.3.3”项下方法，制备6份平行供试品溶液，分别进样，计算D-柠檬烯、醋酸辛酯、1-辛醇、月桂酸峰面积的RSD值分别为1.15%、1.25%、2.93%、1.42%，说明本试验制样方法重复性好。

表6 线性范围结果

| 成分 | 线性范围 | 回归方程 | r |
|-------|---|-------------------|---------|
| D-柠檬烯 | 0.200~3.000/($\mu\text{L}\cdot\text{mL}^{-1}$) | $y=197578x-11689$ | 0.999 3 |
| 醋酸辛酯 | 5.000~75.000/($\mu\text{L}\cdot\text{mL}^{-1}$) | $y=102630x-19862$ | 0.999 3 |
| 1-辛醇 | 1.000~15.000/($\mu\text{L}\cdot\text{mL}^{-1}$) | $y=104762x-11424$ | 0.999 8 |
| 月桂酸 | 1.168~2.522/($\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$) | $y=99443x-1516.1$ | 0.999 6 |

柠檬烯、醋酸辛酯、1-辛醇、月桂酸峰面积的RSD值分别为1.15%、1.25%、2.93%、1.42%，说明本试验制样方法重复性好。

2.3.7 稳定性试验 验证实验样品按“2.3.3”项下方法所得溶液，分别在0、2、4、8、12、24 h进样，计算D-柠檬烯、醋酸辛酯、1-辛醇、月桂酸峰面积的RSD值分别为1.14%、1.34%、3.16%、1.30%，说明样品在24 h内稳定。

2.3.8 回收率试验 精密移取“2.3.2”项下对照品储备液0.25 mL，再精密移取验证实验灯心乳香挥发油6份，每份0.1 mL，各置于2 mL容量瓶中，加无水乙醇，稀释至刻度线，混匀，按“2.3.1”项下GC色谱条件进样分析，计算醋酸辛酯的加样回收率。经计算，D-柠檬烯、醋酸辛酯、1-辛醇、月桂酸的加样回收率分别为100.62%、99.56%、101.65%、100.50%，RSD值分别为2.91%、2.59%、2.32%、1.77%。该计算结果表明，此方法准确度良好，符合含量测定要求。见表7。

2.4 乳香炮制过程质量传递规律研究

取验证实验灯心草炒乳香供试品溶液、醋乳香供试品溶液、乳香生品供试品溶液，按“2.3.1”项下条件进样分析。见图2。

通过GC测定，乳香生品到灯心草炒乳香、乳香生品到醋乳香特征挥发性成分质量传递规律，D-柠檬烯、醋酸辛酯、1-辛醇成分显著性增高($P<0.01$)，结果见表8。经方差齐性检验，醋酸辛酯、月桂酸的方差不齐($P<0.05$)；根据Brown-Forsythe修正，结果表明，醋酸辛酯在灯心草炒乳香、醋乳香、乳香生品中分布具显著性差异($P<0.05$)；月桂酸在灯心草炒乳香、醋乳香、乳香生品间分布有极显著性差异($P<$

表7 回收率试验结果

| 成分 | 已知量/($\mu\text{L}\cdot\text{mL}^{-1}$) | 加标量/($\mu\text{L}\cdot\text{mL}^{-1}$) | 测得量/ $\mu\text{L}\cdot\text{mL}^{-1}$ | 回收率/% | 平均回收率/% | RSD/% |
|-------|--|--|---------------------------------------|--------|---------|-------|
| D-柠檬烯 | 0.499 | 0.5 | 1.02 | 103.58 | 100.62 | 2.91 |
| | | | 0.99 | 98.15 | | |
| | | | 1.01 | 101.93 | | |
| | | | 1.00 | 100.59 | | |
| | | | 0.98 | 96.25 | | |
| | | | 1.02 | 103.23 | | |
| 醋酸辛酯 | 12.225 | 12.5 | 24.48 | 98.01 | 99.56 | 2.59 |
| | | | 24.90 | 101.42 | | |
| | | | 24.55 | 98.64 | | |
| | | | 24.18 | 95.64 | | |
| | | | 25.05 | 102.59 | | |
| | | | 24.86 | 101.07 | | |
| 1-辛醇 | 2.600 | 2.5 | 5.09 | 99.45 | 101.65 | 2.32 |
| | | | 5.19 | 103.68 | | |
| | | | 5.06 | 98.21 | | |
| | | | 5.15 | 101.90 | | |
| | | | 5.17 | 102.76 | | |
| | | | 5.20 | 103.87 | | |
| 月桂酸 | 0.440 | 0.5 | 0.93 | 98.92 | 100.50 | 1.77 |
| | | | 0.93 | 98.68 | | |
| | | | 0.96 | 103.54 | | |
| | | | 0.94 | 99.99 | | |
| | | | 0.95 | 101.05 | | |
| | | | 0.94 | 100.82 | | |

注:月桂酸的已知量、加标量、加入量的浓度单位为 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$

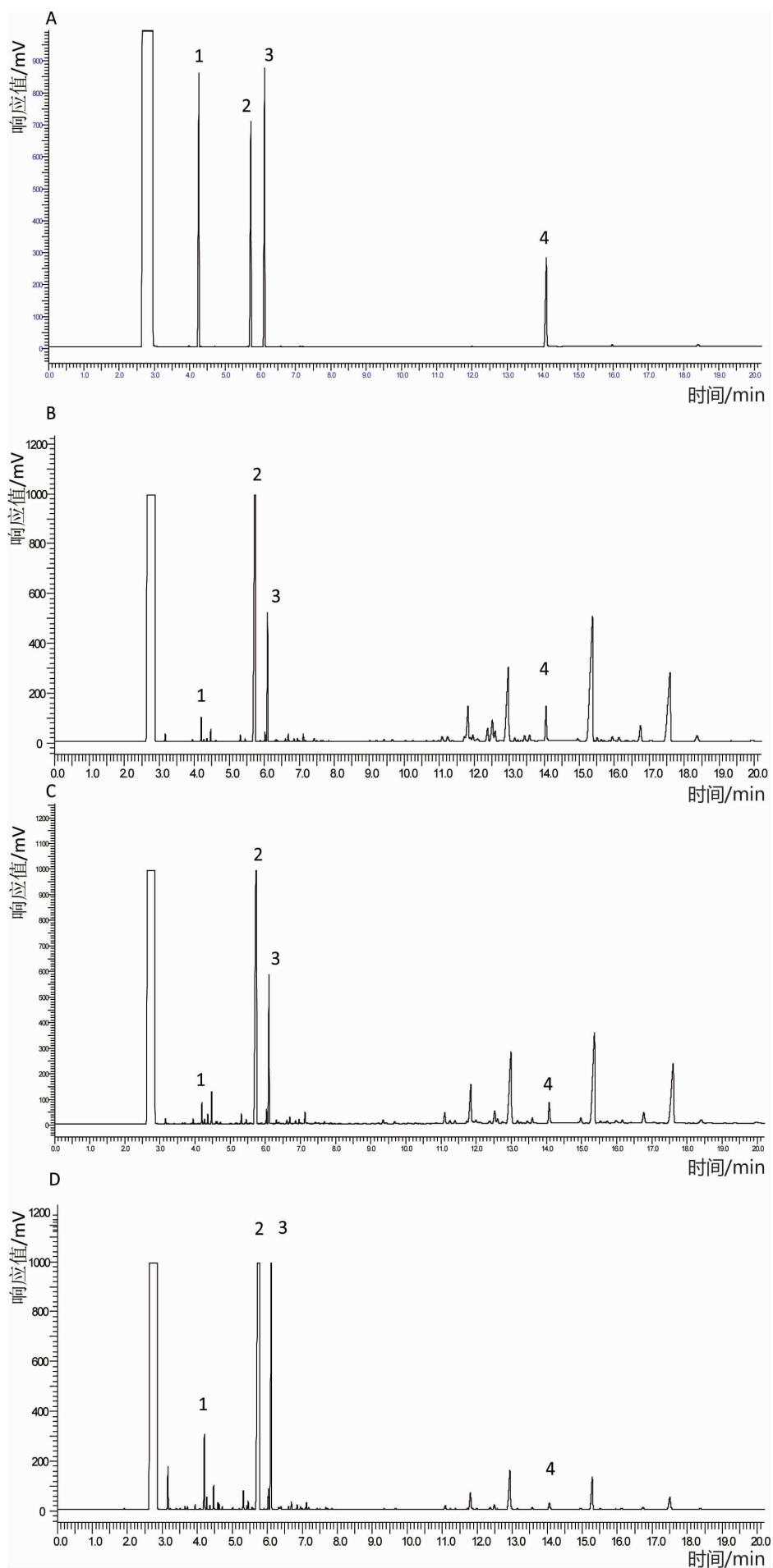
0.01)。从表8可以明显看到,灯心乳香在保证去油率的基础上,稳定了以D-柠檬烯、醋酸辛酯、1-辛醇为代表的保留时间在8 min之前的成分;去除了以月桂酸为代表的保留时间靠后的挥发性成分。由于挥发油的去除,极显著地提高了D-柠檬烯、醋酸辛酯、1-辛醇在挥发油中的质量分数($P<0.01$)。醋乳香、乳香生品中月桂酸的质量分数相近,但灯心草炒乳香中月桂酸含量极显著减少,可能是食醋中的乙酸抑制月桂酸在炒制时的挥发。

3 讨论

中药炮制是中医药学的一大特色,炮制研究的核心即减毒与增效。乳香生品气味辛烈,多用于瘀血肿痛、疮痈肿毒、妇科炎症等^[13],乳香生品所含的大量挥发油对胃的刺激较强,易引起呕吐,需通过炮制适度减少挥发油总量达到减毒目的,故去油率是评价灯心草炒乳香炮制工艺的重要指标。另一方面,乳香具有活血止痛的功效,醋酸辛酯是乳香发挥镇痛作用的主要成分^[14-17]。炮制后,醋酸辛酯含量增加,有望达到增效目的,故选取醋酸辛酯含量为另一

评价灯心草炒乳香炮制工艺的指标。参考古今炮制乳香的总结^[1-5],观摩中医名家的炮制演示,确定炮制工艺的4个影响因素:炮制温度、炮制时间、乳香粒径、灯心草投入量。以综合评分的评价体系优化灯心草炒乳香的炮制工艺是本实验的主旨所在。

乳香中含有多种挥发性成分。D-柠檬烯参与NF- κ B、PCNA、MAPK、氧化应激等多条信号通路作用,具有减轻急性肾损伤、减轻心肌损伤等功能^[18-21]。醋酸辛酯是挥发油中主要成分^[21,24],也是发挥镇痛作用的成分^[14-16]。1-辛醇作为中药挥发性成分,可作为透皮吸收促进剂^[22]。月桂酸则具抗真菌作用,对白色链球菌、人体肠道菌群有抑制作用^[23-24]。对灯心草炒乳香、醋乳香、乳香生品挥发油进行GC分析表明,灯心乳香在保证去油率的基础上,稳定了以D-柠檬烯、醋酸辛酯、1-辛醇为代表的保留时间在8 min之前的成分;去除了以月桂酸为代表的保留时间靠后的挥发性成分。由于挥发油的去除,极显著提高了D-柠檬烯、醋酸辛酯、1-辛醇的质量分数($P<0.01$)。基于此4种特征成分的质量分数改变,以1-辛醇为代表的促透皮吸收成分和镇痛作用的醋酸辛酯的质



注:A.对照品色谱图;B.乳香生品色谱图;C.醋乳香色谱图;D.灯心草炒乳香色谱图。1.D-柠檬烯;2.醋酸辛酯;3.1-辛醇;4.月桂酸

图2 乳香生品及不同炮制品 GC 图

表8 不同炮制品特征挥发性成分质量分数($\bar{x}\pm s, n=3$)

| 饮片 | D-柠檬烯/($\mu\text{L}\cdot\text{mL}^{-1}$) | 醋酸辛酯/($\mu\text{L}\cdot\text{mL}^{-1}$) | 1-辛醇/($\mu\text{L}\cdot\text{mL}^{-1}$) | 月桂酸/($\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$) |
|--------|--|---|---|--|
| 乳香生品 | 0.21±0.10 | 4.74±0.68 | 1.98±0.09 | 1.52±0.39 |
| 醋乳香 | 0.12±0.05* | 3.88±1.23* | 1.71±0.03* | 1.41±0.06 |
| 灯心草炒乳香 | 0.39±0.01** | 10.44±0.28** | 3.52±0.11** | 0.32±0.04** |

注:与乳香生品相比,* $P<0.05$,** $P<0.01$

量分数的显著提高,本品有望在主要功能活血镇痛方面经透皮给药发挥更快更好的疗效,此为本炮制品种优势所在。

2010年至今,《中华人民共和国药典》仅收载醋乳香,各地也有乳香的独特传统炮制方法。本研究传承全国中医名家——涂绍川学术思想、湖北省中医院中药炮制基地特色炮制技艺——灯心草炒乳香。将这一传统工艺与现代技术GC结合,完成对灯心草炒乳香传统炮制工艺优化、科学量化,达到中药炮制增效减毒目的。前人对乳香炮制工艺优化的研究中,评价以宏观指标为主,所得结果主观化,以GC中峰面积与峰个数笼统地评价烘制工艺并不精确^[25]。本研究通过测定炮制前后挥发油成分种类与含量,测定药效成分醋酸辛酯的含量以及挥发油去油率,利用综合加权评分评价灯心草炒乳香的炮制工艺,明确炮制品成分变化,评价指标精准,对炮制工艺的优化更客观、科学、合理。

参考文献

- [1] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:一部[S].北京:中国医药科技出版社,2020:153.
- [2] 张璐.本经逢原[M].北京:中国医药科技出版社,2011.
- [3] 郭佩兰,郭君双.本草汇[M].北京:中国中医药出版社,2015.
- [4] 汪昂辑,陈赞育.本草备要[M].沈阳:辽宁科学技术出版社,1997.
- [5] 黄子韩,吴孟华,罗思敏,等.乳香的本草考证[J].中国中药杂志,2020,45(21):5296-5303.
- [6] 王福英,朱忠荣.乳香没药古今炮制小考[J].时珍国医国药,2002,13(9):528.
- [7] 张权,荆文光,程显隆,等.基于9种成分测定的厚朴炮制过程质量传递规律研究[J].中草药,2020,51(3):647-652.
- [8] 梁真.中药炮制“火候”刍议[J].西部中医药,2018,31(1):25-27.
- [9] 马传江,王信,辛义周,等.中药传统炮制理论的现代研究概述[J].中草药,2018,49(3):512-520.
- [10] 钟凌云,叶协滔,杨明,等.中药炮制“三适”理论的研究与实践[J].中国实验方剂学杂志,2020,26(10):180-185.
- [11] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:四部[S].北京:中国医药科技出版社,2020:233.
- [12] 宋光林,郭峰,曾广铭,等.乳香中乙酸辛酯含量的测定[J].贵州科学,2008,26(1):57-60.
- [13] 哈瑞雯,周海燕,詹志来,等.乳香化学成分、药理作用研究进展及质量标志物的预测分析[J].中华中医药学刊,2021,39(11):94-107.
- [14] 郑杭生,冯年平,陈佳,等.乳香没药的提取工艺及其提取物的镇痛作用[J].中成药,2004,26(11):956-958.
- [15] 张灿,段树卿,李云霞.GC法测定颈复康颗粒中乙酸辛酯的含量[J].世界科学技术—中医药现代化,2014,16(12):2731-2734.
- [16] 王秀文,刘艳之,卫春红,等.超临界流体萃取-GC-MS分析西黄丸中挥发性成分[J].化学研究与应用,2021,33(3):423-429.
- [17] 王爱芳,华卫国,吴溢敏,等.乳香炮制工艺研究[J].中药材,1991,14(4):29-30.
- [18] BABAEENEZHAD E, HADIPOUR MORADI F, RAHIMI MONFARADE S, et al. D-limonene alleviates acute kidney injury following gentamicin administration in rats: Role of NF- κ B pathway, mitochondrial apoptosis, oxidative stress, and PCNA[J]. Oxidative Medicine and Cellular Longevity, 2021, 2021: 6670007.
- [19] YANG F, CHEN R, LI W Y, et al. D-limonene is a potential monoterpene to inhibit PI3K/Akt/IKK- α /NF- κ B p65 signaling pathway in coronavirus disease 2019 pulmonary fibrosis[J]. Frontiers in Medicine, 2021, 8: 591830.
- [20] YOUNIS N S. D-Limonene mitigate myocardial injury in rats through MAPK/ERK/NF- κ B pathway inhibition[J]. The Korean Journal of Physiology & Pharmacology, 2020, 24(3): 259-266.
- [21] 杨明翰,骆骄阳,乔美玲,等.多伞阿魏挥发油化学成分GC-MS分析及D-柠檬烯抗胃癌活性研究[J].中国现代应用药学,2020,37(7):806-813.
- [22] 赵金凤,周春兰,周凤琴,等.乳香挥发性成分GC-MS分析[J].中国中药杂志,2011,36(8):1050-1053.
- [23] AKULA S, NAGARAJA A, RAVIKANTH M, et al. Antifungal efficacy of lauric acid and caprylic acid-Derivatives of virgin coconut oil against Candida albicans[J]. Biomedical and Biotechnology Research Journal, 2021, 5(2): 229.
- [24] MATSUE M, MORI Y, NAGASE S, et al. Measuring the antimicrobial activity of lauric acid against various bacteria in human gut microbiota using a new method[J]. Cell Transplantation, 2019, 28(12): 1528-1541.
- [25] 胡素连.乳香炮制工艺的研究[D].长沙:湖南中医药大学,2006.