

## 基于多元统计分析的麸炒白术质量评价研究<sup>\*</sup>

赵丽沙<sup>1</sup>, 董宇<sup>1</sup>, 李功华<sup>2</sup>, 俞忠明<sup>1</sup>, 寿旦<sup>1\*\*</sup>

(1. 浙江省中医药研究院中药研究中心, 杭州 310007; 2. 浙江省立同德医院药学部, 杭州 310012)

**摘要 目的:**对麸炒白术饮片中浸出物、挥发油及指标性成分的含量进行多元统计分析,明确麸炒白术饮片质量的显著影响因素,为白术饮片质量评价提供依据。**方法:**采用高效液相色谱法测定麸炒白术饮片中白术内酯Ⅰ、白术内酯Ⅱ和白术内酯Ⅲ的含量,以2015年版《中华人民共和国药典》浸出物测定法测定醇溶性浸出物的含量,挥发油测定法甲法测定挥发油的含量。以白术内酯Ⅰ、白术内酯Ⅱ和白术内酯Ⅲ、白术总内酯、浸出物、挥发油为指标,采用SPASS19.0软件对38批麸炒白术饮片进行聚类分析,采用SIMCA-P13.0软件对38批麸炒白术饮片进行主成分分析(PCA)和正交偏最小二乘法判别分析(OPLS-DA)。**结果:**以白术内酯Ⅰ、白术内酯Ⅱ和白术内酯Ⅲ、浸出物、挥发油为指标,采用多元统计分析,结果表明白术内酯Ⅱ是影响麸炒白术质量的显著性因素。**结论:**建立的HPLC方法可用于麸炒白术饮片中3个指标性成分的含量测定,为后续白术饮片等级划分提供依据。

**关键词:**麸炒白术; 白术内酯; 浸出物; 挥发油; 多元统计分析; 质量评价

中图分类号: R 917

文献标识码: A

文章编号: 0254-1793(2019)08-1443-07

doi: 10.16155/j.0254-1793.2019.08.14

## Quality evaluation of bran-processed *Atractylodes Macrocephala* Rhizoma based on multivariate statistical analysis<sup>\*</sup>

ZHAO Li-sha<sup>1</sup>, DONG Yu<sup>1</sup>, LI Gong-hua<sup>2</sup>, YU Zhong-ming<sup>1</sup>, SHOU Dan<sup>1\*\*</sup>

(1. Department of Pharmacy, Zhejiang Academy of Traditional Chinese Medicine, Hangzhou 310007, China;

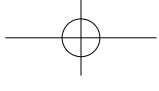
2. Department of Pharmacy, Tongde Hospital of Zhejiang Province, Hangzhou 310012, China)

**Abstract Objective:** Multivariate statistical analysis was carried out on the contents of atractylenolide I, atractylenolide II and atractylenolide III, extract and volatile oil to clarify the significant factors affecting the quality of the bran-processed *Atractylodes Macrocephala* Rhizoma, and provide scientific basis for quality evaluation. **Methods:** The contents of atractylenolide I, atractylenolide II and atractylenolide III were determined by high performance liquid chromatography, and the contents of alcohol soluble extract and volatile oil were determined referring to the Pharmacopoeia of The People's Republic of China. Using contents of atractylenolide I, atractylenolide II and atractylenolide III, the total content of atractylenolide, extract and volatile oil as indicators, SPASS19.0 software was used to cluster 38 batches of

<sup>\*</sup> 国家中药标准化项目(ZYBZH-Y-ZY-45); 浙江省中医药科技计划项目(2016ZB008, 2018ZY003); 浙江省基础公益研究计划(LGC19H280006)

<sup>\*\*</sup> 通信作者 Tel: (0571) 88849089; E-mail: shoudanok@163.com

第一作者 Tel: (0571) 88849089; E-mail: 1669763749@qq.com



bran-processed *Atractylodes Macrocephala* Rhizoma. SIMCA-P13.0 software was used for principal component analysis (PCA) and partial least squares discriminant analysis (OPLS-DA). **Results:** Using atractylenolide I, atractylenolide II and atractylenolide III, extract and volatile oil as indicators, multivariate statistical analysis was used for data analysis. The results showed that atractylenolide II was a significant factor affecting the quality of bran-processed *Atractylodes Macrocephala* Rhizoma. **Conclusion:** The established HPLC method can be used to determine the contents of three index components in the bran-processed *Atractylodes Macrocephala* Rhizoma, which will provide a basis for the subsequent classification of bran-processed *Atractylodes Macrocephala* Rhizoma.

**Keywords:** bran-processed *Atractylodes Macrocephala* Rhizoma; atractylenolide; extract; volatile oil; multivariate statistical analysis; quality evaluation

白术为菊科植物白术 *Atractylodes macrocephala* Koidz. 的干燥根茎, 始载于《神农本草经》, 为“补气健脾第一要药”, 味甘、苦, 性温, 入脾、胃经, 具有补气健脾、固表止汗、燥湿利水、安胎之功效<sup>[1-2]</sup>。白术药材主产于浙江、安徽、江西、河南、河北、湖北等地。白术饮片主要包括清炒白术和麸炒白术。2015年版《中华人民共和国药典》(简称《中国药典》)仅对白术浸出物含量做出标准规定, 然而, 仅通过浸出物单一指标难以全面评价白术药材及饮片的质量。

白术化学成分研究表明, 其活性成分有内酯<sup>[3]</sup>、挥发油、苷类、多糖及氨基酸等。李滢等<sup>[4]</sup>采用硅胶柱色谱方法进行分离纯化, 通过质谱、核磁共振等谱学数据鉴定化合物结构, 结果从麸炒白术 70% 乙醇提取物中鉴定了 20 个化合物, 多为内酯类成分; 邹辉等<sup>[5]</sup>采用色谱技术进行分离纯化, 通过理化性质及光谱方法鉴定化合物的结构, 结果从白术的乙酸乙酯提取物中分离得到 16 个化合物。白术内酯类是白术的主要化学成分, 药理研究表明白术内酯类成分具有调节胃肠道蠕动、抗炎、抗肿瘤等作用。近年来, 以白术内酯为指标的 HPLC 含量测定方法多有报道<sup>[6-7]</sup>, 而采用主成分分析 (principal component analysis, PCA) 能够用少量的因子描述多指标变量之间的关系, 在中药质量评价中应用日益广泛<sup>[8-11]</sup>。

为探讨影响白术饮片质量的主要因素, 本研究以麸炒白术为研究对象, 采集 9 省 6 个产地的 38 批麸炒白术饮片, 通过测定白术内酯 I、白术内酯 II 和白术内酯 III、浸出物、挥发油的含量, 采用 SPASS19.0 软件对 38 批麸炒白术饮片进行聚类分析, 采用 SIMCA-P13.0 软件对 38 批麸炒白术饮片进行无监督模式的 PCA 及有监督模式的正交偏最小二乘法判别分析 (OPLS-DA), 明确影响麸炒白术饮片质量的差异性指标成

分, 并以差异性成分含量为指标进行质量评价。

## 1 材料

U3000 高效液相色谱仪 (赛默飞世尔公司); YJ-40L/h 型超纯水机 (杭州余杭亚洁水处理设备有限公司); FW177 型中草药粉碎机; AE-50 电子天平 (梅特勒公司); HH-8 水浴锅 (常州市江南实验仪器厂); KQ400 超声提取器 (昆山市超声仪器有限公司); GS-6R 离心机 (Beckman 公司)。

对照品白术内酯 I (批号 111975-201501, 含量 99.9%)、白术内酯 II (批号 111976-201501, 含量 99.9%) 和白术内酯 III (批号 111978-201501, 含量 99.9%) 均购自中国食品药品检定研究院。甲醇、乙腈为色谱纯, 其余为分析纯。38 批麸炒白术饮片采集自全国白术主产区和主要药材市场, 其中 24 批麸炒白术饮片 (BZYP001-0024) 产地为浙江、5 批饮片 (BZYP0025-0029) 产地为北京、3 批饮片 (BZYP0030-0032) 产地为江西、3 批饮片 (BZYP0033-0035) 产地为四川、3 批饮片 (BZYP0036-0038) 产地为天津等地, 经浙江中医药大学饮片有限公司杜伟峰副教授鉴定为菊科植物白术 *Atractylodes macrocephala* Koidz. 的干燥根茎。

## 2 方法与结果

### 2.1 含量测定

**2.1.1 色谱条件** Thermo synchronis C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 以乙腈 (A) 和水 (B) 为流动相, 梯度洗脱 (0~16 min, 40%B → 24%B; 16~18 min, 24%B → 0%B; 18~30 min, 0%B); 流速: 1.0 mL · min<sup>-1</sup>; 柱温: 25 °C; 进样体积 10 μL。白术内酯 I 检测波长 276 nm, 白术内酯 II 和白术内酯 III 检测波长 220 nm。理论塔板数按白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III 计算均高于 5 000。

**2.1.2 对照品溶液的制备** 取3个白术内酯对照品适量,精密称定,加入甲醇制成每1 mL含白术内酯I、II、III分别为0.114、0.078、0.321 mg的溶液,即得。

**2.1.3 供试品溶液的制备** 取白术饮片样品粉末(过3号筛)约1 g,精密称定,置于具塞锥形瓶中,加入甲醇50 mL,密塞,称量,超声(400 W, 40 kHz)提取30 min,放至室温,称量,加甲醇补足减失的量,摇匀,取上清液滤过,取续滤液25 mL于蒸发皿中,75℃水浴浓缩至约2 mL,转移至5 mL量瓶中,加甲醇定容,即得。

**2.1.4 线性关系** 精密移取“2.1.2”项下白术内酯I、II、III对照品溶液,加甲醇逐级稀释成不同浓度梯度的混合对照品溶液,按照“2.1.1”色谱条件进样,以浓度( $X$ ,  $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ )为横坐标,峰面积( $Y$ )为纵坐标,绘制标准曲线,得回归方程,线性关系结果表明,白术内酯I、II、III在含量限度范围内线性关系良好,结果见表1。

表1 回归方程、线性范围及相关系数

Tab. 1 Regression equations, linear ranges and related coefficients of three components

| 组分<br>(component)                 | 回归方程<br>(regression equation) | $r$     | 线性范围<br>(linear range) /<br>( $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ) |
|-----------------------------------|-------------------------------|---------|--------------------------------------------------------------------|
| 白术内酯 I<br>(atractylenolide I)     | $Y=852.46X+0.348$             | 0.999 9 | 0.89–321                                                           |
| 白术内酯 II<br>(atractylenolide II)   | $Y=700.25X+0.264 5$           | 0.999 9 | 0.61–78                                                            |
| 白术内酯 III<br>(atractylenolide III) | $Y=537.91X+0.379 3$           | 0.999 9 | 2.51–114                                                           |

**2.1.5 精密度试验** 取“2.1.4”项下同一对照品混合溶液,按“2.1.1”项下色谱条件连续进样6次,进行日

内精密度考察;每天进样2次,连续3 d,进行日间精密度考察;白术内酯I、II、III的日内精密度RSD分别为0.46%、0.49%、0.47%,日间RSD分别为1.0%、1.7%、1.7%。表明仪器日内、日间精密度良好。

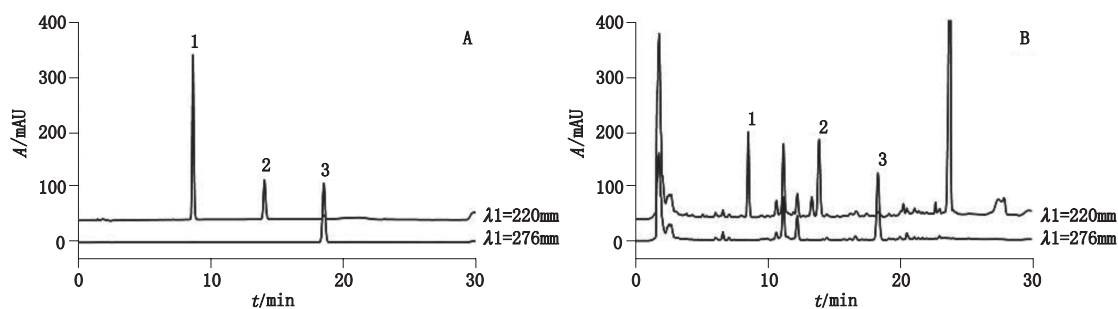
**2.1.6 重复性试验** 取同一批麸炒白术饮片样品,按“2.1.3”项下供试品溶液制备方法操作,制备6份供试品溶液,按“2.1.1”项下色谱条件进样,计算白术内酯I、II、III的含量( $\bar{x} \pm s$ ),白术内酯I、II、III平均含量分别为0.014 25%  $\pm$  0.000 4%、0.022 90%  $\pm$  0.000 6%、0.023 95%  $\pm$  0.000 5%;RSD分别为2.0%、2.7%、2.7%。表明此方法重复性良好。

**2.1.7 稳定性试验** 取“2.1.4”项下同一混合对照品溶液,按“2.1.1”项下色谱条件,分别在0、2、4、6、8、12、24 h时各进样1次,白术内酯I、II、III 24 h内峰面积的RSD分别为0.96%、1.8%、0.76%。表明对照品溶液在24 h内稳定。

**2.1.8 加样回收率试验** 取已知含量的麸炒白术饮片样品6份,每份约1.0 g,精密称定,分别精密加入混合对照品溶液(白术内酯I 0.047  $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 、白术内酯II 0.073  $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 、白术内酯III 0.080  $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ ) 3 mL,按“2.1.3”项下供试品溶液制备方法操作,按“2.1.1”项下色谱条件进样,计算白术内酯I、II、III加样回收率( $n=6$ )分别为100.2%、100.1%、101.3%,RSD分别为2.8%、1.9%、2.4%。表明本方法回收率良好。

#### 2.1.9 样品含量测定

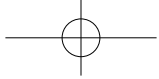
取不同批次麸炒白术样品共38批,按“2.1.3”项下方法每个样品平行制备2份供试品溶液( $n=2$ ),按“2.1.1”项下色谱条件测定,每份供试品溶液平行测定2次( $n=2$ ),色谱图见图1。按标准曲线法计算样品白术内酯I、II、III的含量(以干燥品计算),结果见表2,含量结果以均值表示( $n=4$ )。



1. 白术内酯 III (atractylenolide III) 2. 白术内酯 II (atractylenolide II) 3. 白术内酯 I (atractylenolide I)

图1 混合对照品(A)、麸炒白术样品(B)HPLC色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of mixed reference substances (A), sample of bran-processed Atractylodes Macrocephala Rhizoma (B)



## 2.2 浸出物含量测定

按照 2015 年版《中国药典》四部通则〈2201〉项

下热浸法以 60% 乙醇为溶剂测定醇溶性浸出物的含  
量,结果见表 2。

表 2 麸炒白术白术内酯 I、II、III、浸出物、挥发油含量测定结果(%)

Tab. 2 Determination results of atractylenolide I, atractylenolide II, atractylenolide III, extract and volatile oil in  
bran-processed *Atractylodes Macrocephala* Rhizoma

| 样品编号<br>(sample No.) | 白术内酯 I<br>(atractylenolide I) | 白术内酯 II<br>(atractylenolide II) | 白术内酯 III<br>(atractylenolide III) | 总白术内酯<br>(total atractylenolide) | 浸出物<br>(extract) | 挥发油<br>(volatile oil) |
|----------------------|-------------------------------|---------------------------------|-----------------------------------|----------------------------------|------------------|-----------------------|
| BZYP001              | 0.015 1                       | 0.024 8                         | 0.025 5                           | 0.065 4                          | 65               | 0.50                  |
| BZYP002              | 0.006 6                       | 0.001 7                         | 0.003 3                           | 0.011 6                          | 33               | 0.67                  |
| BZYP003              | 0.008 5                       | 0.009 7                         | 0.013 6                           | 0.031 8                          | 57               | 0.83                  |
| BZYP004              | 0.022 1                       | 0.019 2                         | 0.023 8                           | 0.065 1                          | 38               | 0.83                  |
| BZYP005              | 0.015 8                       | 0.015 0                         | 0.030 0                           | 0.060 8                          | 41               | 1.27                  |
| BZYP006              | 0.016 8                       | 0.013 5                         | 0.024 7                           | 0.055 0                          | 42               | 1.27                  |
| BZYP007              | 0.016 3                       | 0.008 7                         | 0.015 0                           | 0.040 0                          | 39               | 0.83                  |
| BZYP008              | 0.018 3                       | 0.014 8                         | 0.020 8                           | 0.053 9                          | 34               | 0.83                  |
| BZYP009              | 0.013 1                       | 0.010 5                         | 0.017 9                           | 0.041 5                          | 35               | 0.93                  |
| BZYP010              | 0.016 2                       | 0.012 7                         | 0.025 8                           | 0.054 8                          | 36               | 0.93                  |
| BZYP011              | 0.011 1                       | 0.006 3                         | 0.015 1                           | 0.032 5                          | 35               | 0.93                  |
| BZYP012              | 0.019 8                       | 0.018 5                         | 0.019 1                           | 0.057 3                          | 50               | 1.00                  |
| BZYP013              | 0.016 6                       | 0.014 9                         | 0.016 2                           | 0.047 7                          | 46               | 1.00                  |
| BZYP014              | 0.021 0                       | 0.022 8                         | 0.024 1                           | 0.068 0                          | 48               | 1.00                  |
| BZYP015              | 0.020 6                       | 0.023 6                         | 0.024 8                           | 0.069 0                          | 47               | 1.00                  |
| BZYP016              | 0.020 7                       | 0.021 9                         | 0.022 3                           | 0.064 9                          | 48               | 1.00                  |
| BZYP017              | 0.007 4                       | 0.008 2                         | 0.012 9                           | 0.028 5                          | 48               | 1.17                  |
| BZYP018              | 0.006 4                       | 0.007 4                         | 0.009 9                           | 0.023 7                          | 56               | 1.17                  |
| BZYP019              | 0.014 7                       | 0.008 2                         | 0.018 5                           | 0.041 4                          | 30               | 1.17                  |
| BZYP020              | 0.009 8                       | 0.005 6                         | 0.010 3                           | 0.025 7                          | 31               | 1.17                  |
| BZYP021              | 0.009 9                       | 0.006 6                         | 0.010 2                           | 0.026 7                          | 35               | 1.17                  |
| BZYP022              | 0.004 3                       | 0.003 5                         | 0.005 8                           | 0.013 6                          | 53               | 1.17                  |
| BZYP023              | 0.011 1                       | 0.008 2                         | 0.012 0                           | 0.031 3                          | 31               | 1.17                  |
| BZYP024              | 0.029 1                       | 0.031 7                         | 0.044 2                           | 0.105 0                          | 37               | 1.17                  |
| BZYP025              | 0.021 2                       | 0.016 2                         | 0.021 0                           | 0.058 4                          | 46               | 0.83                  |
| BZYP026              | 0.026 3                       | 0.025 3                         | 0.036 1                           | 0.087 7                          | 43               | 0.83                  |
| BZYP027              | 0.036 4                       | 0.044 5                         | 0.046 7                           | 0.127 6                          | 41               | 0.83                  |
| BZYP028              | 0.027 1                       | 0.029 4                         | 0.036 7                           | 0.093 2                          | 40               | 0.83                  |
| BZYP029              | 0.023 4                       | 0.022 5                         | 0.032 0                           | 0.077 9                          | 42               | 0.83                  |
| BZYP030              | 0.019 8                       | 0.010 7                         | 0.019 2                           | 0.049 8                          | 38               | 0.83                  |
| BZYP031              | 0.015 1                       | 0.006 9                         | 0.013 2                           | 0.035 2                          | 36               | 0.83                  |
| BZYP032              | 0.016 7                       | 0.011 2                         | 0.017 6                           | 0.045 5                          | 34               | 0.83                  |
| BZYP033              | 0.031 8                       | 0.033 9                         | 0.035 4                           | 0.101 1                          | 38               | 0.83                  |
| BZYP034              | 0.026 2                       | 0.029 5                         | 0.027 7                           | 0.083 4                          | 35               | 0.83                  |
| BZYP035              | 0.030 1                       | 0.034 2                         | 0.035 2                           | 0.099 5                          | 39               | 0.83                  |
| BZYP036              | 0.006 6                       | 0.004 6                         | 0.006 9                           | 0.018 0                          | 48               | 0.83                  |
| BZYP037              | 0.014 6                       | 0.017 5                         | 0.014 4                           | 0.046 5                          | 41               | 0.83                  |
| BZYP038              | 0.018 6                       | 0.015 0                         | 0.022 5                           | 0.056 1                          | 37               | 0.83                  |

### 2.3 挥发油含量测定

按照 2015 年版《中国药典》四部通则〈2204〉项下挥发油测定法甲法测定,结果见表 2。

### 2.4 多元统计分析

**2.4.1 主成分分析与聚类分析** 对 38 批麸炒白术饮片中浸出物,白术内酯 I、II、III,白术总内酯,挥发油的含量测定结果,采用 SIMCA-P 13.0 软件,进行无监督模式的主成分分析(PCA)分析,采用 SPASS 19.0,进行聚类分析,结果见图 2。由图 2-A 主成分分析

结果可看出,除样本 BZYP001 离群外,其余样本均在群内,38 批样本可明显分为 3 组。2015 版《中国药典》一部白术质量标准规定,其浸出物含量不得低于 35%,对 3 组样本组内指标性成分含量分布进行统计分析,发现组 1 和组 2 为浸出物含量符合《中国药典》规定样本,组 3 包含浸出物含量不符合《中国药典》规定样本;由图 2-B SPASS 聚类分析可知,除样本 BZYP001 独自聚为一类外,38 批麸炒白术可明显地聚为 3 类,这与主成分分析结果相一致。

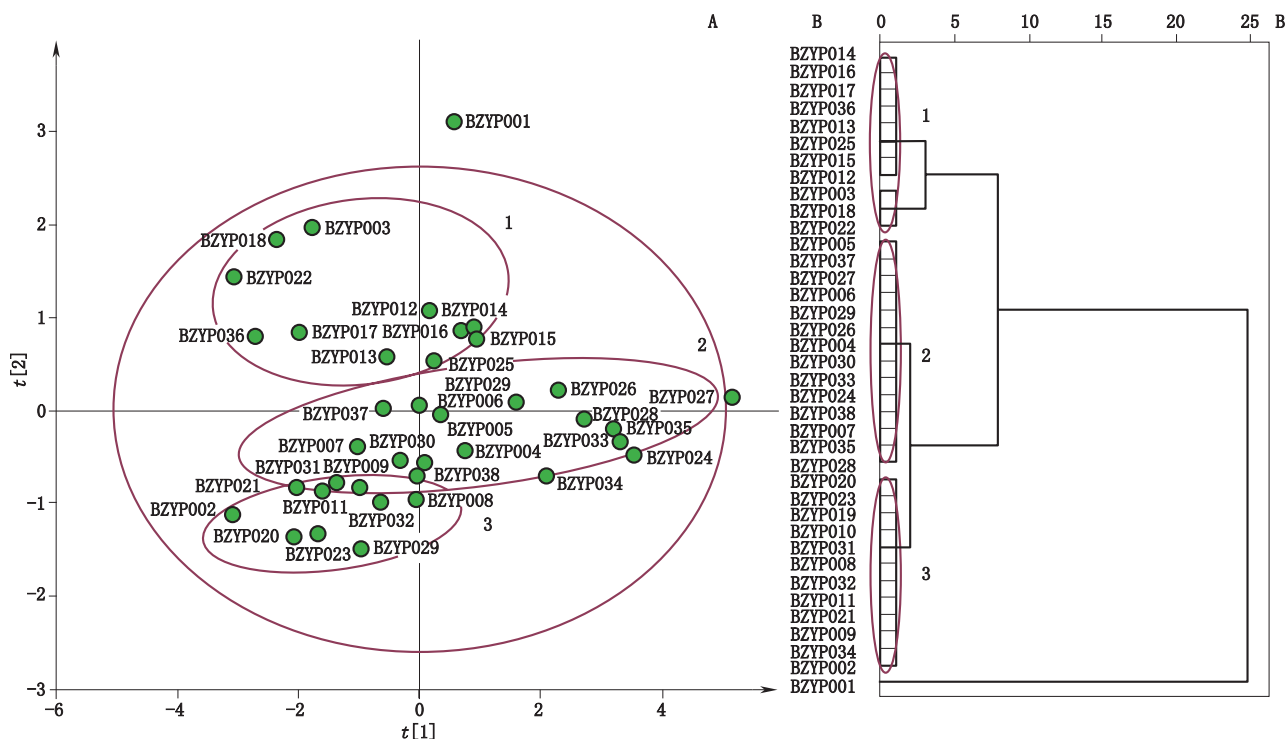


图 2 麸炒白术 PCA 散点图(A)和聚类分析图(B)

Fig. 2 PCA score scatter plot(A) and hierarchical cluster analysis plot(B)

### 2.4.2 正交偏最小二乘法判别分析(OPLS-DA)

在 PCA 分析的基础上,以 6 种含量测定指标为自变量,样本类别为因变量,对组 1 和组 2 2 组样品进行 OPLS-DA 分析,利用变量权重重要性排序(VIP)对组间差异性指标进行筛选和指认,结果  $R^2Y(cum) = 0.904$ ,  $Q^2 = 0.818$ ,表明模型拟合和预测效果良好;VIP 值均大于 1 的成分为白术内酯 II、白术总内酯、白术内酯 I、白术内酯 III,其中 VIP 值最大的主成分为白术内酯 II(见图 3-B);组 1 和组 2 OPLS-DA 散点图见图 3-A。以 VIP 值最大的白术内酯 II 含量为指标,对组 1 和组 2 进行单因素方法分析,结果显示 2 组样本中白术内酯 II 含量具有显著性差异( $P < 0.01$ ),组 1 样本中白术内酯 II 含量较高,

含量范围在 0.015 0%~0.044 5% 之间,组 2 样本中白术内酯 II 含量较低,范围在 0.003 5%~0.015 0% 之间。表明白术内酯 II 可作为饮片等级划分的依据。

以 6 种含量测定指标为自变量,样本类别为因变量,对组 2 和组 3 2 组样品进行 OPLS-DA 分析,结果  $R^2Y(cum) = 0.759$ ,  $Q^2 = 0.730$ ,模型拟合和预测效果良好,其中 VIP 值最大的主成分为浸出物(见图 4-B);组 2 和组 3 OPLS-DA 散点图见图 4-A。对组 2 和组 3 2 组样点的浸出物含量分布进行分析,结果显示组 2 浸出物含量在 36%~50% 之间、组 3 浸出物含量在 30%~35% 之间;表明浸出物是区分合格与不合格样本的主要有效成分。

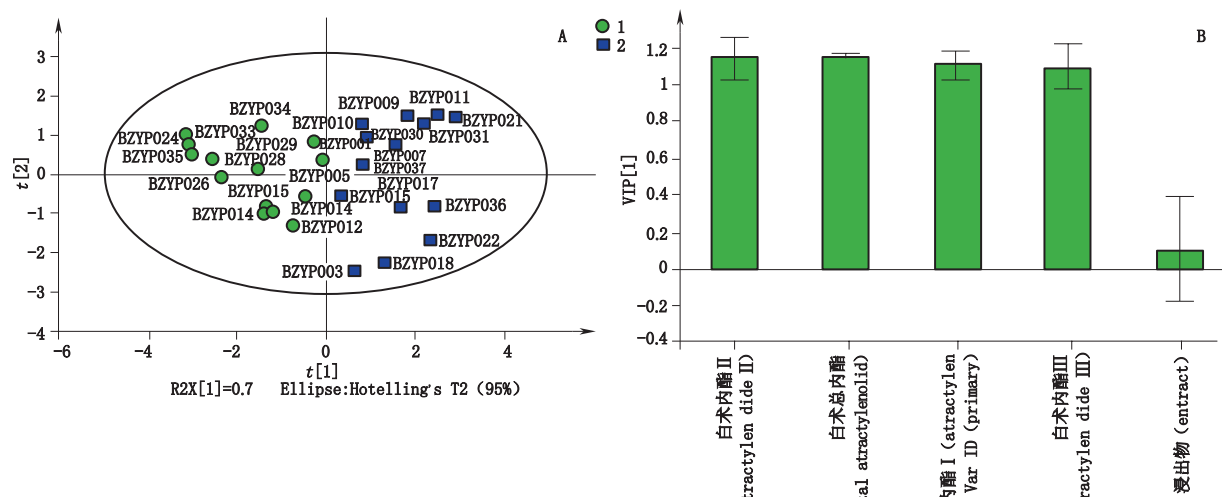


图3 组1和组2 OPLS-DA 散点图(A)和VIP图(B)

Fig. 3 Score scatter plot (A) and VIP plot (B) of OPLS-DA on group1 and group 2

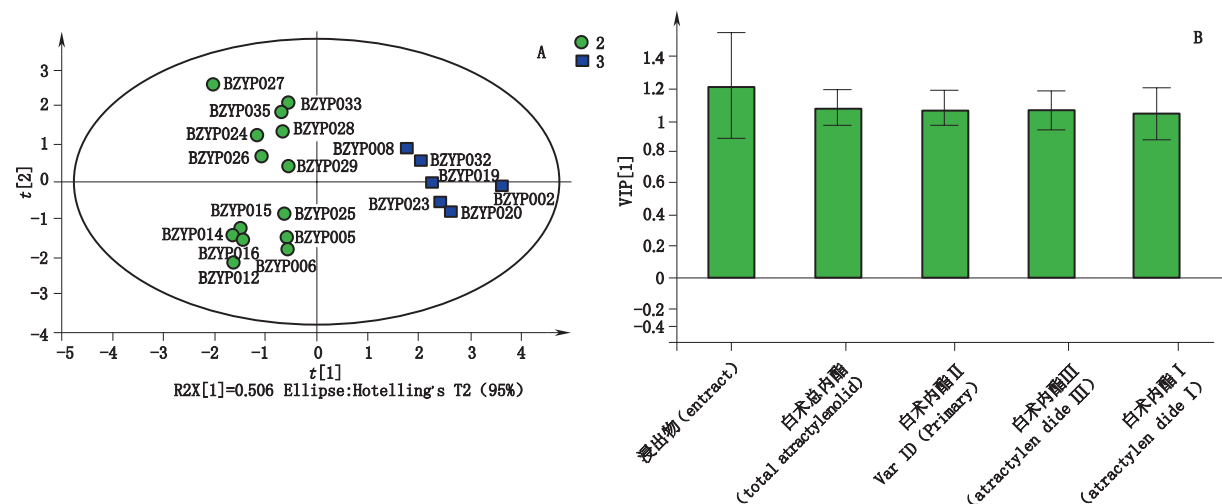


图4 组2和组3 OPLS-DA 散点图(A)和(B)VIP图(B)

Fig. 4 Score scatter plot (A) and VIP plot (B) of OPLS-DA on group 2 and group 3

### 3 讨论

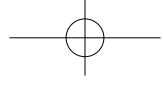
#### 3.1 HPLC 色谱条件及提取条件的优化

本研究采用 HPLC 法,以麸炒白术中含量较高的白术内酯 I、II、III 为指标,对流动相体系甲醇-水和乙腈-水体系进行考察,并对梯度洗脱程序进行优化,结果以乙腈-水为流动相体系,所确定的梯度洗脱程序各色谱峰在 30 min 内均被洗脱,且分离较佳;对白术样品进行紫外-可见波长扫描,结果白术内酯 I 在 276 nm 处有最强吸收,白术内酯 II、III 在 220 nm 处有最强吸收,因此选择 276 nm 作为白术内酯 I 检测波长、220 nm 作为白术内酯 II、III 检测波长;对柱温 20、25、30、35 ℃ 进行考察,结果 25 ℃ 柱温的出峰时间和峰形最为理想。本研究所建立的 HPLC 方法可用于白术其它炮制品中白术内酯 I、II、III 的检测。

提取条件的优化首先采用单因素考察法,以白术内酯 I、II、III 含量为指标,对提取方法浸提法、超声提取法、索氏提取法,提取溶剂乙酸乙酯、乙醇、甲醇进行考察,结果提取方法选择超声提取法,提取溶剂选择甲醇。根据单因素考察的结果,采用正交试验法,以甲醇百分体积分数 50%、75%、100%,提取料液比 1:10、1:50、1:100,提取时间 30、45、60 min 为因素,最终确定最佳提取条件为 100% 甲醇超声提取 30 min。

#### 3.2 麸炒白术质量评价的意义

白术内酯 I、II、III 作为白术的重要有效成分,其含量直接影响白术的药效发挥。药理研究表明,内酯类成分具有调节胃肠道蠕动、抗炎、抗肿瘤等作用<sup>[12-13]</sup>。高小玲等<sup>[14]</sup>同时比较了白术 3 种内酯类成分的抗肿瘤作用,发现白术内酯 II 抗肿瘤作用更优于



白术内酯Ⅰ,白术内酯Ⅲ;张彩霞<sup>[15]</sup>采用体外培养人大肠癌 Lovo 细胞,采用不同浓度的白术内酯Ⅱ分别作用于细胞,结果表明白术内酯Ⅱ对大肠癌 Lovo 细胞增殖的抑制作用;陈一竹等<sup>[16]</sup>通过体外血小板聚集实验,发现白术内酯Ⅱ对胶原诱发的小鼠及人血小板聚集能产生显著抑制作用,对人血小板的铺展也有抑制作用,其作用机制可能与血小板活化过程中的 PI3K-Akt 信号通路有关,提示白术内酯Ⅱ是一种有效的抗血小板化合物。

本文以白术内酯Ⅰ、Ⅱ、Ⅲ、浸出物、挥发油为指标,采用多元统计分析,证明白术内酯Ⅱ是影响麸炒白术质量的显著性因素。由于 2015 年版《中国药典》一部收录的白术质量标准中无 HPLC 含量测定项,本研究该结果可为白术质量评价提供划分依据,为含量测定标准的制定提供实验依据。

#### 参考文献

- [1] 中华人民共和国药典 2015 年版. 一部[S]. 2015: 103  
ChP 2015. Vol I [S]. 2015: 103
- [2] 张程荣,曹岗,丛晓东,等. 白术化学成分和质量控制研究进展[J]. 中华中医药杂志, 2011, (10): 2328  
ZHANG CR, CAO G, CONG XD, et al. Advances in studies on chemistry and quality control of *Atractylodes macrocephala* Koidz. [J]. China J Tradit Chin Med Pharm, 2011, (10): 2328
- [3] 李滢,杨秀伟. 生白术化学成分研究[J]. 中国现代中药, 2018, 20(4): 382  
LI Y, YANG XW. Chemical constituents of Rhizomes of *Atractylodes macrocephala* [J]. Mod Chin Med, 20(4): 382
- [4] 李滢,杨秀伟. 麸炒白术化学成分的研究[J]. 中国现代中药, 2018, 20(9): 1074  
LI Y, YANG XW. Chemical constituents of *Atractylodes macrocephala* Rhizoma Stir-fried with Wheat Bran [J]. Mod Chin Med, 2018, 20(9): 1074
- [5] 邹辉,杨柳,易美玲. 白术化学成分分离鉴定[J]. 中国实验方剂学杂志, 2016, 22(17): 43  
ZOU H, YANG C, YI ML. Chemical constituents of *Atractylodes Macrocephala* Rhizoma [J]. Chin J Exp Tradit Med Form, 2016, 22(17): 43
- [6] 盛云杰,严斌俊,穆朝峰,等. 基于指纹图谱与化学计量学评价白术炮制品质量[J]. 中成药, 2017, 39(10): 2124  
SHENG YJ, YAN BJ, MU CF, et al. Quality evaluation of *Atractylodes macrocephala* Rhizoma processed products based on fingerprints and chemometrics [J]. Chin Tradit Pat Med, 2017, 39(10): 2124
- [7] 李琴瑜,吴卫刚,崔波,等. 高效液相色谱法结合多元统计分析用于苍术药材的质量评价[J]. 药物分析杂志, 2018, 38(4): 598  
LI QY, WU WG, CUI B, et al. Quality evaluation of *atractylodes* by high-performance liquid chromatography and multivariate statistical analysis [J]. Chin J Pharm Anal, 2018, 38(4): 598
- [8] CHEN J, GAO J, SUN G. Quantitative analysis combined with chromatographic fingerprint and antioxidant activities for the comprehensive evaluation of compound Danshen tablets [J]. J Sep Sci, 2017, 40(6): 1244
- [9] 梁乙川,郭换,刘素娟,等. 基于颜色变化的麸炒白术最佳炮制火候的客观量化判别[J]. 中国实验方剂学杂志, 2018, 24(6): 12  
LIANG YC, GUO H, LIU SJ, et al. Objective quantification discriminant of optimum processing time of *Atractylodes Macrocephala* Rhizoma Stir-fried with Bran based on color change [J]. Chin J Exp Tradit Med Form, 2018, 24(6): 12
- [10] LI Y, ZHANG J, JIN H, et al. Ultraviolet spectroscopy combined with ultra-fast liquid chromatography and multivariate statistical analysis for quality assessment of wild wolfiporia extensa from different geographical origins [J]. Spectrochim Acta Part A Molecul Biomolecul Spectrosc, 2016, 165: 61
- [11] 杨燕梅,林丽,卢有媛,等. 基于多指标成分分析野生与栽培秦艽药材商品规格等级[J]. 中国中药杂志, 2016, 41(5): 786  
YANG YM, LIN L, LU YY, et al. Analysis of commercial specifications and grades of wild and cultivated *Gentianae Macrophyllae* Radix based on multi-indicative constituents [J]. China J Chin Mater Med, 2016, 41(5): 786
- [12] 张晓娟,左东东. 白术化学成分及药理作用研究进展[J]. 中医药信息, 2018, 35(6): 101  
ZHANG XJ, ZUO DD. Chemical constituents and pharmacological effects of *Atractylodes macrocephala* Rhizoma [J] Inf Tradit Chin Med, 2018, 35(6): 101
- [13] 刘志强,刘和波,王博龙. 白术中白术内酯Ⅰ、Ⅱ、Ⅲ的靶标预测及蛋白互作网络研究[J]. 中国药房, 2018, 23(29): 3241  
LIU ZQ, LIU HB, WANG BL. Study on target prediction and protein-protein interaction networks of *atractylenolide* I, II, III in *Atractylodes macrocephala* [J]. China Pharm, 2018, 23(29): 3241
- [14] 高小玲,汪保英,尹素改,等. 白术内酯对 IEC-6 细胞及食管癌细胞 ECA9706 增殖能力的影响[J]. 中华中医药杂志, 2015, 30(3): 921  
GAO XL, WANG BY, YIN SG, et al. Research of *atractylenolide* on proliferation ability of IEC-6 cells and esophageal cancer [J]. China J Tradit Chin Med Pharm, 2015, 30(3): 921
- [15] 张彩霞,张亚杰,江滨,等. 白术内酯Ⅱ促进大肠癌 Lovo 细胞凋亡及对 PARP1 和 caspase-3 表达的影响[J]. 中国实验方剂学杂志, 2017, 23(5): 157  
ZHANG CX, ZHAGN YJ, JIANG B, et al. Effect of *atractylenolide* II in promoting apoptosis of Lovo cells and its impact on expression of PARP1 and caspase-3 [J]. Chin J Exp Tradit Med Form, 2017, 23(5): 157
- [16] 陈一竹,杨文龙,郭玲玉,等. 白术内酯Ⅱ抗血小板作用及对血小板中蛋白激酶 B 磷酸化水平的影响[J]. 中国医药导报, 2016, 13(11): 18  
CHEN YZ, YAGN WL, GUO LY, et al. Influence of *atractylenolide* II on platelet and phosphorylation level of protein kinase B [J]. China Med Her, 2016, 13(11): 18

(本文于 2018 年 8 月 27 日收到)