

GC-MS 分析水蒸气蒸馏法提取石菖蒲挥发油过程中油水分配规律

邵佳¹, 邹俊波¹, 史亚军^{1*}, 郭东艳¹, 张小飞¹, 梁玉琳¹, 王瑜¹, 杨明², 贾晓斌³, 石心红³

1. 陕西中医药大学药学院 陕西省中药基础与新药研究重点实验室, 陕西 咸阳 712046

2. 江西中医药大学 现代中药制剂教育部重点实验室, 江西 南昌 330004

3. 中国药科大学中药学院, 江苏 南京 210009

摘要: 目的 揭示石菖蒲 *Acori Tatarinowii Rhizoma* 挥发油提取过程中挥发性成分的提取、分布规律及影响因素, 为挥发油去“乳化”技术提供理论参考。方法 水蒸气蒸馏法提取石菖蒲挥发油, 每 30 分钟收集提取液并分离芳香水和挥发油部分。结果 实验共测得 56 个挥发性成分, 其中 β -细辛醚、甲基丁香酚、顺式-甲基异丁香酚、 γ -细辛醚为主要特征成分, 水中特有成分 41 个, 油中特有成分 4 个, 油水共有成分 11 个。相关性分析表明, 水中特有成分与水中主要成分的溶出/扩散呈正相关, 而与挥发油中主要成分呈负相关。水中特有成分在水中溶解度较高。雷达特征图谱及主成分 (PCA) 结果表明, 水中特有成分的水溶解度和沸点极高, 油水共有成分的蒸气压最高, 油中特有成分的极性表面积和沸点较高。水溶性、沸点、极性表面积、蒸气压等是影响成分分布的主要理化性质。结论 石菖蒲挥发性成分因理化性质不同, 在芳香水部分和挥发油部分分布差异较大, 水中特有成分可能是挥发油提取过程中产生“乳化”现象的重要原因。

关键词: 石菖蒲; 挥发油; 乳化; 水蒸气蒸馏法; GC-MS; 提取动力学; β -细辛醚; γ -细辛醚; 甲基丁香酚; 顺式-甲基异丁香酚

中图分类号: R284.2

文献标志码: A

文章编号: 0253-2670(2020)01-0059-08

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2020.01.010

GC-MS analysis of extraction kinetics of volatile oil from *Acori Tatarinowii Rhizoma* by steam distillation

TAI Jia¹, ZOU Jun-bo¹, SHI Ya-jun¹, GUO Dong-yan¹, ZHANG Xiao-fei¹, LIANG Yu-lin¹, WANG Yu¹, YANG Ming², JIA Xiao-bin³, SHI Xin-hong³

1. Shaanxi Key Laboratory of New Drugs and Chinese Medicine Foundation Research; School of Pharmacy, Shaanxi University of Chinese Medicine, Xianyang 712046, China

2. Key Laboratory of Modern Preparation of Traditional Chinese Medicine, Ministry of Education, Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330004, China

3. School of Traditional Chinese Pharmacy, China Pharmaceutical University, Nanjing 210009, China

Abstract: Objective The experiment was designed to reveal the extraction, distribution and influencing factors of volatile components in the extraction process of volatile oil from *Acori Tatarinowii Rhizoma* (ATR). **Methods** Volatile oil of ATR was extracted by steam distillation and the extract was collected every 30 min to separate the aromatic water and volatile oil. **Results** A total of 56 volatile compounds were determined, of which β -asarone, methyleugenol, *cis*-methyloisoeugenol and γ -asarone were the main characteristic constituents. There were 41 kinds of components distributed only in water, four components only in oil and 11 kinds in both oil and water. Correlation analysis showed that the specific components in water were positively correlated with the dissolution/diffusion of the main components in water, but negatively correlated with the main components in volatile oil. The water solubility of the unique components in water was the highest. The results of radar and PCA showed that the water solubility and

收稿日期: 2019-09-05

基金项目: 国家重点研发计划 (2018YFC1706904); 国家自然科学基金项目 (81703720); 陕西省重点研发计划项目 (2018SF-314); 陕西省中药制药重点学科项目 (303061107); 陕西中医药大学学科创新团队项目 (2019-YL11); 陕西省中医药管理局中药制药工程重点学科项目 (20170103); 陕西省教育厅资助项目 (18JK0208); 陕西省科技厅自然科学基金基础研究计划 (2018JQ8022)

作者简介: 邵佳, 女, 在读硕士, 从事中药新剂型与新技术研究。Tel: 15771809719 E-mail: 1453887672@qq.com

***通信作者** 史亚军, 男, 博士, 教授, 从事中药新剂型与新技术研究。Tel: (029)38183689 E-mail: 328573751@qq.com

boiling point of the specific components in water were very high, the vapor pressure of the common components of oil and water was the highest, and the polar surface areas of the special components in oil were high. **Conclusion** Affected by the physical and chemical properties of volatile component, some components specifically distributed in water increased the content of main components in the aromatic water, may resulting in volatile oil extraction process easy to “emulsification”, in turn, leading to an important reason for the declining quality of volatile oil.

Key words: *Acori Tatarinowii Rhizoma*; volatile oil; emulsification; steam distillation method; GC-MS; extraction kinetics; β -asarone; γ -asarone; methyleugenol; *cis*-methyloisoeugenol

中药挥发油及芳香性药物多为小分子物质,能快速被机体吸收,在心脑血管系统,中枢神经系统、呼吸系统、胃肠道系统以及抗衰老等多个方面具有作用^[1-4]。但挥发油提取效率低,易乳化、油水分离困难等问题严重影响了中药制药产业的发展^[5-7]。石菖蒲具有开窍豁痰、醒神益智、化湿开胃之功效,挥发油是其主要有效物质,主要成分有 β -细辛醚、 γ -细辛醚、 β -石竹烯等^[8-10]。

中药挥发油提取方法有水蒸气蒸馏法、溶剂提取法、压榨法、微波提取法、超声提取法、超临界流体萃取法等,因水蒸气蒸馏法设备简单、操作简便、成本低廉是现制剂生产常用的挥发油提取方法。但在提取过程中,普遍存在乳化、油水难分离等问题,导致挥发油提取率不高、品质欠佳等。因此,从化学成分角度探索挥发油乳化机制,为挥发油“去乳化”技术的开发提供理论依据,从而提高挥发油工业大生产收率及品质,对挥发油的使用有着至关重要的意义。张小飞等^[11]以当归为研究对象,测定了挥发油及芳香水的化学成分,结果显示,乳化芳香水与当归挥发油成分有较大区别,为当归挥发油的工业化生产提供了参考。邹俊波等^[12]以小茴香为研究对象,阐明了小茴香挥发油在提取过程中挥发性成分分布差异的主要因素,从化学角度解释了“乳化”现象产生的原因。本实验通过系统研究水蒸气蒸馏法提取石菖蒲挥发油过程中挥发性成分的提取及分布规律,考察影响成分分布差异的主要因素,从化学成分角度揭示“乳化”现象产生的原因,为挥发油质量控制提供理论参考。

1 仪器与材料

1.1 仪器

BT—25S 型十万分之一电子天平,赛多利斯上海贸易有限公司; Agilent7890B/5977B 气相色谱-质谱联用仪,美国安捷伦公司。

1.2 试药

对照品二十二烷(批号 A0388218)、十四醇(批号 A11N8L47966),质量分数均 $\geq 99\%$,均购自上

海源叶生物有限公司。石菖蒲药材,批号 20190701,购于陕西兴盛德药业有限责任公司,经陕西中医药大学药教研室颜永刚教授鉴定为天南星科菖蒲属植物石菖蒲 *Acorus tatarinowii* Schott (ATS) 的干燥根茎。

2 方法

2.1 挥发油/芳香水提取^[12-14]

称取石菖蒲药材 200 g,粉碎(过药典一号筛),加 10 倍量水,水蒸气蒸馏法提取挥发油,提取 6 h (药液沸腾时开始计时),每 30 分钟收集提取液,记录收集液体积并向圆底烧瓶中补加等体积蒸馏水。待提取液静置至油水分层后,分离油水部分,分别编号为油 1~12 和水 1~12, 4 °C 保存备用。

2.2 内标溶液制备

分别精密称取十四醇、二十二烷对照品 20 mg 至 10 mL 量瓶中,分别加无水乙醇溶解并定容至刻度,即得质量浓度为 2 mg/mL 十四醇内标溶液和 2 mg/mL 二十二烷内标溶液。

2.3 供试品溶液制备

分别取“2.1”项下的油 1~12,用无水乙醇溶解并定容至 10 mL 量瓶中,精密移取 1 mL 至 100 mL 量瓶中,加蒸馏水定容至刻度线,精密移取 5 mL 至 20 mL 顶空样品瓶中,并各加 50 μ L 十四醇和二十二烷内标溶液,压盖密封,得挥发油供试品溶液。

分别取“2.1”项下分离得到水 1~12 的芳香水溶液 5 mL 至 20 mL 顶空样品瓶中,并各加 50 μ L 十四醇和二十二烷内标溶液,压盖密封,得芳香水供试品溶液。

2.4 GC-MS 分析条件^[15]

2.4.1 气相条件 采用 HP-5 MS 石英毛细管柱(30 m $\times$ 0.25 mm, 0.25 μ m),载气为氦气(质量分数 99.999%),分流比 10:1,进样口温度 230 °C,进样量 1 μ L,程序升温:初始温度 50 °C,保持 2 min, 5 °C/min 上升到 110 °C,保持 2 min, 2 °C/min 上升到 120 °C,保持 5 min,以 4 °C/min 上升到 200 °C,保持 2 min,最后以 10 °C/min 上升到

280 °C, 保持 10 min。

2.4.2 质谱条件 EI 离子源, 离子源温度 230 °C, 接口温度 250 °C, 四极杆温度 150 °C, 扫描质量范围 m/z 30~500, 溶剂延迟 3 min。

3 结果

3.1 石菖蒲挥发性成分 GC-MS 谱图及化合物信息

石菖蒲挥发性成分总离子流图如图 1 所示。由图 1 可知, 在该色谱条件下, 各成分可达到基本分离, 满足后续相对定量研究的要求。

调用 NIST14.L 化合物谱库, 解析总离子流图, 整理芳香水、挥发油在不同时间点下的分析结果, 共得到石菖蒲挥发性成分 56 个, 其中水中特有成分 41 个, 油中特有成分 4 个, 油水共有成分 11 个。对于仅在芳香水部分分布的成分, 其来源标记为“水中特有”, 仅在挥发油部分分布的成分记为“油中特有”, 在二者均有分布的成分则依据来源记为“油水共有”, 详细信息见表 1。

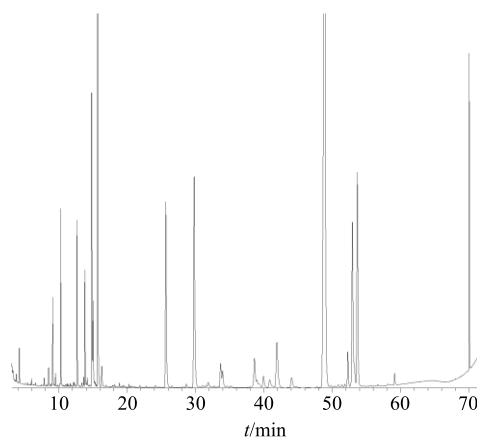


图 1 石菖蒲挥发性成分总离子流图

Fig. 1 Total ion flow diagram of GC-MS of volatile components of ATS

3.2 石菖蒲挥发性特征成分提取分析

计算不同提取时间石菖蒲挥发性成分含量, 进一步绘制石菖蒲挥发性提取特征图谱。挥发油部分图谱如图 2-A 所示, 可知在提取前 3 h 挥发油部分成分被大量收集, 从挥发性成分聚类可知, 主要成分可分为 3 类: ① β -细辛醚等 6 种成分; ② 甲基丁香酚等 4 种成分; ③ 桔利酮等 5 种成分; 其中第 ① 类成分含量较高。芳香水中主要成分提取前 4 h 大量溶出, 从挥发性成分聚类 (图 2-B) 可知, 主要成分可分为 5 类: ① (1S)-(左旋樟脑) 等 22 种成分; ② 己醛等 21 种成分; ③ 糠醛等 4 种成分; ④ 香附烯酮等 3 种成分; ⑤ 桔利酮等 2 种成分; 其中

第 ①、②、③ 类成分含量较高。

3.3 特征成分提取行为

绘制特征成分提取时间-含量关系图谱, β -细辛醚、甲基丁香酚、爱茉莉酮 3 种成分为挥发油部分/芳香水部分共有的化合物 (图 3), 3 种成分在挥发油和芳香水中的含量分布呈明显对立关系, 即在挥发油中分布较多时则水中分布减少, 反之在水中分布加多时, 油中分布含量低。

1,2-Dimethoxy-4-(2-methoxy-1-propenyl)benzene, 7-[2-(4-methoxyphenyl)ethenyl]-2-methyl-3-phenylpyrazolo[1,5-a]pyrimidine 是挥发油中特有分布的成分, 与挥发油中其他成分分布有一定相关性, 但不显著; γ -细辛醚、石竹烯是芳香水中特有的主要成分, 尤以 γ -细辛醚含量最高, 其提取规律与芳香水中主要成分的分布规律相似度极高, 与油中特征成分提取规律呈明显负相关。随着 γ -细辛醚成分的水中含量升高时, 水中主要成分含量也随之升高, γ -细辛醚含量降低时, 水中主要成分含量也随之降低; 同时随着 γ -细辛醚成分的含量降低, 油中主要成分含量升高, 当 γ -细辛醚成分的含量升高时, 油中主要成分含量又明显降低。推测可能是该类成分在水中特异性分布, 发挥“乳化剂”的角色, 进一步介导其他成分向水中大量分布, 从而增加了整个油水体系的乳化现象, 降低主要成分在挥发油部分的含量。

3.4 水中特有成分对特征成分提取行为的影响

实验进一步计算水中特有成分在不同提取时间点含量之和, 将其作为整体考察水中特有成分与主要成分提取行为的相关性。图 4-A 可知, 随着芳香水中特有成分含量的增加, 芳香水中主要特征成分 1,2-dimethoxy-4-(2-methoxy-1-propenyl)benzene、 β -细辛醚、甲基丁香酚含量明显增加, 水中主要成分含量与水中特有成分含量且呈显著正相关。由图 4-B 可知, 挥发油中主要成分 β -细辛醚、爱茉莉酮、草蒿脑含量与水中特有成分含量均呈负相关。结合水中特有成分与水中主要成分含量和油中主要成分含量相关性规律 (图 3), 可进一步推测水中特有成分降低了挥发油中主要成分的含量, 但具体机制还有待于深入的探讨研究。

3.5 影响成分分布的因素分析

分别查询水中特有、油中特有、油水共有成分的理化性质, 包括水溶解度、沸点、相对分子质量、闪点、密度、极化率、表面张力等, 计算不同成分

表 1 石菖蒲挥发性成分信息
Table 1 Extraction of volatile compounds from ATS by steam distillation

化合物名称	CAS 编号	相对分子质量	分布情况	化合物名称	CAS 编号	相对分子质量	分布情况
草蒿脑	000140-67-0	148.09	油水共有	3-糠醛	000498-60-2	96.02	水中特有
异丁香酚甲醚	000093-16-3	178.10	油水共有	表水菖蒲酮	039020-72-9	220.18	水中特有
爱茉莉酮	158930-41-7	220.18	油水共有	γ -细辛醚	005353-15-1	208.11	水中特有
β -细辛醚	005273-86-9	208.11	油水共有	异水菖蒲酮	021698-46-4	220.18	水中特有
1,2-dimethoxy-4-(2-methoxy-1-propenyl)benzene	1000313-34-5	208.11	油中特有	3,5,6,7,8,8a-六氢-4,8a-二甲基-6-(1-甲基乙烯基)-2-萘酮	1000188-66-5	218.17	水中特有
7-[2-(4-methoxyphenyl) ethenyl]-2-methyl-3-phenylpyrazolo [1,5-a]pyrimidine	1000410-08-2	341.15	油中特有	4-萜烯醇	000562-74-3	154.14	水中特有
香附烯酮	003466-15-7	218.17	油水共有	3-亚甲基环己烯	001888-90-0	94.08	水中特有
甲基丁香酚	000093-15-2	178.10	油水共有	2-甲基-呋喃-3-甲酸(4-氟苯基氨基甲酰基)甲酯	351060-78-1	277.08	水中特有
水合菰烯	015438-94-5	204.19	油水共有	橙花叔醇	007212-44-4	222.20	水中特有
顺式-甲基异丁香酚	006380-24-1	178.10	油水共有	(2-甲基-2-丙烯)琥珀酸酐	018908-20-8	154.06	水中特有
马兜铃酮	006831-17-0	218.17	油水共有	(+)-长叶环烯	001137-12-8	204.19	水中特有
2-氯-4-(4-甲氧基苯基)-6-(4-硝基苯基)嘧啶	063673-76-7	341.06	油中特有	(-)- β -榄香烯	000515-13-9	204.19	水中特有
桔利酮	006754-66-1	218.17	油水共有	白菖烯	017334-55-3	204.19	水中特有
桉叶油醇	000470-82-6	154.14	油水共有	(-)- β -倍半水芹烯	020307-83-9	204.19	水中特有
4,7-二甲基-1-丙-2-基-1,2,3,5,6,8a-六氢萘	016729-01-4	204.19	油中特有	(+)-喇叭烯	021747-46-6	204.19	水中特有
正戊醇	000071-41-0	88.09	水中特有	α -古芸烯	000489-40-7	204.19	水中特有
己醛	000066-25-1	100.09	水中特有	樟脑萜	000079-92-5	136.13	水中特有
(-)-茨烯	005794-04-7	136.13	水中特有	(1S)-(左旋樟脑)	000464-48-2	152.12	水中特有
安息香醛	000100-52-7	106.04	水中特有	(+)- α -(长叶蕈烯)	005989-08-2	204.19	水中特有
1-乙烯基己醇	003391-86-4	128.12	水中特有	β -榄香烯	110823-68-2	204.19	水中特有
3-辛醇	000589-98-0	130.14	水中特有	1-石竹烯	000087-44-5	204.19	水中特有
芳樟醇	000078-70-6	154.14	水中特有	β -愈创木烯	000088-84-6	204.19	水中特有
茨酮	000464-49-3	152.12	水中特有	β -红没药烯	000495-61-4	204.19	水中特有
水合樟烯	000465-31-6	154.14	水中特有	水菖蒲酮	021698-44-2	220.18	水中特有
左旋龙脑	000464-45-9	154.14	水中特有	3,5-二甲基吡唑	000067-51-6	96.07	水中特有
(-)-4-萜品醇	020126-76-5	154.14	水中特有	α -香附酮	000473-08-5	218.17	水中特有
(3Z)-3-甲基-1,3,5-己三烯	024587-27-7	94.08	水中特有	糠醛	000098-01-1	96.02	水中特有
				2-茨醇	000507-70-0	154.14	水中特有
				2-羟基亚氨基乙酰氨基-苯甲酸乙酯	017122-79-1	236.08	水中特有

表中成分为水 1~12 和油 1~12 成分 GC-MS 分析结果的总和

The ingredients in the table are the sum of GC-MS analysis results of water 1—12 and oil 1—12

理化参数平均值,并对不同理化参数进行数值归一化处理。图 5-A~C 分别代表油水共有成分、水中特有成分和油中特有成分理化性质参数的雷达特征图谱。如图所示,油水共有成分汽化焓,蒸气压在 A、B、C 3 组中最高。水中特有成分的沸点很高,

相对分子质量低于 A、C 2 组,其余性质都处在中间水平。油中特有成分的相对分子质量和表面张力最高,沸点在 A、B、C 3 组中最低。

进一步探索化合物不同理化性质对成分分布行为影响的主成分。经分析,共得到 11 个主成分,前

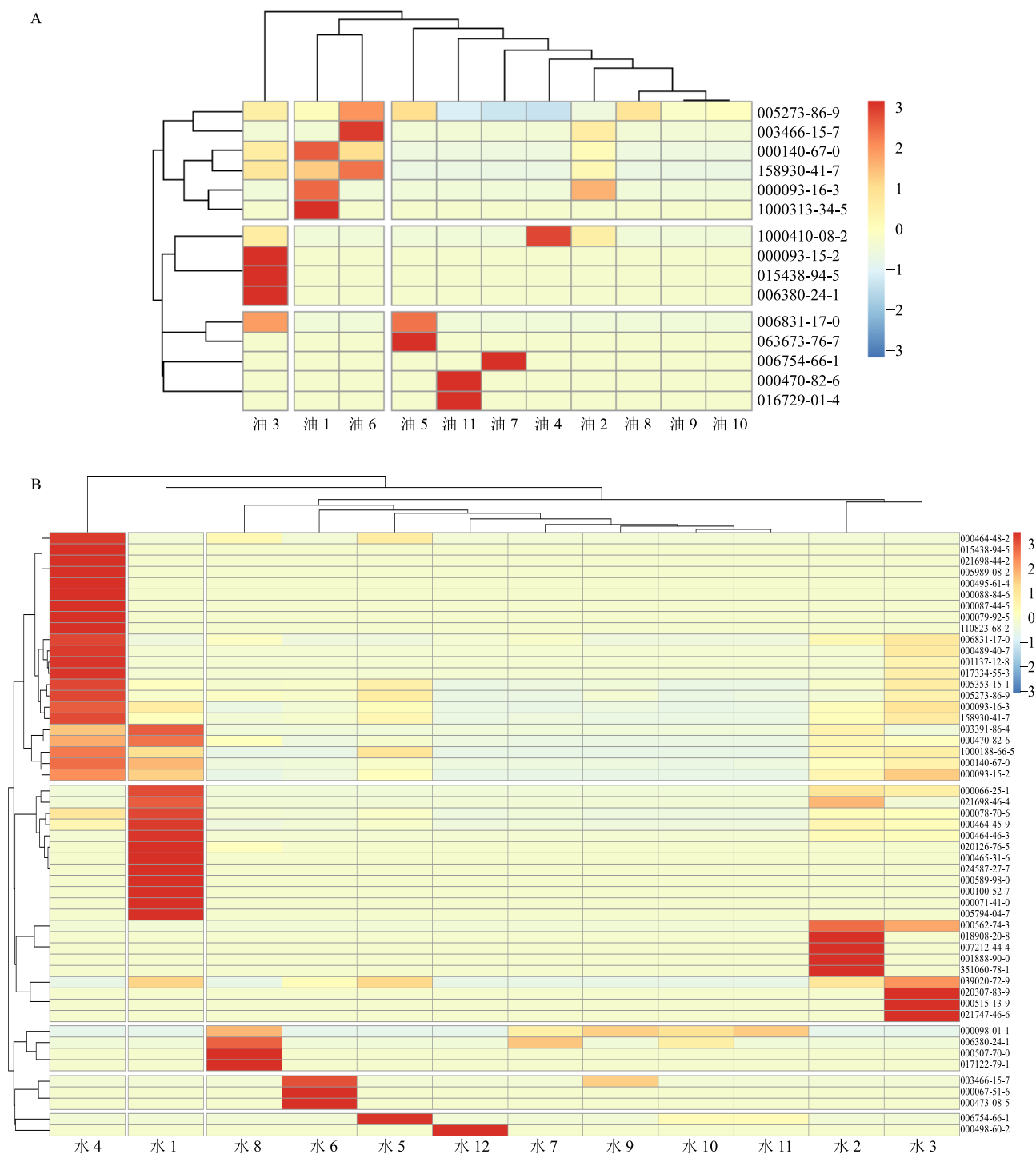


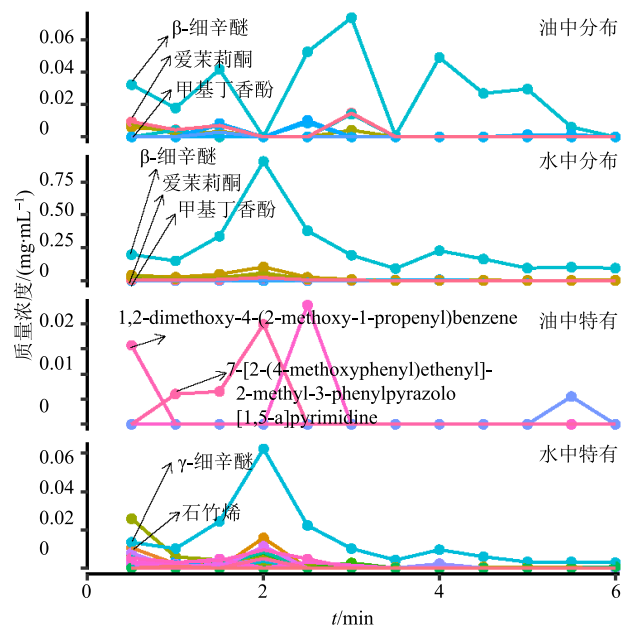
图 2 石菖蒲挥发油 (A) 和芳香水 (B) 中挥发性成分提取特征图谱

Fig. 2 Extraction characteristics of volatile constituents in volatile oil (A) and aromatic water (B) from ATS

2 个主成分累积方差贡献率达 61%，其中，PC1=0.15×水溶解度-0.38×相对分子质量-0.21×相对密度-0.44×沸点-0.09×蒸气压-0.27×汽化焓-0.47×闪点-0.23×折射率-0.11×极性表面积-0.39×极化率-0.29×表面张力，方差贡献率为 37.40%，为水溶性正相关主成分。PC2=0.40×水

溶解度-0.29×相对分子质量+0.48×相对密度-0.05×沸点-0.03×蒸气压-0.02×汽化焓+0.02×闪点+0.23×折射率+0.50×极性表面积-0.32×极化率+0.35×表面张力，方差贡献率为 23.30%，为相对分子质量、沸点、蒸气压、蒸发焓、极化率负相关成分。

由图 6 可知,成分主要分布在 PC1 取值为-4~2 时,水中特有成分、油中特有成分、油水共有成分并未完全分开,推测可能这些因素可能只是成分



圆点代表不同的化合物,线条表示相应化合物的时间-含量曲线
Circles indicate different compounds, lines indicate time-content curve of corresponding compound

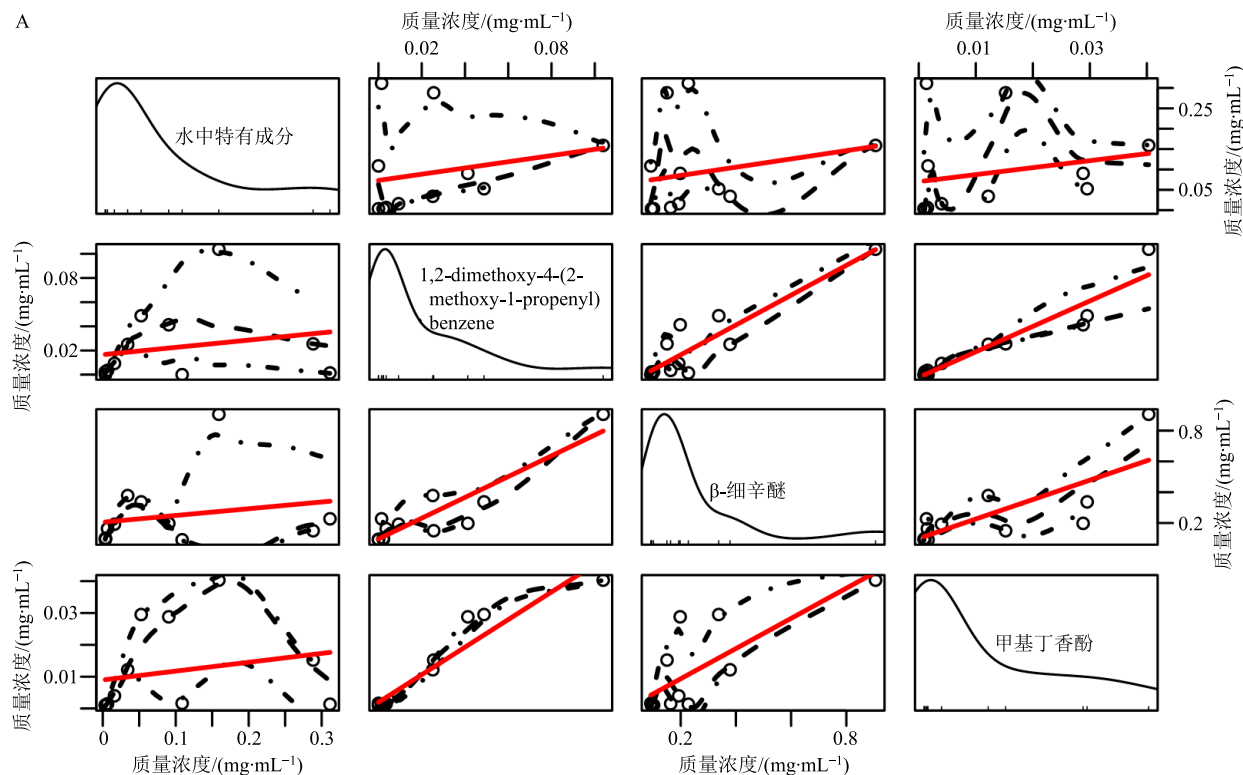
图 3 不同分布周期的主要特征化合物的时间-含量曲线
Fig. 3 Time-content curve of main characteristic compounds

在油水分布的差的部分因素。结合雷达特征图谱可知,水溶解性、相对分子质量、沸点、蒸气压、汽化焓、表面张力等都是影响成分向水中或油中分布的主要因素,即蒸气压、汽化焓高的成分在水中和油中均可分布;水溶解度高、相对分子质量小的成分更易在水中分布;而相对分子质量和表面张力高的成分更易在油中分布。但具体的影响机制,还有待于进一步研究。

水蒸气蒸馏法提取的石菖蒲挥发油与芳香水部分成分存在很大差异,油中特有成分的特征分布可能扮演了“乳化剂”的角色,不同分布体系中化合物的理化性质可能是影响成分在油水中分布差异的重要原因之一。

4 讨论

石菖蒲挥发油有良好的药理作用,是心血管系统的常用药,临床上广泛用于昏迷、心绞痛的等疾病^[8]。但其易挥发、稳定性差等问题限制了在临床上使用。近年来,许多研究采用现代新剂型包合挥发油或添加抗氧化剂进行干预,旨在提高其稳定性及生物利用度等问题^[16-18]。本实验以石菖蒲为研究对象,分析了不同提取时间挥发油和芳香水中成分差异,探索了水蒸气蒸馏法提取挥发油过程中类“乳化剂”成分,为去乳化技术提供了理论基础。



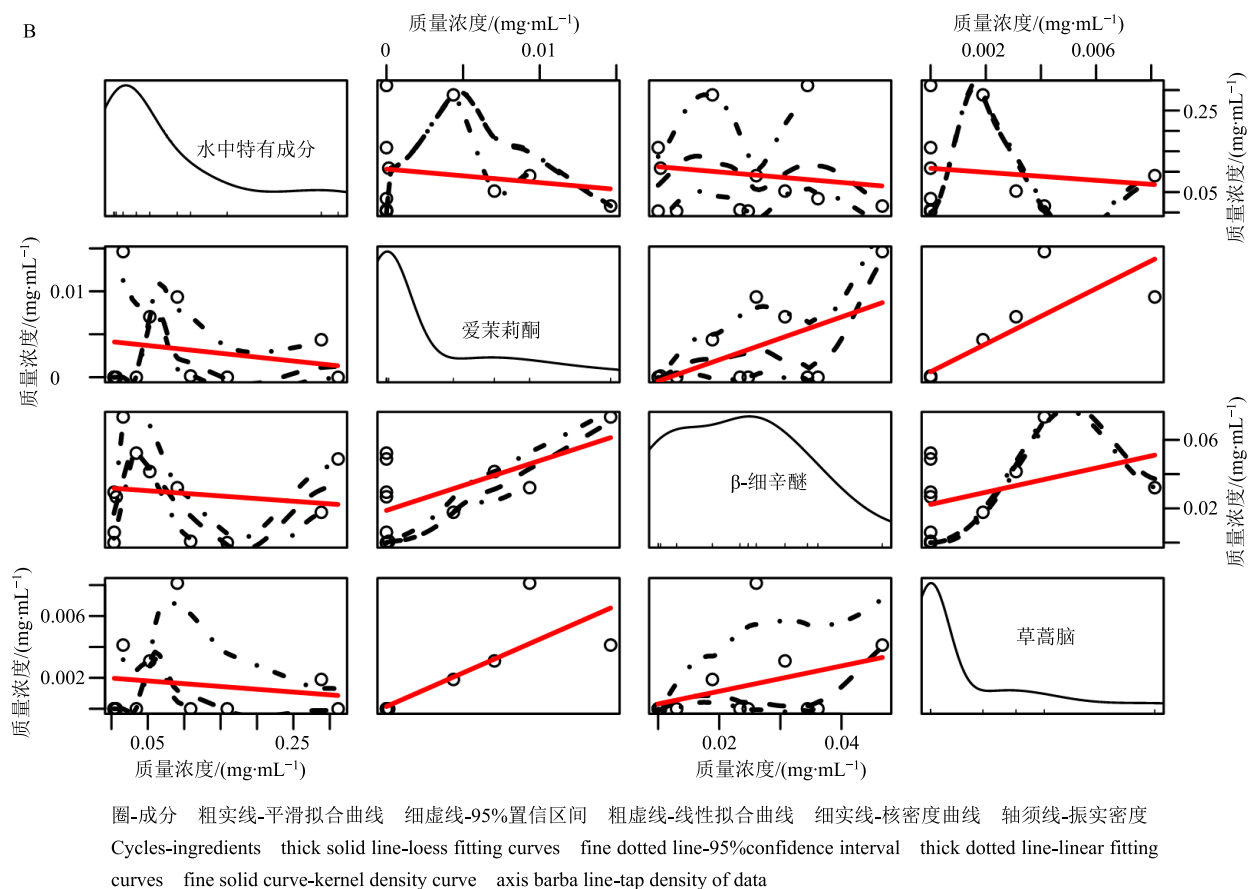
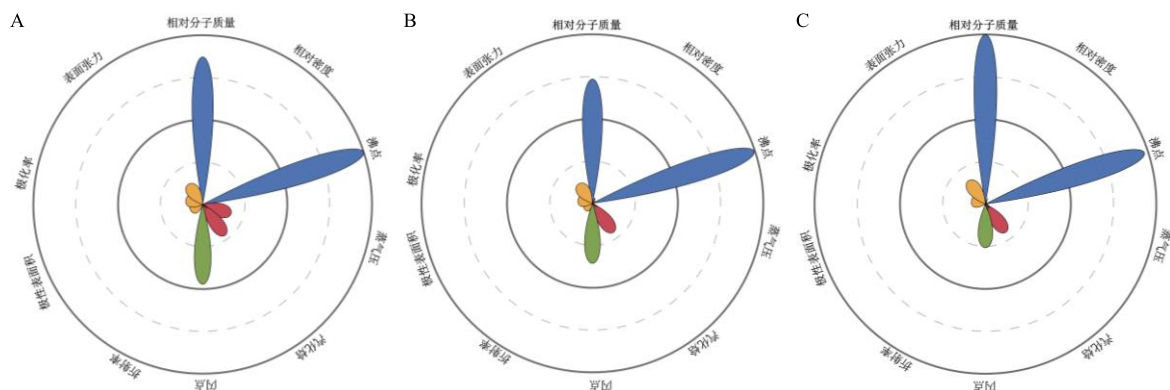


图 4 芳香水 (A) 和挥发油 (B) 中主要特征成分与水中特有成分的相关性

Fig. 4 Correlation between main characteristic components in aromatic water (A) and volatile oil (B) with components only in water



A-油水共有成分理化性质 B-水中特有成分的理化性质 C-油中特有成分的理化性质

A-radar features of different physicochemical parameters for compounds in both oil and water B-radar features of different physicochemical parameters for compounds only in water C-radar features of different physicochemical parameters for compounds only in oil

图 5 不同分布特征成分的理化性质雷达特征图

Fig. 5 Radar features of different physicochemical parameters for compounds

工业生产中水蒸气蒸馏法提取挥发油时收率很低,更多得到的是芳香水的乳化体系^[19-20],而要在油相和油相形成乳化体系必定要有乳化剂的存在,提取过程中不会有外界乳化剂的加入,因此,在油

水体系中必定有发挥乳化作用的自身类乳化剂成分存在,实验通过对油水不同成分分布规律的解析,指示了类乳化剂成分。在工业大生产中,可以考虑通过对这些类乳化剂成分的控制,起到抑制提取过

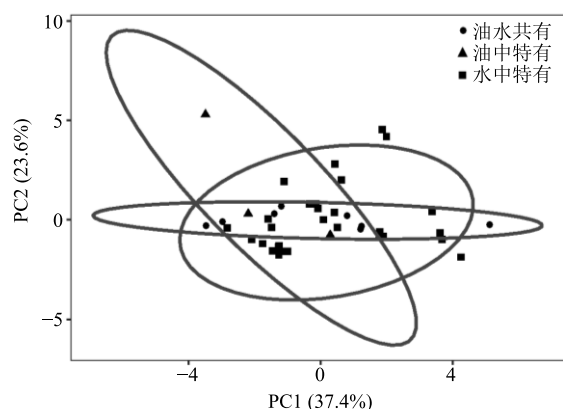


图6 影响石菖蒲挥发性成分分布的主成分分析图

Fig. 6 Principal component analysis of distribution of volatile components in AST

程中乳化现象的效果,从而极大地提高挥发油的提取率,为扩大挥发油的使用范围奠定基础。

参考文献

- [1] 李慧婷,李远辉,任桂林,等. 中药挥发油防治情志疾病的研究现状及前景展望 [J]. 中草药, 2019, 50(17): 4031-4040.
- [2] 黄罗生,顾燕飞,李红. 中药挥发油及芳香性药物的研究进展 [J]. 中国中药杂志, 2009, 34(12): 1605-1611.
- [3] 钟钰,郑琴,胡鹏翼,等. 植物精油抗衰老的药理作用与机制的研究进展 [J]. 中草药, 2019, 50(22): 5584-5590.
- [4] 周雪,李小清,刘琪,等. 川芎挥发油防治脂多糖致小鼠血管认知障碍的作用机制研究 [J]. 中草药, 2019, 50(10): 2390-2397.
- [5] 邹俊波,张小飞,邵佳,等. 水蒸气蒸馏法提取高良姜挥发油类成分提取动力学研究 [J]. 中国中药杂志, 2018, 43(21): 4231-4239.
- [6] 张小飞,万娜,王学成,等. 丁香挥发油理化性质、提取工艺参数与其芳香水稳定性的相关性研究 [J]. 中草药, 2016, 47(22): 3975-3981.
- [7] 刘媛,臧振中,伍振峰,等. 中药挥发油质量控制的现状、问题与对策 [J]. 中草药, 2018, 49(24): 5946-5951.
- [8] 杨小金,邓艾平,王奕,等. 石菖蒲化学成分及药理作用研究进展 [J]. 内蒙古中医药, 2017, 36(19): 132-133.
- [9] 卢成淑,冯宁,南国,等. 石菖蒲及其活性成分防治阿尔茨海默病的研究进展 [J]. 中草药, 2016, 47(7): 1236-1242.
- [10] 邵福平,田蕾,田妹,等. 中药石菖蒲的研究进展 [J]. 中医药导报, 2018, 24(22): 65-69.
- [11] 张小飞,詹娟娟,吴司琪,等. 当归挥发油提取工艺优化及其乳化芳香水成分分析 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2017, 23(5): 27-31.
- [12] 邹俊波,张小飞,邵佳,等. 水蒸气蒸馏法提取小茴香挥发油类成分的提取动力学研究 [J]. 中草药, 2018, 49(12): 2855-2865.
- [13] 李欧,戈振凯,蔡小燕,等. 星点设计-效应面法优化石菖蒲挥发油提取工艺 [J]. 中兽医医药杂志, 2016, 35(5): 5-7.
- [14] 卫昊,邹俊波,张小飞,等. 降香挥发油类成分水蒸气蒸馏法提取过程中油水分分配规律解析 [J]. 中草药, 2019, 50(16): 3784-3793.
- [15] 王月亮,陈凯,李慧,等. 石菖蒲无溶剂微波提取工艺的优化研究及其挥发性成分的GC-MS分析 [J]. 中草药, 2016, 47(3): 414-419.
- [16] 钟芮娜,汪小涵,王欣桐,等. 石菖蒲挥发油自纳米乳的制备与质量评价 [J]. 中国中药杂志, 2018, 43(20): 4062-4068.
- [17] 李绍林,段启,赵珍东,等. 石菖蒲挥发油微乳鼻喷剂的制备及其质量评价 [J]. 中草药, 2019, 50(8): 1935-1941.
- [18] 邵佳,邹俊波,史亚军,等. 加速氧化环境中小茴香挥发油的稳定性考察及其抗氧化剂筛选 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2019, 25(18): 108-115.
- [19] 刘媛. 中药挥发油质量难控有解 [N]. 医药经济报, 2019-10-14(008).
- [20] 唐雪,伍振峰,孙萍,等. 新工艺与新设备在中成药生产中的应用展望 [J]. 中国中药杂志, 2019, 44(21): 4560-4565.