

## · 监管技术 ·

# 正交试验优选千金子制霜工艺及制霜前后脂肪油成分变化分析

魏晓彤, 石双慧, 王梦琳, 马思媛, 胡宇峰, 姜明瑞, 张婧秋, 王慧楠, 梁少国, 王英姿\* (北京中医药大学, 北京 102488)

**摘要** 目的: 优选得到千金子最佳机械压榨制霜工艺, 明确其工艺参数, 并分析制霜前后千金子脂肪油成分的变化情况。方法: 以2020年版《中华人民共和国药典》中规定的千金子霜外观性状和脂肪油含量作为评价指标, 采用 $L_9(3^4)$ 正交试验法优选千金子机械压榨制霜工艺的制霜温度、压制时间和制霜压力, 以确定千金子最佳机械压榨制霜工艺; 采用气相色谱-质谱联用(GC-MS)技术对千金子制霜前后脂肪油成分进行分析。结果: 优选得到最佳机械压榨制霜工艺条件: 取千金子种仁碾成泥状(粒度约为40~60目), 在50℃、50 MPa的压力下压制1次, 压制时间为10 min。千金子生品和霜品脂肪油中共检出14种共有脂肪酸甲酯, 制霜前后脂肪油中脂肪酸成分组成基本一致, 相对含量略有差别, 但变化不大。结论: 优选得到的千金子机械压榨制霜工艺稳定可靠, 简便易行, 可为千金子霜饮片生产和质量控制提供参考。

**关键词:** 千金子; 炮制工艺; 正交试验; 脂肪油; 气相色谱-质谱联用

中图分类号: R95; R932 文献标识码: A 文章编号: 1002-7777(2024)05-0567-008

doi:10.16153/j.1002-7777.2024.05.009

## Optimization of Frosting Process of Semen Euphorbiae with Orthogonal Design and Comparison Analysis of Fatty Oil Components Before and After Frosting

Wei Xiaotong, Shi Shuanghui, Wang Menglin, Ma Siyuan, Hu Yufeng, Jiang Mingrui, Zhang Jingqiu, Wang Huinan, Liang Shaoguo, Wang Yingzi\* (Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 102488, China)

**Abstract Objective:** To optimize the best mechanical compression frosting process of Semen Euphorbiae, clarify its process parameters, and analyze the changes of fatty oil of Semen Euphorbiae before and after frosting. **Methods:** The appearance characteristics and fatty oil content of Semen Euphorbiae Pulveratum in the 2020 edition of Pharmacopoeia of the People's Republic of China were used as evaluation indexes. The  $L_9(3^4)$  orthogonal test method was used to optimize the frosting temperature, compression time and frosting pressure of the mechanical compression frosting process of Semen Euphorbiae to determine the best mechanical compression frosting process of Semen Euphorbiae. The fatty oils before and after frosting were analyzed by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). **Results:** The optimum mechanical compression frosting process

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(编号 82374040)

作者简介: 魏晓彤 Tel: 15698011780; E-mail: Weixt9967@163.com

通信作者: 王英姿 Tel: (010) 84738615; E-mail: wangyzi@sina.com

conditions were as follows: the Semen Euphorbiae seed kernels were ground into mud (particle size of about 40-60 mesh), pressed once at 50 °C and 50 MPa pressure for 10 min. A total of 14 common fatty acid methyl esters were detected in the fatty oil of raw and frosted products of Semen Euphorbiae. The composition of fatty acid components in the fatty oil before and after frosting was basically the same, with slight differences in relative content, but little changes. **Conclusion:** The optimized mechanical compression frosting process of Semen Euphorbiae is stable, reliable and simple, which can provide reference for the production and quality control of Semen Euphorbiae Pulveratum decoction pieces.

**Keywords:** Semen Euphorbiae; processing technology; orthogonal experiment; fatty oil; GC-MS

千金子为大戟科植物续随子 (*Euphorbia lathyris* L.) 的干燥成熟种子, 味辛、温, 有毒, 具有泻下逐水, 破血消癥的功效, 主要含有脂肪油、二萜醇酯、蛋白质、黄酮、香豆素、甾醇等多种化学成分<sup>[1-2]</sup>。千金子对胃肠道有强烈的刺激作用, 进而能产生峻泻症状, 误服或多服易引起中毒, 故临床常采用去油制霜法炮制以降低毒性, 现代药理研究亦验证了千金子制霜炮制可缓和其泻下作用, 降低毒性<sup>[3-5]</sup>。目前认为千金子炮制减毒的机制主要与制霜后二萜醇酯类化合物含量降低有关<sup>[6-7]</sup>。

压油制霜法是千金子的传统炮制方法, 也是现行药典中规定的炮制方法。但2020年版《中华人民共和国药典》(以下简称《中国药典》)中规定的千金子制霜炮制工艺较为笼统, 对关键工艺参数均缺乏量化指标, 制霜工艺技术指标仍不明确, 且传统手工制霜方法周期长、效率低, 主要依靠经验来判断千金子霜的含油量, 去油程度不易掌握, 常导致饮片的含油量不符合药典标准, 因此有必要对千金子制霜炮制工艺进行系统的量化研究, 确定炮制工艺参数以规范千金子制霜炮制工艺并保证饮片质量。

近年来中药炮制技术逐渐向规范化、标准化发展, 现代制霜技术多采用机械压榨法。有学者采用新研制的制霜设备对千金子制霜工艺中的种仁前处理方式、加热温度和加热时间进行了考察, 结果发现加热温度对千金子制霜工艺的影响显著, 种仁前处理方式及加热时间影响不显著<sup>[8]</sup>。亦有学者通过自制可调节压力的制霜板对巴豆、柏子仁的制霜工艺进行优化, 结果显示压力亦能对制霜工艺产生显著的影响, 而制霜温度、压制次数、压制时间无显著影响<sup>[9-10]</sup>。此外还有研究先将木鳖子加热一定

时间, 再利用压油机压制去油制备木鳖子霜, 进而对木鳖子制霜工艺中的烘制时间、烘制温度以及压制时间进行考察, 发现3个因素均能显著影响炮制工艺, 其中压制时间的影响达到极显著水平<sup>[11]</sup>。以上研究提示制霜压力、制霜温度、压制时间可能是影响千金子制霜工艺的主要因素, 因此为综合评价制霜温度、压制时间和制霜压力对千金子制霜工艺及千金子霜质量的影响, 以千金子霜外观性状和脂肪油含量作为评价指标, 利用小型压油制霜机, 按照2020年版《中国药典》规定的炮制方法, 采用正交试验对千金子机械压榨制霜工艺进行优选, 确定千金子制霜炮制过程中的工艺参数, 为千金子制霜炮制工艺的规范化、标准化、现代化提供参考依据及技术支持, 同时采用气相色谱-质谱联用 (GC-MS) 技术对千金子和千金子霜中脂肪油成分进行分析, 为制定千金子霜饮片炮制规范提供科学依据。

## 1 仪器与材料

### 1.1 仪器

压油制霜机 (巩义市盛金机械设备有限公司, 型号: 6YY-150型); 电热恒温鼓风干燥箱 (北京北方利辉试验仪器设备有限公司, 型号: DHG-9030A型); 万分之一电子天平 (Sartorius公司, 型号: BSI10型); 电热恒温水浴锅 (北京科伟永兴仪器有限公司, 型号: HH-S6A型); 气质联用仪 (安捷伦科技有限公司, 型号: Agilent 7890/5977)。

### 1.2 材料

千金子 (批号: 1203070692, 安徽亳州沪漕中药饮片厂), 经北京中医药大学刘春生教授鉴定为大戟科植物续随子 *Euphorbia lathyris* L. 的干燥成熟种子。千金子剥去种皮, 取种仁备用。甲醇为色谱

纯，其余试剂为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 千金子霜的制备

取9份千金子种仁，每份100 g，碾成泥状（粒

度约为40~60目）<sup>[8]</sup>，装入压油制霜机物料腔，按表1正交试验设计设定压油制霜机温度、压力，压制规定时间后打开压油制霜机，取出，放凉，粉碎过60~80目筛<sup>[9-10]</sup>，得9份千金子霜样品。

表1 千金子制霜工艺正交试验因素与水平

水平	因素		
	A 制霜温度 /℃	B 压制时间 /min	C 制霜压力 /MPa
1	40	5	30
2	50	10	40
3	60	20	50

### 2.2 正交试验设计

在前期预试验基础上，以制霜温度（A）、压制时间（B）、制霜压力（C）为考察因素，各因素选取3个水平，由于使用的小型压油制霜机的压力最高为50 MPa，因此设置制霜压力考察因素的3个水平为30 MPa、40 MPa、50 MPa，2020年版《中国药典》制霜法中规定“经微热，压榨除去大部分油脂”，结合已有文献研究中千金子制霜工艺条件<sup>[8,12-13]</sup>，设置制霜温度考察因素的3个水平

为40℃、50℃、60℃，按照L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>)正交试验优选千金子机械压榨制霜工艺，以外观性状和脂肪油含量为指标，综合评价千金子机械压榨制霜工艺。

### 2.3 外观性状评价

参照2020年版《中国药典》千金子霜性状下的规定：“均匀、疏松的淡黄色粉末，微显油性”，由炮制专家和老药工从色泽、质地、油性三个方面进行评分，将以上三项评分求和即为外观性状评分，评分高者为佳，具体评分标准见表2。

表2 千金子霜外观性状评分标准

指标	评分标准	评分 / 分	备注
色泽（5分）	淡黄色	5	由色泽、质地、油性三项评分的和作为外观性状评分
	黄白色	4	
	灰黄色	3	
	浅黄白色	2	
	黄色	1	
质地（4分）	粉末松散	4	
	粉末较松散	3	
	粉末黏性较大	2	
	粉末黏性大	1	
油性（3分）	纸压不显油痕	3	
	纸压略显油痕	2	
	纸压显油痕	1	

## 2.4 脂肪油含量测定

分别取千金子霜样品5 g, 精密称定, 置索氏提取器内, 加石油醚(沸程60~90℃) 100 mL, 回流6~8 h, 至脂肪油提尽, 收集提取液, 置干燥至恒质量的蒸发皿中, 水浴低温蒸干, 移至100℃恒温干燥箱内干燥1 h, 硅胶干燥器内冷却30 min,

准确称定质量, 计算脂肪油含量。根据2020年版《中国药典》千金子霜项下规定含脂肪油应为18.0%~20.0%, 参照文献方法对千金子脂肪油含量进行评分<sup>[9]</sup>, 脂肪油含量越接近18.0%~20.0%评分越高, 见表3。

表3 脂肪油含量评分标准

脂肪油含量 /%	分数 / 分	脂肪油含量 /%	分数 / 分
<9.9	0	20.1~22.0	80
10.0~11.9	20	22.1~24.0	60
12.0~13.9	40	24.1~26.0	40
14.0~15.9	60	26.1~30.0	20
16.0~17.9	80	>30.1	0
18.0~20.0	100		

## 2.5 数据处理

采用综合评分法优化工艺条件是正交试验设计常用的手段, 与单一指标相比, 更能全面地反映试验结果的真实性和准确性, 可信性更强<sup>[14-16]</sup>。正交试验结果以千金子霜外观性状和脂肪油含量为评价指标进行综合评价, 同时为全面反映千金子霜的质量, 本研究对外观性状评分值和脂肪油含量评分

值分别赋予一定的权重<sup>[17]</sup>。由于外观性状依靠个人感官判断, 存在个体差异, 因此赋予外观性状评分权重为30%, 脂肪油评分权重为70%, 综合评分 $Y = (\text{外观性状得分} / \text{外观性状得分最大值}) \times 30 + (\text{脂肪油得分} / \text{脂肪油得分最大值}) \times 70$ , 满分为100分。正交试验设计与结果见表4, 方差分析结果见表5。

表4 千金子制霜工艺正交试验设计及结果

序号	A 制霜温度 / ℃	B 压制时间 / min	C 制霜压力 / MPa	外观性状 / 分	脂肪油 /%	脂肪油得分 / 分	综合评分 / 分
1	1	3	3	11	16.51	80	83.5
2	1	2	2	8	22.48	60	62
3	1	1	1	5	26.11	20	26.5
4	2	3	1	7	24.11	40	45.5
5	2	2	3	12	19.40	100	100
6	2	1	2	7	24.45	40	45.5
7	3	2	1	7	23.08	60	59.5
8	3	3	2	8	13.94	40	48
9	3	1	3	10	17.89	80	81

续表 4

序号	A 制霜温度 / ℃	B 压制时间 / min	C 制霜压力 / MPa	外观性状 / 分	脂肪油 / %	脂肪油得分 / 分	综合评分 / 分
K1	172	153	131.5				
K2	191	221.5	155.5				
K3	188.5	177	264.5				
R	6.33	22.83	44.33				

表 5 正交试验方差分析结果

方差来源	离差平方和	自由度	方差	F 值	P 值
A 制霜温度	71	2	35.53	1.63	> 0.05
B 压制时间	805	2	402.694	18.49	> 0.05
C 制霜压力	3350	2	1674.78	76.90	< 0.05
D 误差	44	2	21.78		

$F_{0.05}(2,2) = 19.00$

### 2.6 最优工艺的确定

由直观分析和方差分析结果可知，制霜压力对试验结果有显著影响 ( $P < 0.05$ )，制霜温度和压制时间对试验结果影响不明显，各因素对试验结果的影响大小顺序为 C (制霜压力) > B (压制时间) > A (制霜温度)，综合分析确定千金子最佳机械压榨制霜工艺条件为 A2B2C3，即取千金子种仁碾成泥状 (粒度约为 40~60 目)，在 50 ℃、50 MPa 的压力下压制 1 次，压制时间为 10 min，取出药

渣，放凉，粉碎过 60~80 目筛，即得千金子霜。

### 2.7 工艺验证

取净千金子种仁，按“2.6”项下确定的最佳工艺条件制备 3 批千金子霜 (千金子霜 1~千金子霜 3)。所得千金子霜均为均匀、疏松的淡黄色粉末，微显油性。3 批千金子霜的脂肪油平均含量为 19.43%，见表 6，表明该制霜工艺稳定可行，重现性好，适用于生产实际。

表 6 验证试验结果

序号	外观性状	脂肪油含量 / %	得霜率 / %
1	淡黄色，粉末松散，纸压不显油痕	19.47	46.54
2	淡黄色，粉末松散，纸压不显油痕	19.40	45.08
3	淡黄色，粉末松散，纸压不显油痕	19.43	45.09



## 2.8 千金子生品、霜品的脂肪油分析

### 2.8.1 脂肪油甲酯化

脂肪酸组成是脂肪油的一项重要理化指标<sup>[18]</sup>，但由于脂肪酸极性较强且高温下易出现聚合、裂解等反应，不能直接进行GC-MS测定，因此首先将脂肪油衍生成易挥发的脂肪酸甲酯<sup>[19]</sup>。依据参考文献<sup>[20-23]</sup>，分别取千金子和“2.7”项下千金子霜的脂肪油0.1 g，加入1 mL正己烷，充分震荡，然后加入1 mL无水甲醇，振荡均匀，再加入1 mL  $0.8 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钾-甲醇溶液，70 °C水浴回流10 min，取出冷却移至刻度试管中，加去离子水至10 mL，振荡、超声提取、离心收集上层溶液进行GC-MS测定。

### 2.8.2 色谱条件

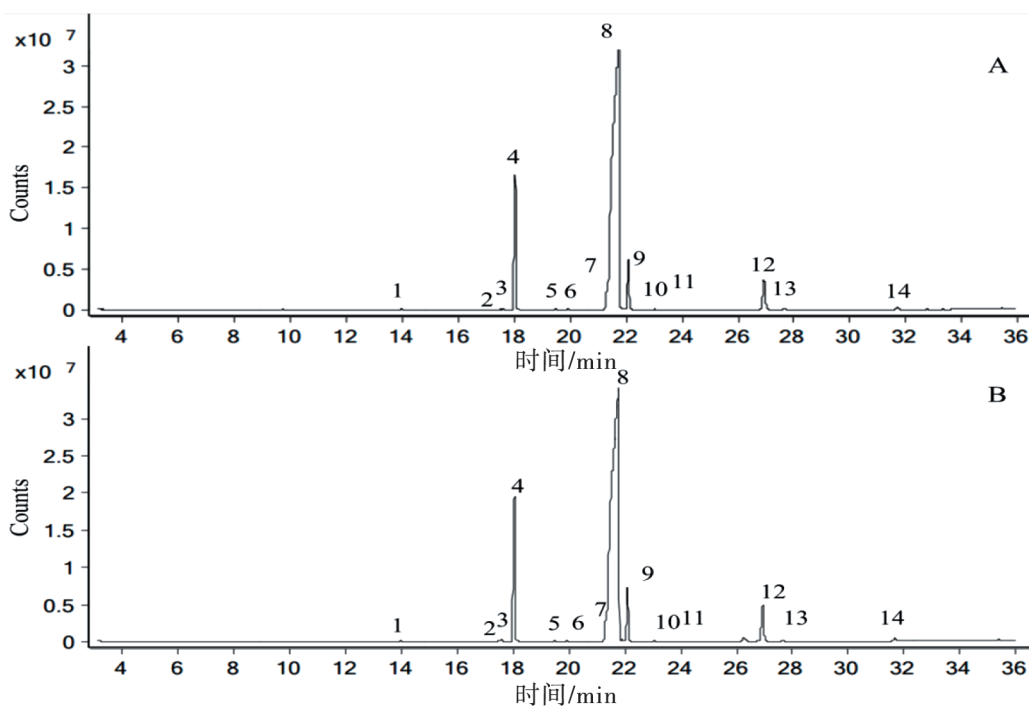
气相色谱条件：Agilent HP-5MS (30 m × 250 μm × 0.25 μm) 毛细管色谱柱，程序升温，初始柱温120 °C保持2 min，以5 °C · min<sup>-1</sup>升温到210 °C保持5 min，以5 °C · min<sup>-1</sup>升温到260 °C保持1 min；载气为99.999%氦气，流速1 mL · min<sup>-1</sup>，进样口温度230 °C，接口温度230 °C；进样量为0.5 μL，分

流比50 : 1。

质谱条件：EI离子源，离子源温度230 °C，MS四极杆温度150 °C，扫描范围50~550 amu，溶剂延迟3.0 min。检索标准谱库NIST14，利用峰面积归一法计算各组分相对含量。

### 2.8.3 结果分析

按“2.8.1”项下甲酯化方法得到GC-MS样品，分析得到千金子制霜前后脂肪酸甲酯的总离子流图见图1。通过图1可以看出，各成分分离效果较好，逐个解析各个峰对应的质谱图，经人工解析及质谱库检索定性，采用峰面积归一法计算得到各成分的相对含量，结果见表7。由图1、表7可知，千金子生品和千金子霜品中共检出14种脂肪酸甲酯，其中以油酸甲酯、棕榈酸甲酯、亚油酸甲酯为主，约占所测得14种脂肪酸甲酯总含量的92%，与文献报道一致<sup>[20,24]</sup>，其次是花生烯酸甲酯、硬脂酸甲酯，约占所测得14种脂肪酸甲酯总含量的7%，制霜前后脂肪酸甲酯成分基本一致，相对含量略有差别，但差别不大，表明优选得到的机械压榨制霜工艺对千金子脂肪油中脂肪酸成分影响不明显。



注：峰位号对应成分见表7。

图1 千金子生品(A)、霜品(B)脂肪酸甲酯总离子流图

表7 千金子生品和霜品中脂肪酸甲酯相对含量测定结果

峰号	保留时间 /min	脂肪酸甲酯	分子式	千金子 /%	千金子霜 /%
1	13.959	肉豆蔻酸甲酯	C <sub>15</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub>	0.09	0.10
2	17.495	11-十六烯酸甲酯	C <sub>17</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	0.05	0.06
3	17.581	棕榈油酸甲酯	C <sub>17</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	0.13	0.12
4	18.027	棕榈酸甲酯	C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	10.35	10.45
5	19.469	顺-10-十七碳烯酸甲酯	C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	0.12	0.11
6	19.915	十七烷酸甲酯	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	0.09	0.08
7	21.306	反-10,顺-12-共轭亚油酸甲酯	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	3.72	3.71
8	21.724	油酸甲酯	C <sub>19</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	78.34	78.34
9	22.073	硬脂酸甲酯	C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub>	3.20	3.17
10	23.028	13-十八碳烯酸甲酯	C <sub>19</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	0.05	0.04
11	23.892	顺-10-十九碳烯酸甲酯	C <sub>20</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub>	0.05	0.05
12	26.925	花生烯酸甲酯	C <sub>21</sub> H <sub>40</sub> O <sub>2</sub>	3.47	3.46
13	27.64	花生酸甲酯	C <sub>21</sub> H <sub>42</sub> O <sub>2</sub>	0.13	0.13
14	31.685	芥酸甲酯	C <sub>23</sub> H <sub>44</sub> O <sub>2</sub>	0.21	0.21

### 3 讨论

#### 3.1 技术指标考察因素

制霜法是千金子的传统炮制方法，能够达到降低毒性、缓和泻下作用的目的。传统制霜工艺生产效率较低，且缺乏明确的工艺技术指标，主要依靠经验对千金子霜的含油量进行判断，影响千金子霜的质量及其应用的安全性和有效性。2020年版《中国药典》炮制通则中规定了制霜法，但其工艺过程表述较模糊，缺乏量化指标。参考制霜工艺优选相关文献<sup>[8-11]</sup>，制霜压力、制霜温度及压制时间技术指标可能是影响千金子制霜工艺的关键技术指标。故选择制霜压力、制霜温度及压制时间为考察因素。本试验采用适合实际生产用的小型压油制霜设备，以精确地控制制霜过程中的制霜温度和制霜压力，并结合实际生产经验，对生产中千金子的制霜炮制工艺进行系统的量化研究，实现炮制工艺参数化，确保饮片质量稳定可控。在现有研究中较多关注指标性成分含量而忽视外观性状的考察，外观性状作为外在指标，能够直观有效地判断炮制品

的质量<sup>[25-27]</sup>，因此本研究以脂肪油含量作为内在指标，外观性状作为外在指标，赋予二者不同权重后共同作为制霜工艺考察指标。

#### 3.2 炮制工艺优化

采用正交试验法对制霜工艺中的制霜压力、制霜温度及压制时间进行考察，优选得到千金子最佳机械压榨制霜工艺参数为制霜压力50 MPa，制霜温度50 ℃，压制时间10 min。本试验千金子制霜炮制工艺的优选及客观、科学工艺参数的确定为千金子制霜工艺的标准化、规范化、现代化提供了科学依据与可量化操作。

#### 3.3 脂肪酸成分分析

按照2020年版《中国药典》规定，千金子霜的脂肪油含量应控制在18%~20%。采用本试验确定的机械压榨制霜工艺制备的千金子霜脂肪油平均含量为19.43%，进一步采用GC-MS测定等量千金子生品、霜品脂肪油中各脂肪酸成分和相对含量，结果发现制霜前后各脂肪酸成分组成无明显变化，相对含量略有差别但变化不大，即各脂肪酸的比例

基本相同,与前期研究一致<sup>[28]</sup>,说明其未受到本试验优选得到的机械压榨制霜工艺的影响,脂肪油成分在制霜过程中未受到破坏,只是制霜前后总含油量有较大区别,符合千金子去油制霜炮制的要求。

### 参考文献:

- [1] 中华人民共和国药典:一部[S]. 2020: 36-37.
- [2] 刘玉婷,杨洋,弓佩含,等. 千金子化学成分研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志, 2017, 23(13): 220-225.
- [3] 曹艳花. 千金子饮片炮制规范化实验研究[D]. 济南: 山东中医药大学, 2003.
- [4] 宋卫国,孙付军,张敏,等. 千金子和千金子霜及其主要成分泻下作用研究[J]. 中药药理与临床, 2010, 26(4): 40-42.
- [5] 孙付军,宋卫国,李英霞. 千金子及不同含油量千金子霜急性毒性比较[J]. 中国药物警戒, 2011, 8(1): 20-23.
- [6] Wang HN, Zhang JZ, Cui YX, et al. Chemical Comparison of Semen Euphorbiae and Semen Euphorbiae Pulveratum by UPLC-Q-TOF/MS Coupled with Multivariate Statistical Techniques[J]. J Chin Pharm Sci, 2020, 29(7): 470-479.
- [7] 李英霞,袁敏,陈永艳,等. HPLC测定千金子和千金子霜中两种泻下成分的含量[J]. 中成药, 2010, 32(3): 440-443.
- [8] 李英霞,侯立静. 千金子制霜新工艺的研究[J]. 中成药, 2010, 32(8): 1361-1365.
- [9] 刘敬,赵斌,曹晖,等. 巴豆霜炮制工艺研究及脂肪油GC测定[J]. 中药材, 2020, 43(5): 1111-1114.
- [10] 王琼,刘敬,曹晖. 柏子仁制霜工艺优化及脂肪油测定[J]. 中成药, 2022, 44(2): 542-545.
- [11] 宋燕,冉姗,孙方方,等. Box-Behnken设计-响应面法优化木鳖子霜炮制工艺[J]. 中草药, 2019, 50(2): 382-387.
- [12] 王德满,姜国宪. 千金子霜含油量分析[J]. 中草药, 1987, 18(1): 14-15.
- [13] 李群,王琦,黄春凌,等. 千金子炮制品中脂肪油成分的研究[J]. 中成药, 1994(4): 24-25.
- [14] 鲁文慧,尼亚孜艾力,崔兰冲,等. 草果姜制工艺的多指标综合评分-正交试验优选[J]. 时珍国医国药, 2018, 29(6): 1358-1360.
- [15] 范玲,唐佳蒙,王鑫,等. 正交试验法与Box-Behnken响应面法优选白残花-乌梅药对提取工艺比较[J]. 中国药业, 2022, 31(15): 38-43.
- [16] 李晶峰,高旭,郅慧,等. 炒槐角炮制工艺的多指标权重分析与正交设计法优选[J]. 时珍国医国药, 2021, 32(6): 1372-1374.
- [17] 汪莹,闫凯莉,王庆,等. 多指标综合评分法结合Box-Behnken响应面法优化炒乳香炮制工艺[J]. 时珍国医国药, 2021, 32(9): 2187-2191.
- [18] 娄婷婷,赵婷,王伟,等. 植物油中脂肪酸组成的GC-MS分析[J]. 食品研究与开发, 2014, 35(21): 100-102.
- [19] Wu XL, Wang FL, Guan WQ. Methods of Methyl Esterification and Gas Chromatography Analysis of Fatty Acids in Edible Vegetable Oil[J]. Food Res Dev (食品研究与开发), 2015, 36(7): 84-87.
- [20] 田琴,牛伟,鹿茸,等. 续随子种子油提取工艺响应面法优化及成分分析[J]. 中国农学通报, 2014, 30(29): 133-141.
- [21] 回瑞华,侯冬岩,李铁纯,等. 棉籽油中脂肪酸不同的酯化方法与气相色谱-质谱分析[J]. 质谱学报, 2005(2): 90-92.
- [22] 侯冬岩,回瑞华,李铁纯,等. 稻谷副产品中脂肪酸的气相色谱-质谱分析[J]. 分析试验室, 2009, 28(5): 61-63.
- [23] 陈福北,刘红星,陈少东. 山茶油脂肪酸的GC-MS分析[J]. 湖北农业科学, 2013, 52(17): 4205-4206.
- [24] 祝洪艳,张琪,夏从立,等. 千金子油理化性质及其脂肪酸和挥发油成分分析[J]. 分子科学学报, 2009, 25(2): 90-94.
- [25] 王鹏飞. 基于减毒存效美洲大蠊去油制霜炮制研究[D]. 成都: 成都中医药大学, 2016.
- [26] 郑晓倩,徐超,金传山,等. 基于颜色变化的“九蒸九晒”黄精炮制火候及内外在质量的相关性研究[J]. 中草药, 2022, 53(6): 1719-1729.
- [27] 邵艳妮,樊李明,陈秀霞,等. 正交试验优选盐泽泻的炮制生产工艺[J]. 中国实验方剂学杂志, 2018, 24(23): 37-45.
- [28] 于静之,侯立静,张会敏,等. 毒性中药千金子制霜前后脂肪酸成分GC-MS分析[J]. 四川中医, 2011, 29(3): 70-71.

(收稿日期 2023年12月26日 编辑 肖妍)