

加载挥发油沸石分子筛释放性能的评价方法研究

彭鑫慧¹, 石艳双¹, 岑 帅¹, 张莹莹², 冯敏芳¹, 田玉婷¹, 史新元^{1*}

1. 北京中医药大学 中药学院, 北京 102488

2. 北京中医药大学 生命科学院, 北京 102488

摘要: **目的** 探究固液萃取法和气固萃取法对加载挥发油多孔材料释放情况评价的差异。**方法** 以加载薄荷油的沸石分子筛为例, 以薄荷脑为指标性成分, 建立其液体进样及顶空进样气相色谱检测方法, 分别以固液萃取法和气固萃取法评价其释放性能, 并比较两种方法对加载挥发油多孔材料释放情况评价的差异。**结果** 固液萃取法测得载药沸石中薄荷油在0~2.5 h不断释放, 在2.5 h释放率达到69.29%; 气固萃取法测得薄荷油在0~30 min的释放曲线可反映其释放情况, 其释放速率逐渐降低, 在60 min时趋于饱和。**结论** 固液萃取法可测得各个时间点的载药多孔材料挥发油含量, 获取载药量并换算释放量, 且释放条件可根据测定需求调整。气固萃取法可在饱和量以内用于不同类型载药多孔材料释放性能比较。

关键词: 沸石分子筛; 挥发油; 多孔材料; 气相色谱法; 顶空; 释放性能; 薄荷脑

中图分类号: R927.2 文献标志码: A 文章编号: 1674-6376(2023)10-2146-06

DOI: 10.7501/j.issn.1674-6376.2023.10.010

Study on evaluation method of release performance of zeolite molecular sieve loaded with volatile oil

PENG Xinhui¹, SHI Yanshuang¹, CEN Shuai¹, ZHANG Yingying², FENG Minfang¹, TIAN Yuting¹, SHI Xinyuan¹

1. School of Chinese Materia Medica, Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 102488, China

2. School of Life Sciences, Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 102488, China

Abstract: **Objective** To explore the difference of evaluation of the release of porous materials loaded with volatile oil by solid-liquid extraction and gas-solid extraction. **Methods** In this study, the zeolite molecular sieve loaded with menthol oil was taken as an example and menthol was used as the index component to establish the detection methods of liquid injection and headspace injection gas phase. The solid-liquid extraction method and gas-solid extraction method were used to evaluate the release properties of the porous materials loaded with volatile oil, and the differences between the two methods were compared. **Results** The oil of menthol in zeolite was released continuously from 0 to 2.5 h by solid-liquid extraction method, and the release rate reached 69.29%. The release curve of peppermint oil measured by gas-solid extraction method can reflect the release of peppermint oil in 0—30 min, and the release rate decreases gradually and tends to saturation at 60 min. The method should be carried out within the saturation of headspace bottle. **Conclusion** The volatile oil content of drug-loaded porous material can be measured by solid-liquid extraction method at each time point, the drug-loaded amount can be obtained and the release amount can be converted, and the release condition can be adjusted according to the determination requirements. The gas-solid extraction method can be used to compare the release properties of different drug-loaded porous materials under saturation.

Key words: zeolite molecular sieve; volatile oil; porous material; gas chromatography; headspace; release properties; menthol

挥发油是有芳香气味的挥发性油类, 具有抗炎、抑菌、抗氧化、防治心血管疾病等药理作用^[1-2], 在医药领域应用十分广泛, 可用于口服、外用、吸入制剂^[3]。由于其中多为小分子挥发性成分, 易挥发

且稳定性较差, 制约了其临床应用。近年来, 有研究表明制备脂质体、纳米乳、微囊或者用多孔材料固化等技术可提高其稳定性^[4-5]。其中, 多孔材料固化挥发油因过程简单且无需加热, 相较于其他制剂

收稿日期: 2023-03-02

基金项目: 国家自然科学基金面上项目(8217141690)

第一作者: 彭鑫慧(1999—), 女, 硕士研究生, 研究方向为中药药剂学方向。E-mail: pengxinhui1999@163.com

*通信作者: 史新元(1974—), 教授, 博士生导师, 研究方向为中药药剂学方向。E-mail: xys_2019@126.com

形式可避免高温等条件对挥发油成分造成的影响,是挥发油制剂的理想方法。沸石分子筛因具有多孔结构且比表面积大,是用于固化挥发油的良好材料之一。

加载挥发油多孔材料的释放性能是反映其稳定性及使用性能的重要指标,其通常具有较好的缓释性能^[6-8]。目前常用的加载挥发油多孔材料释放性能评价方法有差重法和含量测定法。差重法操作简单,但多孔材料具有吸水性,导致称重结果准确性不足。因此,需要建立可靠的含量测定法。检测挥发油常用气相色谱法(GC)、气相色谱-电子鼻联用法(GC-O)、气相色谱-质谱联用法(GC-MS)等^[9-11]。其中,GC分析速度快且准确性高,是测定挥发性成分含量最常用的检测方法。对于多孔材料中吸附的挥发油,可通过不同提取形式结合相应GC进样形式设计不同的释放评价方案。固液萃取-液体进样可测定多孔材料中挥发油含量,通过与初始时刻含量比较可评价其释放情况;气固萃取-顶空进样可通过测定空气中挥发油的挥发量来评价其释放情况。

本研究以加载薄荷油的沸石分子筛为例,以薄荷脑为指标性成分,建立其液体进样及顶空进样GC检测方法,比较固液萃取法和气固萃取法对加载挥发油多孔材料释放情况评价的差异,以期为其释放性能评价提供可行的方法,服务于多孔材料固化挥发油的方案优化和质量评价。

1 材料

Agilent 气相色谱仪 7890A、Agilent 顶空进样器 7697A、Agilent HP-5 色谱柱(30 m×0.25 mm, 0.25 μm)、Agilent DB-WAX 色谱柱(30 m×0.25 mm, 0.25 μm),电子天平 PB303-S(北京 sartorius 仪器有限公司);超声波清洗机 F-060SD(深圳福洋科技集团有限公司)。

薄荷油(吉安市中香天然植物有限公司,质量分数 100%,批号 20210908);沸石分子筛(5A,批号 300050305220928;13X-HP,批号 30H131625220920;13X 球状,批号 300130305221005;13X 条状,批号 XT3004070929,江西鑫陶科技股份有限公司);薄荷脑(上海源叶生物科技有限公司,质量分数 98%,批号 Z24S10H98720);无水乙醇(北京市通广精细化共公司,分析纯,批号 20210817);醋酸乙酯(上海麦克林生化科技有限公司,质量分数 99.9%,批号 C12719042)。

2 方法与结果

2.1 载药沸石制备方法

按照 1:3 的质量比称取薄荷油及 13X-HP 沸石分子筛,置于烧杯中,搅拌至均匀,即得。

2.2 挥发油释放性能评价方法

2.2.1 固液萃取法 根据挥发油的释放特性设定 n 个取样时间点,称取 $3n$ 份等质量载药沸石样品,置于恒温环境中。因挥发油常用于与人体表皮接触的外涂制剂中^[12],故释放温度条件设定为与人体体温接近的 36 °C。本研究设定了 6 个时间点,将样品置于 36 °C 恒温环境中,分别于 0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 h 取样,每次取 3 份样品检测。加入有机溶剂超声萃取,取上清液过膜,制得供试品溶液,GC 分别检测各时间点供试品中薄荷油含量。以 0 h 载药沸石中初始薄荷油含量为参考,计算各时间点载药沸石中薄荷油的释放率,绘制薄荷油释放率-时间曲线,评价其释放情况。

薄荷油释放率 = (初始薄荷油含量 - n 时刻薄荷油含量) / 初始薄荷油含量

2.2.2 气固萃取法 设定 n 个时间点,称取 $3n$ 份等重载药沸石样品,分别放入顶空瓶,加盖,密封,置于恒温环境中。本研究设定了 5 个时间点,将样品置于 36 °C 恒温环境中,分别于 5、10、20、30、60 min 取出,每次取 3 份样品。顶空进样检测各个时间点顶空瓶中薄荷脑的峰面积,绘制薄荷脑峰面积-时间曲线,评价载药沸石中薄荷油释放情况。

2.3 固液萃取法方法学考察

2.3.1 挥发油含量计算 参考《中国药典》2020 版一部中薄荷油的含量测定标准,以其主要药用成分薄荷脑为指标性成分测定其含量^[13-14]。本研究将建立薄荷脑含量测定方法,根据薄荷脑含量换算薄荷油的含量(经 GC 检测,本研究所用薄荷油中薄荷脑的质量分数为 32%)。

薄荷油含量 = 薄荷脑含量 / 薄荷油中薄荷脑含量

2.3.2 色谱条件 Agilent DB-WAX 色谱柱(30 m×0.25 mm, 0.25 μm);程序升温(起始温度 80 °C,保持 3 min,以 10 °C·min⁻¹ 升至 200 °C);载气为氮气;体积流量 1 mL·min⁻¹;进样口温度 250 °C;FID 检测器温度 250 °C;分流比 10:1;进样量 1 μL。

2.3.3 溶液制备 对照品储备液:精密称定薄荷脑对照品 22.20 mg,置于 10 mL 量瓶中,醋酸乙酯定容,制成质量浓度为 2.220 mg·mL⁻¹ 的对照品储备液。

空白溶液:取醋酸乙酯过 0.45 μm 有机滤膜,即

得空白溶液。

2.3.4 气相检测方法学考察 (1) 专属性 取空白溶液、对照品溶液(质量浓度为 $1.110 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$)及供试品溶液(制备方法见“2.3.5”项),按“2.3.2”项色谱条件进样,空白溶液在薄荷脑处未出峰,薄荷脑色谱峰与其他色谱峰分离度 >1.5 ,表明该方法专属性较好。各样品色谱图见图1。

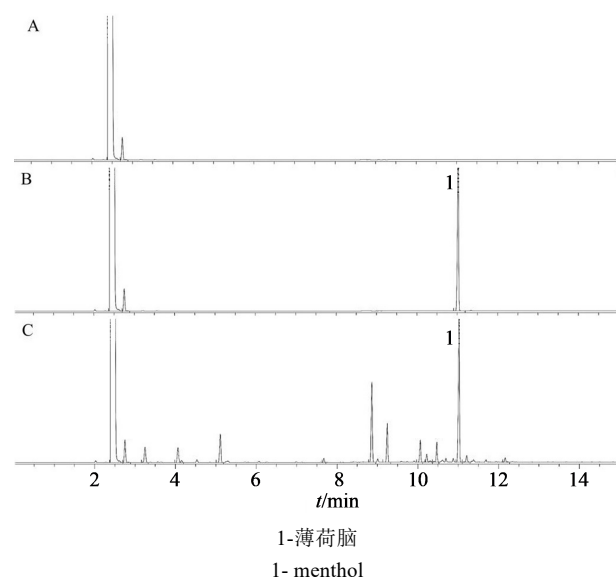


图1 空白(A)、对照品(B)、供试品(C)GC图

Fig. 1 Blank (A), reference substance (B), test substance (C) GC diagram

(2) 线性关系

分别取 5.00、1.00、0.50、0.25、0.10 mL 对照品储备液至 10 mL 量瓶,加醋酸乙酯定容,与对照品储备液一同过 $0.45 \mu\text{m}$ 有机滤膜,制成 6 个不同质量浓度的薄荷脑对照品溶液,按“2.3.2”项色谱条件测定。以质量浓度 ($\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$) 为横坐标,对照品峰面积 ($\text{pA} \cdot \text{s}$) 为纵坐标,绘制标准曲线。薄荷脑标准曲线为: $Y = 1\,613.2 X + 7.704\,3$, $R^2 = 0.999\,7$ ($n = 6$)。薄荷脑在 $0.023 \sim 2.220 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 线性关系良好。最低质量浓度对照品溶液中薄荷脑峰的信噪比 (S/N) 大于 10。

(3) 仪器精密度

取质量浓度为 $1.110 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的对照品溶液,按“2.3.2”项色谱条件连续进样 6 次测定,记录薄荷脑峰面积, RSD 为 0.70%,表明仪器精密度良好。

(4) 稳定性

取同一供试品溶液(制备方法见“2.3.5”项),在室温下 0、2、4、6、8、12 h 分别进样,按“2.3.2”项色谱条件测定,记录薄荷脑峰面积, RSD 为 1.82%,表明供试品溶液中的薄荷脑在室温下 12 h 内稳定。

(5) 加样回收率

取已知含量的同一批次薄荷油 9 份精密称定,每份 10 mg,分别置于 10 mL 量瓶中,分成 3 份,分别精密加入含量为已知含量 50%、100%、150% 的薄荷脑对照品溶液,用醋酸乙酯定容,按“2.3.2”项色谱条件测定。薄荷脑的平均回收率为 98.73%, RSD 为 1.27%。

(6) 耐用性

取质量浓度为 $0.750 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的对照品溶液,于同一气相色谱仪采用不同色谱柱 Agilent HP-5 ($30 \text{ m} \times 0.25 \text{ mm}$, $0.25 \mu\text{m}$) 和 Agilent DB-WAX ($30 \text{ m} \times 0.25 \text{ mm}$, $0.25 \mu\text{m}$),按“2.3.2”项色谱条件测定,记录薄荷脑峰面积。结果如表 1 所示, RSD 为 1.90%,表明方法耐用性良好。

表1 色谱耐用性试验结果
Table 1 Durability test results

色谱柱	峰面积/ ($\text{pA} \cdot \text{s}$)	平均峰面 积/($\text{pA} \cdot \text{s}$)	RSD/% ($n = 6$)
Agilent DB-WAX	1 236	1 212	1.90
	1 233		
	1 228		
Agilent HP-5	1 190		
	1 196		
	1 187		

2.3.5 供试品提取条件及重复性考察 由于不同多孔材料的外观形态、表面性质、孔道结构不同,对挥发油的吸附性能存在差异,可能会影响固液萃取效果。本研究所用载体的固液萃取法供试品制备方法为:称取 0.100 g 载药沸石,置于带盖离心管中,加入 10 mL 醋酸乙酯, 50°C 超声 1.5 h,过膜,即得加载薄荷油的沸石分子筛供试品溶液。采用 3 种具有不同形态、孔径和粒径的沸石分子筛对提取条件进行验证,结果如表 2 所示。13X-球状分子筛在提取条件下,提取率为 86.27%,尚未提取完全,可进一步进行提取时间考察。其余 3 种沸石分子筛提取率均达到 94% 以上,可认为提取完全。综上所述,该供试品制备方法适用于多种不同形态、孔径和粒径的沸石分子筛,针对吸附性更强的沸石分子筛则仍需进一步进行提取时间考察。各供试品均平行制备 3 份,进样检测, RSD $< 2.79\%$,重复性符合要求。

2.4 气固萃取法方法学考察

2.4.1 气相条件 顶空进样条件:顶空瓶平衡温度 36°C ,定量阀温度 40°C ,传输线温度 50°C ,进样量

表2 不同型号载药沸石提取结果

Table 2 Extraction results of different types of medicated zeolite

序号	型号	形态	孔径/A	粒径/mm	薄荷油含量/ (g·kg ⁻¹)	RSD/% (n=3)	理论最大薄荷油 含量/(g·kg ⁻¹)	提取率/%
1	5A	球状	5	1.6~2.5	164.4	1.52	166.7	98.62
2	13X	条状	10	1.6	298.1	2.79	307.7	96.88
3	13X-HP	球状	10	0.4~0.8	301.7	0.49	320.0	94.28
4	13X	球状	10	1.6~2.5	203.0	2.72	235.3	86.27

1 mL。气相色谱条件同“2.3.2”项。

2.4.2 饱和量和考察 由于目前常用的自动化顶空进样系统的体积较小,挥发油易于饱和。当达到饱和状态时,其释放曲线并不能真实地反映释放情况。因此,本部分对其饱和量进行考察。为模拟给药状态,以适宜顶空瓶承装量为参考,称取0.200 g载药沸石,置于20 mL顶空瓶,加盖,密封,于36 °C恒温条件下分别在10、20、30、60、90、120 min取出,平行制备3组,按“2.4.1”项下条件进样检测,记录薄荷脑峰面积。结果如图2所示,薄荷脑峰面积在0~30 min逐渐升高,在30~120 min趋于平稳,可以认为顶空瓶内载药沸石释放的薄荷油达到了饱和状态,对应的峰面积为1 200 pA·s左右。因此,本研究后续实验将减少检测样品量,以确保检测结果在此条件下的饱和量以内。

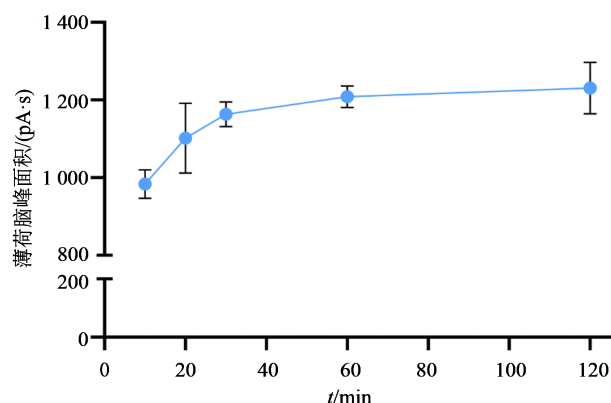


图2 载药沸石薄荷脑饱和量考察

Fig. 2 Investigation on saturation of menthol in medicated zeolite

2.4.3 气相检测方法学考察 本方法用于评价载挥发油多孔材料随时间变化释放情况,因此,样品应现制现测。本部分实验与固液萃取法测定均采用同一气相色谱仪,仅进样方式不同,薄荷醇出峰时间及色谱峰分离情况同上。因此,本部分主要考察样品制备方法重复性。

以前述顶空瓶饱和量为参考,减少样品量进行检测。称取0.100 g载药沸石,按“2.4.2”项下操作,

顶空瓶于36 °C恒温条件下放置5 min,取出进样检测。平行制备3组。计算薄荷脑峰面积RSD为3.70%,说明该方法重复性较好。

本研究所用载体的气固萃取法供试品制备方法为:称取0.100 g载药沸石,置于顶空瓶,加盖,密封,于36 °C恒温条件下,在取样时间点取出顶空瓶进样检测。该释放评价方法需在此条件下的饱和量以内进行。

2.5 加载挥发油沸石分子筛释放评价

2.5.1 固液萃取法 按“2.2.1”项下实验条件检测薄荷油含量,计算不同时间薄荷油释放率,绘制薄荷油释放率-时间曲线。载药沸石中薄荷油随时间的释放率变化曲线如图3所示,薄荷油在0~2.5 h不断释放,在2.5 h释放率达到69.29%。该释放评价方案在各种释放条件下均可准确测得挥发油含量,释放条件可根据制剂使用需求调整。

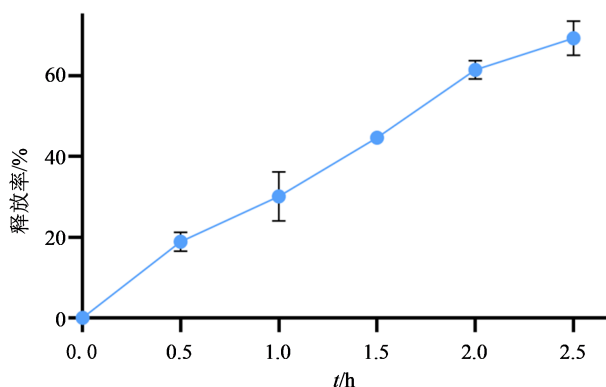


图3 载药沸石薄荷油释放率曲线(固液萃取法)

Fig. 3 Release rate curve of peppermint oil in medicated zeolite (Solid liquid extraction method)

2.5.2 气固萃取法 按“2.2.2”项下实验条件检测顶空瓶中薄荷脑峰面积,绘制薄荷脑峰面积-时间曲线。顶空瓶中薄荷脑峰面积随时间变化曲线如图4所示。载药沸石中薄荷油在0~60 min不断释放,且释放速率逐渐降低,在60 min时趋于饱和。饱和状态下,其释放曲线将不能真实地反映释放情况,故该释放评价方案需在顶空瓶饱和量以内进行,该

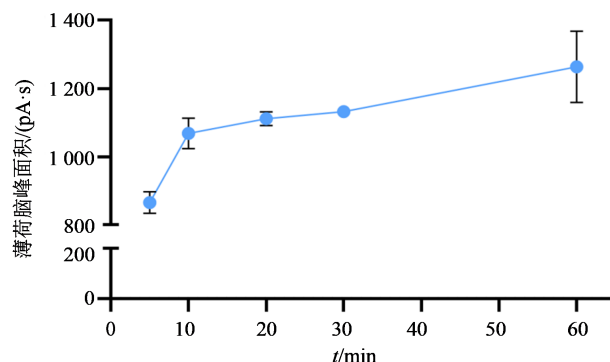


图4 载药沸石薄荷脑释放曲线(气固萃取法)

Fig. 4 Release curve of menthol in medicated zeolite (Gas solid extraction method)

条件下在0~30 min的释放曲线可反映其释放情况。

3 讨论

3.1 固液萃取法与气固萃取法差异

本研究比较了固液萃取法和气固萃取法2种评价方法对加载挥发油多孔材料释放情况评价的差异,具体差异如下。

固液萃取法是将吸附于多孔材料中的挥发油提取,制备供试品溶液进行GC检测,可准确测得挥发油残留量,通过与初始含量比较可说明其中挥发油的释放情况。该方法可测得各个时间点样品的准确含量,但方法制样过程时间较长,操作较复杂。在该释放评价方案中,释放条件(温度、湿度、空间、空气流速等)可根据制剂使用条件调整。因此,该方法不仅可用于对不同类型载药多孔材料释放性能进行初步评价及比较,还可模拟实际使用环境,用于芳香疗法中吸入给药的挥发油制剂在使用条件下的释放情况考察。

顶空气固萃取法是对密闭容器中加载挥发油多孔材料顶部空间气态样品进行检测,测得的数据为挥发出来的挥发油量,可直接说明多孔材料中挥发油释放情况。方法检测效率高,样品前处理操作简单,可用于不同类型载药多孔材料释放性能评价及比较。但由于目前常用的自动化顶空进样系统的体积较小,挥发油易于饱和。饱和状态下,其释放曲线将不能真实地反映释放情况。故该方法需在饱和量以内检测样品,也可结合检测需求自行设计释放环境,通过手动进样避免自动化顶空进样系统对释放条件的制约。

两种评价方法各有优势:固液萃取法通过测定各个时间点载药多孔材料中挥发油含量评价其释放性能。该方法可用于多种释放环境,但样品制备

较耗时。顶空气固萃取法样品制备简单快捷,直接测定载药多孔材料中挥发油在环境中的挥发量,但样品释放受限于顶空瓶体积,适用于加载挥发油的不同多孔材料释放性能的初步比较。

3.2 色谱条件

由于挥发油中成分复杂,且多为醇、醛类极性较大的成分,为了更好地分离其中指标性成分,分别考察了Agilent HP-5、Agilent DB-WAX 2种色谱柱的分离效果。结果表明型号为Agilent DB-WAX的色谱柱分离度优于Agilent HP-5,该色谱柱极性更大,适合用于挥发油中成分的分离。

3.3 样品提取条件

由于多孔材料孔道较多且孔洞较深,采用固液萃取法能否完全提取出吸附于其中的挥发油是准确测定其残留量的难点。为保证载药沸石中挥发油成分的提取率,本研究以投药量($0.32 \text{ g} \cdot \text{g}^{-1}$)的13X-HP沸石分子筛为研究载体,考察了加载薄荷油沸石分子筛GC检测供试品制备方法,以理论最大含量为参考,根据提取率优选提取条件。本研究对不同提取溶剂(正己烷、醋酸乙酯^[11])、不同提取温度(50、60 °C)和不同提取时间(0.5、1.0、1.5、2.0、3.0、6.0 h)进行了因素优化,加载薄荷油沸石分子筛供试品制备的最佳方条件为醋酸乙酯 50 °C 超声 1.5 h。以不同型号沸石分子筛验证方法提取效果,该供试品制备方法适用于多种不同形态、孔径和粒径的沸石分子筛,针对吸附性更强的沸石分子筛则仍需进一步进行提取时间考察。为沸石分子筛及其他多孔材料作为药用辅料固化精油相关研究提供了参考。

本研究以薄荷脑为指标性成分,建立加载薄荷油沸石分子筛中液体进样及顶空进样GC检测方法,建立的含量测定方法及供试品制备方法准确度高、重复性好,适合加载挥发油多孔材料产品的质量评价,可为其释放性能评价提供依据,服务于多孔材料固化挥发油的方案优化和质量评价。

利益冲突 所有作者均声明不存在利益冲突

参考文献

- [1] 任澎, 范宁, 田淼, 等. 植物精油药物作用研究进展 [J]. 中华中医药杂志, 2018, 33(6): 2507-2511.
Ren P, Fan N, Tian M, et al. Research progress on medical effects of essential oils [J]. China J Tradit Chin Med Pharm, 2018, 33(6): 2507-2511.
- [2] 黄睿珏, 李若阳, 王诗渝, 等. 中药挥发油防治心血管疾病研究进展 [J]. 中国现代中药, 2022, 24(1): 169-175.

- Huang R J, Li R Y, Wang S Y, et al. Progress of research on prevention and treatment of cardiovascular diseases by volatile oil of Chinese medicine [J]. Mod Chin Med, 2022, 24(1): 169-175.
- [3] 宋宁, 周欣, 弓宝, 等. 中医芳香疗法历史溯源及现代临床应用初探 [J]. 香料香精化妆品, 2021(6): 94-98.
- Song N, Zhou X, Gong B, et al. Exploration on historical tracing and modern clinical application of TCM aromatherapy [J]. Flavour Fragr Cosmet, 2021(6): 94-98.
- [4] 白昀川, 马贝娜, 宋萍, 等. 中药挥发油固化方法及载体系统研究进展 [J]. 中国中医药信息杂志, 2022, 29(7): 149-152.
- Bai Y C, Ma B N, Song P, et al. Research progress in curing method and carrier system of TCM volatile oil [J]. Chin J Inf Tradit Chin Med, 2022, 29(7): 149-152.
- [5] 撒玉良, 刘盼盼, 张敏敏, 等. 薰衣草精油缓释系统的构建及药效学评价 [J]. 食品工业科技, 2019, 40(24): 20-27.
- Sa Y L, Liu P P, Zhang M M, et al. Construction and pharmacodynamic evaluation of sustained-release system on lavender essential oil [J]. Sci Technol Food Ind, 2019, 40(24): 20-27.
- [6] 任桂林, 柯刚, 郑琴, 等. 介孔二氧化硅 350FCP 固化陈皮、青皮挥发油研究 [J]. 中草药, 2021, 52(5): 1323-1334.
- Ren G L, Ke G, Zheng Q, et al. Study on volatile oil of *Citri Reticulatae Pericarpium* and *Citri Reticulatae Pericarpium Viride* solidified by silica 350FCP [J]. Chin Tradit Herb Drugs, 2021, 52(5): 1323-1334.
- [7] 张茜, 赵修华, 康荷笛, 等. 多孔淀粉固化杜香精油的制备及缓释性能研究 [J]. 植物研究, 2021, 41(1): 152-160.
- Zhang Q, Zhao X H, Kang H D, et al. Preparation and slow controlled release of porous starch solidifying *Rhododendron tomentosum* oil [J]. Bull Bot Res, 2021, 41(1): 152-160.
- [8] 宁青, 蒋艳荣, 张振海, 等. 多孔淀粉固化肉桂挥发油的考察 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2013, 19(3): 29-32.
- Ning Q, Jiang Y R, Zhang Z H, et al. Investigation of solidifying volatile oil from *Cinnamomum cassia* with porous starch [J]. Chin J Exp Tradit Med Form, 2013, 19(3): 29-32.
- [9] 张伟. 白兰花挥发油的提取及其香气组分的研究 [D]. 广州: 华南理工大学, 2020.
- Zhang W. Study on extraction of volatile oil from orchid and its aroma components [D]. Guangzhou: South China University of Technology, 2020.
- [10] 杨娜, 李英杰, 周柏松, 等. 顶空固相微萃取-气相色谱-质谱联用法检测黄芪挥发油成分 [J]. 中华中医药杂志, 2018, 33(8): 3627-3630.
- Yang N, Li Y J, Zhou B S, et al. Analysis of chemical compounds of essential oils of *Astragalus* by SPME-GC-MS [J]. China J Tradit Chin Med Pharm, 2018, 33(8): 3627-3630.
- [11] 王晓宇, 赵军宁, 吴萍, 等. 基于电子鼻技术对川姜黄整体气味与主要化学成分相关性的初步研究 [J]. 中药材, 2019, 42(12): 2850-2855.
- Wang X Y, Zhao J N, Wu P, et al. Preliminary study on the correlation between overall odor and main chemical compositions of *Sichuan Curcuma longa* based on electronic nose technique [J]. J Chin Med Mater, 2019, 42(12): 2850-2855.
- [12] 李倩, 高瑜, 邹佳, 等. 中药透皮吸收促进剂的研究进展 [J]. 时珍国医国药, 2022, 33(1): 189-193.
- Li Q, Gao Y, Zou J, et al. Research progress of transdermal absorption enhancers of traditional Chinese medicine [J]. Lishizhen Med Mater Med Res, 2022, 33(1): 189-193.
- [13] 中国药典 [S]. 一部. 2020.
- Pharmacopoeia of the People's Republic of China [S]. Volume I. 2020.
- [14] 曾兰花, 刘潇潇, 陈漫丽, 等. 薄荷素油的质量标准研究 [J]. 药学研究, 2021, 40(4): 224-228.
- Zeng L H, Liu X X, Chen M L, et al. Study on the quality standard of menthol oil [J]. J Pharm Res, 2021, 40(4): 224-228.

[责任编辑 兰新新]