

白术挥发油 GC-MS 指纹图谱与抗氧化活性的谱效关系研究

许平翠^{1,2}, 寿旦^{1,2}, 吴人杰¹, 李功华³, 王娜妮^{1,2*} (1.浙江省中医药研究院中药研究中心, 杭州 310007; 2.浙江中医药大学药学院, 杭州 310053; 3.浙江省立同德医院药学部, 杭州 310012)

摘要: 目的 研究白术挥发油指纹图谱与抗氧化活性的谱效关系, 筛选主要抗氧化活性成分。方法 采用 GC-MS 测定不同产地的 15 批白术饮片挥发油指纹图谱, 通过清除 1,1-二苯基-2-苦肟基(DPPH)和 Fe^{3+} 还原/抗氧化能力法测定白术挥发油的抗氧化能力, 运用偏最小二乘回归法进行数据分析, 研究白术挥发油指纹图谱和抗氧化活性的相关性, 并筛选活性色谱峰。结果 28 个匹配指纹峰中, 对挥发油清除 DPPH 自由基活性贡献度最大的前 5 个峰依次为: 峰 11>峰 25>峰 2>峰 4>峰 24; 对挥发油还原 Fe^{3+} 能力贡献度最大的前 5 个峰依次为: 峰 11>峰 8>峰 14>峰 19>峰 26。其中峰 11 的峰面积与挥发油清除 DPPH 自由基能力和还原 Fe^{3+} 能力均呈正相关。通过与对照品比对确定峰 11 为苍术酮, 并具有显著的抗氧化活性。结论 苍术酮不仅是白术挥发油的主要成分, 还是主要的抗氧化活性物质。

关键词: 白术; 挥发油; 抗氧化活性; 偏最小二乘回归法; 谱效关系

中图分类号: R284.1 文献标志码: B 文章编号: 1007-7693(2019)11-1322-06

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.2019.11.002

引用本文: 许平翠, 寿旦, 吴人杰, 等. 白术挥发油 GC-MS 指纹图谱与抗氧化活性的谱效关系研究[J]. 中国现代应用药学, 2019, 36(11): 1322-1327.

Study on the Spectrum-effect Relationship between GC-MS Fingerprint and Antioxidant Activity of Volatile Oil from *Atractylodes Macrocephalae* Rhizoma

XU Pingcui^{1,2}, SHOU Dan^{1,2}, WU Renjie¹, LI Gonghua³, WANG Nani^{1,2*} (1.Chinese Medicine Research Center, Zhejiang Academy of Traditional Chinese Medicine, Hangzhou 310007, China; 2.College of Pharmacy, Zhejiang Chinese Medical University, Hangzhou 310053, China; 3.Department of Pharmacy, Tongde Hospital of Zhejiang Province, Hangzhou 310012, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To study the spectrum-effect relationship between fingerprint and antioxidant activity of volatile oil from *Atractylodes Macrocephalae* Rhizoma, and to screen the main antioxidant active ingredients. **METHODS** GC-MS was used to determine the fingerprint of volatile oil from 15 batches of *Atractylodes Macrocephalae* Rhizoma from different producing areas. The antioxidant property of volatile oil was determined by removing 1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl(DPPH) and Fe^{3+} reduction/anti-resistance method. The data were analyzed by partial least squares regression to study the correlation between the fingerprint and antioxidant activity of volatile oil. The active chromatographic peaks were then screened. **RESULTS** Among the 28 matching fingerprint peaks, the top 5 chromatographic peaks that significantly positively related to scavenge DPPH free radicals were as follow: peak 11>peak 25>peak 2>peak 4>peak 24. The top 5 chromatographic peaks that significantly positively related to restore Fe^{3+} activity were as follow: peak 11>peak 8>peak 14>peak 19>peak 26. Peak area of peak 11 was positively correlated with both scavenge DPPH free radicals and restore Fe^{3+} activity. By comparing with the reference substance, it was confirmed that the peak 11 was atractylon. The results showed that atractylon had significant antioxidant activity. **CONCLUSION** Atractylon is not only the main component of *Atractylodes Macrocephalae* Rhizoma volatile oil, but also the main antioxidant active substance.

KEYWORDS: *Atractylodes Macrocephalae* Rhizoma; volatile oil; antioxidant activity; partial least squares regression; spectral effect relationship

白术为菊科植物白术(*Atractylodes macrocephalae* Koidz.)的干燥根茎, 其性味苦、甘、温, 归脾、胃经, 有健脾益气、燥湿利水、祛风散寒等功效^[1], 白术含有多糖、挥发油、内酯类、黄酮类及苷类、氨基酸类等生物活性成分^[2]。白术抗氧化活性研究

主要针对于某一类物质, 其中对白术多糖抗氧化活性研究较多^[3], 对白术黄酮类抗氧化活性研究也有报道^[4]。中药挥发油的抗氧化活性在香茅^[5]、忍冬^[6]、神农香菊^[7]等药材中均得以验证, 但关于白术挥发油的抗氧化作用研究较少。白术挥发油是白术的

基金项目: 国家自然科学基金项目(81603252); 国家中药标准化项目(ZYBZH-Y-ZY-45); 浙江省自然科学基金项目(LQ17H280002); 浙江省中医药科技计划项目(2018ZY003, 2016ZB008)

作者简介: 许平翠, 女, 硕士生 Tel: (0571)88849089 E-mail: xpc123ok@163.com ***通信作者:** 王娜妮, 女, 博士, 副研究员 Tel: (0571)88849089 E-mail: wnn8511@163.com

重要活性成分,具有抗肿瘤、抗炎、抗衰老以及免疫调节的作用^[8-11]。现代医学研究表明^[12-13],炎症、肿瘤、组织老化损伤均与活性氧引发的氧化应激损伤密切相关,目前对白术挥发油的研究集中于化学成分分析^[14-15],鲜有化学成分-活性相关性研究。

因此本实验通过建立白术挥发油的GC-MS指纹图谱,利用偏最小二乘回归分析方法(partial least squares regression, PLSR),构建不同产地白术挥发油化学特征指纹峰,并探讨其与抗氧化活性之间的关系,寻找与白术挥发油抗氧化作用相关的有效成分,以阐明白术挥发油的药效物质基础。

1 仪器与试剂

QP2010SE GC/MS 气相色谱-质谱联用仪、AOC-20i 进样器均来自日本岛津公司;NIST 05 标准质谱图库,中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012 版),挥发油提取器(杭州邦易化工有限公司)均符合中国药典 2015 年版四部附录 2204 挥发油测定法甲法的有关标准;AE50 电子分析天平(瑞士梅特勒公司);Yamato RE600 旋转蒸发仪(日本大和公司)。

白术饮片样品采自全国各主产区,经浙江省中医药研究院浦锦宝研究员鉴定均为白术 *Atractylodes macrocephala* Koidz. 的干燥块状根茎;对照品苍术酮(北京世纪奥科生物技术有限公司,批号: A1136;纯度: 99.40%);1,1-二苯基-2-苦肟基(DPPH)试剂(Sigma-Aldrich 公司,批号: D9132);总抗氧化试剂盒(碧云天生物技术有限公司,批号: S0116);正己烷(阿拉丁公司,批号: H100107;纯度: 98.0%),乙醇为分析纯(无锡市展望化工试剂有限公司,批号: 200-578-6)。

2 方法

2.1 溶液的制备

2.1.1 供试品溶液的制备 15 批白术饮片均取粗粉约 30 g,精密称定,10 倍量水浸泡 1 h,按中国药典 2015 年版通则 2204 项下挥发油测定的甲法提取 5 h,冷却 1 h,收集蒸馏液,正己烷萃取,加入适量无水硫酸钠干燥,过滤,减压回收正己烷,得到淡黄色具有特殊香气的挥发油。取适量挥发油用正己烷溶解稀释,作为供试品溶液。各批次白术饮片信息、挥发油得率见表 1。

2.1.2 对照品溶液配制 精密称定苍术酮对照品适量,置 5 mL 量瓶中,加正己烷溶解并定容至刻

度,制成 1 mg·mL⁻¹ 的对照品溶液,即得。

表 1 白术饮片信息及挥发油得率($n=3$)

Tab. 1 Sample information of *Atractylodes Macrocephala* Rhizoma and the yield of volatile oil ($n=3$)

编号	批号	采集地	挥发油得率/%	编号	批号	采集地	挥发油得率/%
1	171001	安徽	1.333	9	171231	河北	1.266
2	171130	安徽	1.499	10	180122	河北	0.833
3	180105	安徽	1.167	11	180122	湖南	1.333
4	180301	安徽	1.000	12	20180101	湖南	1.332
5	2017090104	浙江	0.933	13	20180201	湖南	1.166
6	2017090103	浙江	1.000	14	1707051	四川	1.333
7	2017090102	浙江	0.833	15	20170801	河南	1.166
8	2017090101	浙江	1.333				

2.2 GC-MS 分析条件

采用 DB-5MS 毛细管柱(30 m×0.32 mm, 0.25 μm),程序升温:初始温度 90 °C,维持 1 min,以 15 °C·min⁻¹ 升至 230 °C,维持 2 min,然后以 3 °C·min⁻¹ 升至 250 °C,再以 10 °C·min⁻¹ 升至 270 °C,维持 10 min,进样口温度 250 °C,载气为高纯氦气,载气流速 1.0 mL·min⁻¹,进样量为 2 μL,分流比 20:1,柱前压 80.8 kPa,溶剂延迟 2 min。选择 EI 离子源,离子源温度为 230 °C,电离能量 70 eV,传输线温度 250 °C,质量扫描范围 m/z 35~650,标准质谱图库 NIST 05 检索。

2.3 指纹图谱方法学考察

2.3.1 仪器精密度试验 取同一批次白术饮片(编号: 5)的供试品溶液,按“2.2”项下分析条件连续进样 6 次,记录色谱图,对主要色谱共有峰进行分析,相对保留时间 RSD 均<0.01%,相对峰面积 RSD 均<1.29%,表明仪器精密度良好。

2.3.2 稳定性试验 取同一批次白术饮片(编号: 5)的供试品溶液,按“2.2”项下分析条件分别在 0, 2, 6, 8, 12, 24 h 进样分析,记录色谱图,对主要色谱共有峰进行分析,相对保留时间 RSD 均<0.02%,相对峰面积 RSD 均<1.89%,说明供试品溶液在 24 h 内稳定性良好。

2.3.3 重复性试验 取同一批次白术饮片(编号: 5)样品 6 份,按“2.1.1”项方法制备供试品溶液,按“2.2”项下分析条件进样,记录色谱图,对主要色谱共有峰进行分析,相对保留时间 RSD 均<0.01%,相对峰面积 RSD 均<2.68%,表明方法重复性良好。

2.4 白术挥发油体外抗氧化作用评价

2.4.1 DPPH 抗氧化作用 参考文献[16],将 1.25, 2.50, 5.00, 10.00, 20.00 mg·mL⁻¹梯度浓度样品和 0.08 mg·mL⁻¹ DPPH 乙醇溶液各 100 μL, 先后加入 96 孔板中, 阴暗处反应 30 min, 517 nm 处测定吸光度值(A_i), 平行测定 3 次, 取平均值; 以无水乙醇代替样品溶液为空白对照(A_0)。计算清除率(%)= $(A_0-A_i)/A_0 \times 100\%$ 。以样品浓度为横坐标, 清除率为纵坐标作图, 运用 SPSS 20.0 软件进行概率单位回归, 预测样品的半数清除率浓度(IC_{50}), 用 IC_{50} 表示样品的抗氧化活性结果。

2.4.2 总抗氧化能力 参考文献[17], 将 1.25, 2.50, 5.00, 10.00, 20.00 mg·mL⁻¹ 梯度浓度样品 5 μL、TPTZ 工作液(Fe^{2+} -三吡啶基三嗪)150 μL、双蒸水 15 μL 先后加入 96 孔板中, 混匀, 暗处反应 10 min, 593 nm 处测定 A_i , 平行测定 3 次, 取平均值; 以双蒸水代替样品为空白对照(A_0)。抗氧化能力 FRAP 值以 $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ 当量值表示: 1 FRAP 值=1 mmol·L⁻¹ $FeSO_4 \cdot 7H_2O$, $\Delta A=A_i-A_0$ 。

2.5 数据分析

采用 PLSR, 利用 DPS 9.50 统计分析软件, 以归一化的色谱峰面积为自变量, 抗氧化活性数据为因变量, 建立偏最小二乘回归方程, 筛选出与清除 DPPH 自由基和还原 Fe^{3+} 能力显著相关的色谱峰。

3 结果

3.1 白术挥发油 GC-MS 指纹图谱的建立及分析

取 15 批白术挥发油的供试品溶液按“2.2”项下色谱条件进样分析, 测得 GC-MS 指纹图谱, 结

果见图 1。

图谱经 NIST05 标准质谱图库检索及人工解析其化学结构, 经“中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012 版)”匹配出 28 个共有指纹峰构成白术挥发油指纹图谱的特征峰, 其中共有指纹峰的总面积占 GC-MS 检测出的白术挥发油总面积的 85%以上。结果见表 2。

表 2 白术挥发油 GC-MS 指纹图谱共有特征峰

Tab. 2 Common characteristic peaks of GC-MS fingerprint of *Atractylodis Macrocephalae* Rhizoma volatile oil

序号	保留时间/ min	名称	分子式	单峰占总峰面积/%
1	4.604	芥苎烯	C ₁₀ H ₁₆	0.06~0.31
2	4.734	β-榄香烯	C ₁₅ H ₂₄	0.18~0.62
3	6.484	α-古芸烯	C ₁₅ H ₂₄	0.09~0.29
4	6.578	β-石竹烯	C ₁₅ H ₂₄	0.16~0.72
5	6.704	γ-榄香烯	C ₁₅ H ₂₄	1.82~2.96
6	7.894	α-律草烯	C ₁₅ H ₂₄	5.71~7.30
7	8.007	花柏烯	C ₁₅ H ₂₄	0.16~0.66
8	8.456	β-芹子烯	C ₁₅ H ₂₄	6.61~10.33
9	9.181	α-姜烯	C ₁₅ H ₂₄	0.09~0.32
10	10.281	α-愈创木烯	C ₁₅ H ₂₄	1.17~2.15
11	11.482	苍术酮	C ₁₅ H ₂₂ O	46.63~53.90
12	12.267	α-芹子烯	C ₁₅ H ₂₄	0.13~0.48
13	12.937	α-姜黄烯	C ₁₅ H ₂₄	0.28~1.08
14	13.338	石竹素	C ₁₅ H ₂₄ O	2.14~5.31
15	13.955	β-倍半水芹烯	C ₁₅ H ₂₄	0.12~0.29
16	15.223	(+)-苜蓿烯	C ₁₅ H ₂₄	0.17~0.37
17	16.039	愈创木醇	C ₁₅ H ₂₆ O	0.06~0.25
18	16.241	莪术醇(姜黄醇)	C ₁₅ H ₂₄ O ₂	0.16~0.25
19	16.795	苍术素	C ₁₃ H ₁₀ O	0.10~1.75
20	18.447	β-桉叶醇	C ₁₅ H ₂₆ O	3.91~6.94
21	19.276	β-紫罗酮	C ₁₃ H ₂₀ O	0.13~0.48
22	21.028	白术内酯 I	C ₁₅ H ₁₈ O ₂	0.12~2.21
23	21.370	白术内酯 II	C ₁₅ H ₂₀ O ₂	0.34~3.12
24	21.586	白术内酯 III	C ₁₅ H ₂₀ O ₃	0.16~0.52
25	21.826	檀香醇	C ₁₅ H ₂₄ O	0.44~2.16
26	22.818	桉油烯醇	C ₁₅ H ₂₄ O	0.01~0.47
27	23.008	乙酸植醇酯	C ₂₂ H ₄₄ O ₂	0.05~1.44
28	25.496	亚油酸甲酯	C ₁₉ H ₃₄ O ₂	0.04~0.44

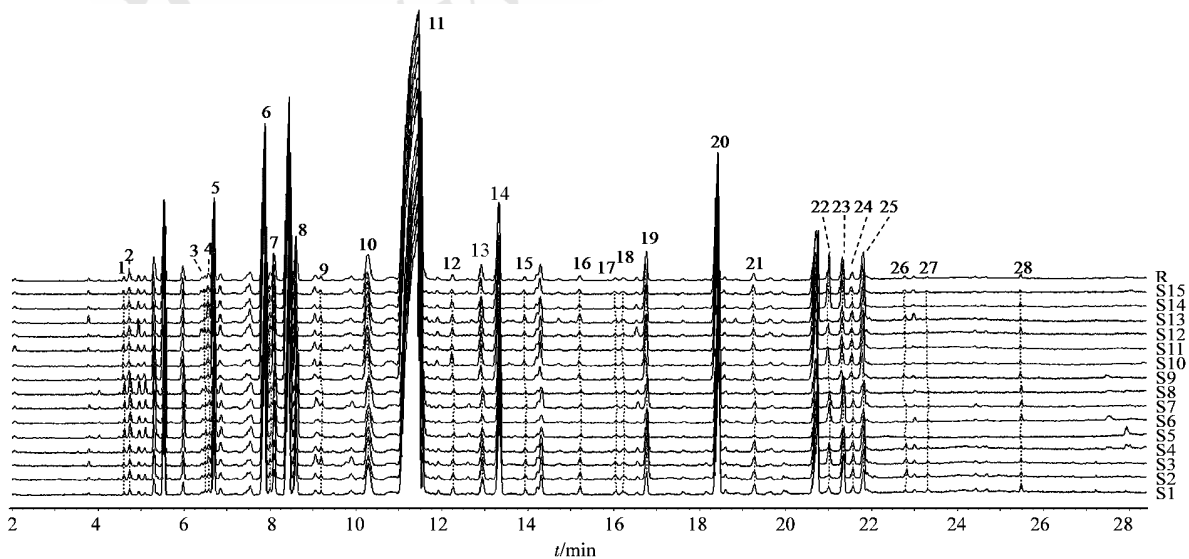


图 1 白术挥发油 GC-MS 指纹图谱

Fig. 1 GC-MS fingerprint of *Atractylodis Macrocephalae* Rhizoma volatile oil

对已有的对照品进行 GC-MS 进样分析, 匹配出峰 11 为苍术酮, 色谱图及成分结构式见图 2。与文献报道白术挥发油中主要成分是苍术酮和其他萜类等化学成分一致^[18]。

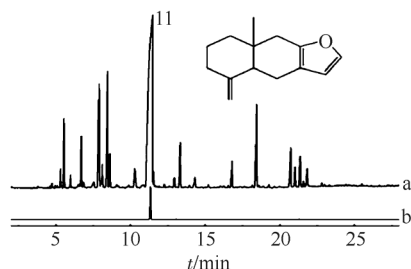


图 2 样品和对照品 GC-MS 图

11-苍术酮; a-样品; b-对照品。

Fig. 2 GC-MS diagram of sample and reference

11-atractylon; a-sample; b-reference substance.

3.2 白术挥发油体外抗氧化测定结果

15 批白术挥发油样品清除 DPPH 自由基的 IC_{50} 和还原 Fe^{3+} 能力的 $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ 当量值, 结果见表 3。

表 3 白术挥发油样品抗氧化活性测定结果($n=3$)

Tab. 3 Determination of antioxidant activity of volatile oil from *Atractylodes Macrocephalae* Rhizoma($n=3$)

编号	DPPH 法 $IC_{50}/mg \cdot mL^{-1}$	FRAP 法 $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ 当量值/ $mmol \cdot L^{-1}$	编号	DPPH 法 $IC_{50}/mg \cdot mL^{-1}$	FRAP 法 $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ 当量值/ $mmol \cdot L^{-1}$
1	4.587	0.096	9	7.357	0.111
2	6.050	0.304	10	3.063	0.277
3	6.770	0.225	11	5.016	0.117
4	8.730	0.747	12	4.418	0.084
5	12.854	0.041	13	4.196	0.201
6	8.405	0.198	14	4.014	0.057
7	6.716	0.071	15	3.300	0.012
8	7.573	0.062			

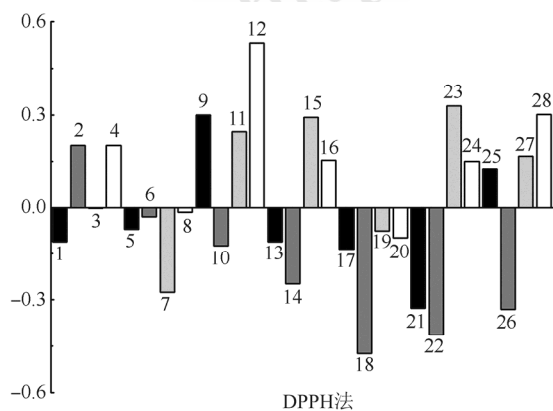


图 3 PLSR 模型标准化回归系数

Fig. 3 Standardization regression coefficient of PLSR model

3.3 谱效关系的 PLSR 分析

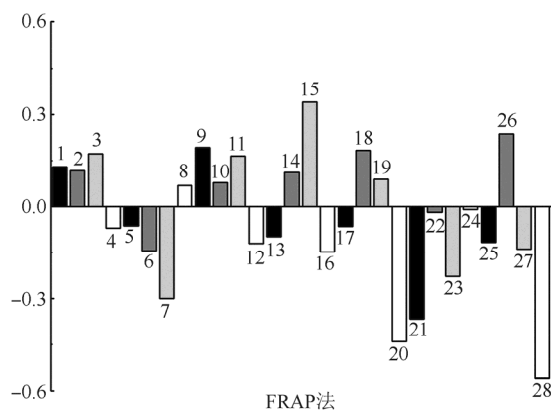
以归一化的色谱峰面积为自变量, 抗氧化活性数据为因变量, 建立偏最小二乘回归方程, 利用 DPS 9.50 统计分析软件对数据进行标准化处理, 对其进行 PLSR 分析, 见图 3。数据标准化后模型误差平方和随潜在因子的增大而减小, 当潜在因子达到 14 时, R^2 达到最大, 得到 2 个回归方程, 如下:

$$\text{方程 1: } Y_1 = 0.001 - 0.102X_1 + 0.187X_2 - 0.003X_3 + 0.187X_4 - 0.067X_5 - 0.029X_6 - 0.255X_7 - 0.015X_8 + 0.279X_9 - 0.120X_{10} + 0.239X_{11} + 0.515X_{12} - 0.102X_{13} - 0.242X_{14} + 0.267X_{15} + 0.153X_{16} - 0.132X_{17} - 0.447X_{18} - 0.074X_{19} - 0.091X_{20} - 0.310X_{21} - 0.398X_{22} + 0.322X_{23} + 0.148X_{24} + 0.126X_{25} - 0.316X_{26} + 0.158X_{27} + 0.293X_{28}$$

$$\text{方程 2: } Y_2 = 0.003 + 0.118X_1 + 0.107X_2 + 0.167X_3 - 0.069X_4 - 0.061X_5 - 0.142X_6 - 0.292X_7 + 0.063X_8 + 0.188X_9 + 0.076X_{10} + 0.159X_{11} - 0.111X_{12} - 0.089X_{13} + 0.101X_{14} + 0.316X_{15} - 0.141X_{16} - 0.058X_{17} + 0.168X_{18} + 0.082X_{19} - 0.401X_{20} - 0.342X_{21} - 0.017X_{22} - 0.221X_{23} - 0.008X_{24} - 0.115X_{25} + 0.214X_{26} - 0.134X_{27} - 0.513X_{28}$$

Y_1 、 Y_2 分别表示 DPPH 法 IC_{50} 的相反数、FRAP 法的 $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ 当量, X_i 表示对应峰的相对峰面积。

变量投影重要性指标(variable importance in projection, VIP)见图 4。PLSR 模型的相关回归系数表示该自变量对因变量的相关性, 正值代表该自变量与因变量呈正相关, 负值表示自变量与因变量呈负相关。VIP 值是 PLSR 模型中的重要参数, 可用于描述自变量对因变量的影响程度, VIP 值越大, 则自变量对因变量的贡献程度越大^[19]。12 个色谱峰在方程 1 中的相关系数为正值, 即与挥发油 DPPH 自由基清除活性是正相关, 其中 VIP 值



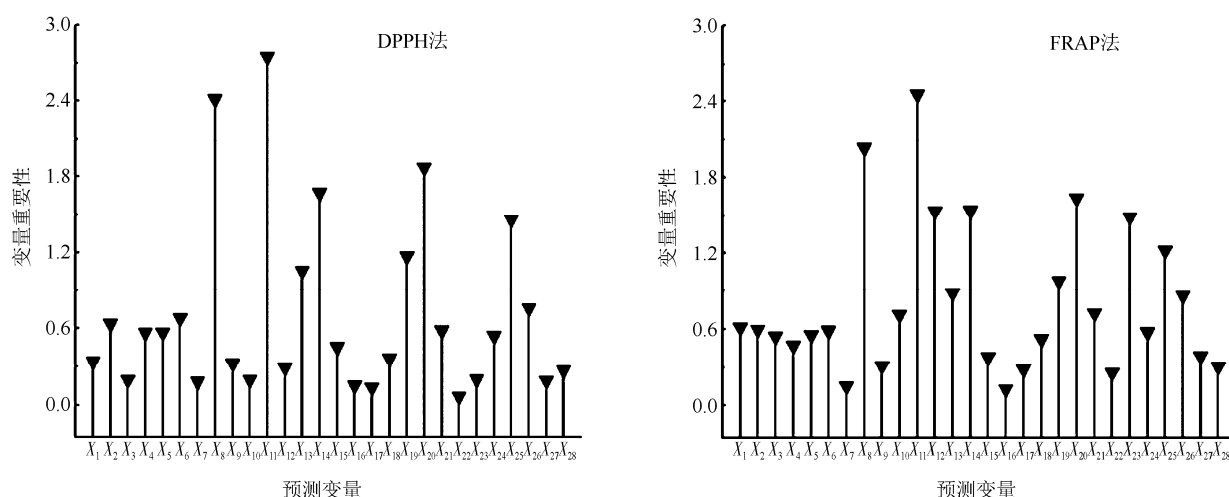


图4 PLSR方程变量投影重要性指标

Fig. 4 Variable importance in projection of PLSR equation

最大的前5个色谱峰依次为：峰11>峰25>峰2>峰4>峰24。另外，有12个色谱峰与挥发油还原 Fe^{3+} 能力正相关，其中VIP值最大的前5个色谱峰依次为峰11>峰8>峰14>峰19>峰26。其中峰11与白术挥发油清除DPPH自由基能力和还原 Fe^{3+} 能力都有显著正相关性。

3.4 苍术酮的体外抗氧化活性测定结果

按“2.4”项下DPPH抗氧化作用和总抗氧化能力方法，测定0.10, 0.50, 1.00, 5.00, 10.00 $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 梯度浓度苍术酮样品溶液对DPPH自由基的清除率及还原 Fe^{3+} 的能力。结果见图5。由图可知，在DPPH抗氧化作用实验中，随着样品浓度的增大，苍术酮对DPPH自由基的清除率增大，对 Fe^{3+} 的还原能力也逐渐增强。

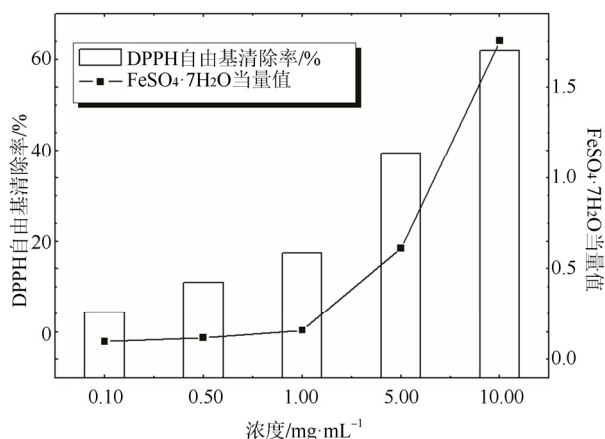


图5 苍术酮体外抗氧化活性结果

Fig. 5 Antioxidant activity results of atractylon *in vitro*

4 讨论

挥发油是白术主要药效成分群之一，但是具有成分复杂、活性成分不明确等问题，给白术挥发油的质量控制带来了困难。本研究建立了15批不同产地的白术饮片挥发油的GC-MS分析，均含有苍术酮等28种成分，占挥发性总成分的85%以上，具有突出的代表性。故以此28个特征性成分作为共有特征峰建立白术饮片挥发油指纹图谱，反映了白术挥发油的质量指标，为其指纹图谱化学成分分析提供依据。

为了进一步明确白术挥发油中发挥抗氧化活性的主要成分，本研究基于GC-MS指纹图谱，建立了白术挥发油清除DPPH自由基和还原 Fe^{3+} 的抗氧化谱效关系。结果表明，有12个成分与挥发油清除DPPH自由基能力呈正相关，另有12个成分与挥发油还原 Fe^{3+} 能力呈正相关。其中，苍术酮在DPPH法、FRAP法2种抗氧化试验中都具有显著正相关性。对苍术酮进行体外抗氧化活性测定结果发现，苍术酮对DPPH的清除能力及对 Fe^{3+} 的还原能力均随着浓度的升高而增大。由此可见，白术挥发油的抗氧化作用是由苍术酮为主导，并结合其他多种化合物共同作用的结果。

本研究首次采用GC-MS指纹图谱与抗氧化活性结合的方式来研究白术挥发油的主要活性成分，为白术饮片的质量全面控制提供实验基础。根据本课题组前期工作研究^[20]，苍术酮在白术储藏、炮制等加工过程中发生含量变化。因此在接下来的研究中课题组将进一步考察炮制工艺对挥发油抗氧化活性的影响。

REFERENCES

- [1] 中国药典. 一部[S]. 2015: 103.
- [2] 李雯, 尹华. 白术化学成分的药理作用研究进展[J]. 海峡药
学, 2012, 24(3): 9-11.
- [3] WU M, HAN D, GUO L Q. Ultrasonic-assisted extraction and
antioxidant activities of polysaccharides from *Atractylodes*
macrocephala [J]. Food Res Dev(食品研究与开发), 2015,
36(21): 42-44.
- [4] LIN X, ZHANG L D, LIAO X M, et al. Study on extraction of
total flavonoids from *Atractylodes macrocephala* koidz and
antioxidative activity [J]. Guangzhou Chem Ind(广州化工),
2015, 43(7): 72-74.
- [5] ZHAO L J, WANG B, QIAO Y, et al. Chemical constituents
and their antioxidant activities *in vitro* of volatile oil from
leaves of *Cymbopogon Citratus* [J]. Chin Tradit Pat Med(中成
药), 2016, 38(4): 841-845.
- [6] BI S F, REN H F, CHEN W J, et al. Chemical constituents of
volatile oil from fruits of *Lonicera japonica* and its antioxidant
activity *in vitro* [J]. Chin Tradit Pat Med(中成药), 2015, 37(5):
1021-1025.
- [7] XU J J, LU J Q, LI X S, et al. Study on spectrum-effect
relationship between fingerprints of essential oil from
Shennong Xiangju and the *in vitro* antioxidant activities [J].
Chin J Pharm Anal(药物分析杂志), 2016, 36(10): 1823-1830.
- [8] WANG C C, CHEN L G, YANG L L. Cytotoxic activity of
sesquiterpenoids from *Atractylodes ovata* on leukemia cell
lines [J]. Planta Med, 2002, 68(3): 204-208.
- [9] XIE F, SAKWIWATKUL K, ZHANG C R, et al. *Atractylodes*
macrocephala Koidz. polysaccharides enhance both serum
IgG response and gut mucosal immunity [J]. Carbohydr Polym,
2013, 91(1): 68-73.
- [10] GAO Q, JI Z H, YANG Y, et al. Neuroprotective effect of
Rhizoma *Atractylodes macrocephala* against excitotoxicity-
induced apoptosis in cultured cerebral cortical neurons [J].
Phytother Res, 2012, 26(4): 557-561.
- [11] GUO L, SUN Y L, WANG A H, et al. Effect of
polysaccharides extract of rhizoma *atractylodis macrocephala*
on thymus spleen and cardiac indexes, caspase-3 activity ratio,
Smac/DIABLO and HtrA2/Omi protein and mRNA expression
levels in aged rats [J]. Mol Biol Rep, 2012, 39(10): 9285-9290.
- [12] LUO H Y, HUANG Y H. Protective effect of *Angelicae*
Sinensis Radix volatile oil on acute myocardial ischemic injury
in mice [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学),
2016, 33(2): 159-162.
- [13] YANG X L, GENG J, QIU D J, et al. Effects of *Lycium*
ruthenicum Murr. aqueous extract on oxidative stress induced
by exercise fatigue [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应
用药学), 2018, 35(10): 1494-1497.
- [14] LU Y, TAO H Y, YANG X W. GC-MS Analysis of volatile
oil components of *Atractylodes Rhizome* and *Atractylodes*
Rhizome [J]. Chin J Pharm Anal(药物分析杂志), 2013, 33(7):
1210-1217.
- [15] OUYANG Z, ZHANG L, ZHAO M, et al. Identification and
quantification of sesquiterpenes and polyacetylenes in
Atractylodes lancea from various geographical origins using
GC-MS analysis [J]. Rev Bras Farmacogn, 2012, 22(5):
957-963.
- [16] LI C Q, YAO C, ZHU R Y, et al. Study on Antioxidant
spectrum-effect relationship of Chinese medicine *Ligustrum*
lucidum based on DPPH, ABTS and FRAP [J]. Chin J Chin
Med(中国中药杂志), 2016, 41(9): 1670-1677.
- [17] XU J J, LIU B. Study on Antioxidation spectrum-effect
relationship of peppermint medicine based on DPPH and
FRAP method [J]. J Beijing Univ Trad Chin Med(北京中医药
大学学报), 2015, 38(6): 405-410.
- [18] LI J K, LI F, XU Y, et al. Chemical composition and
synergistic antioxidant activities of essential oils from
Atractylodes macrocephala and *Astragalus membranaceus* [J].
Nat Prod Commun, 2013, 8(9): 1321-1324.
- [19] ZHANG Z, FENG G S. Application of variable importance for
projection in the variables selection [J]. Mod Pre Med(现代预
防医学), 2012, 39(22): 5813-5815.
- [20] FEI Y, WANG N N, LI H Y, et al. Study of processing
technology influence on *Atractylodes macrocephala* by
analysis of volatile oil compositions and atractylenolides
contents [J]. Chin Arch Tradit Chin Med(中华中医药学刊),
2016, 34(2): 418-421.

收稿日期: 2018-08-14

(本文责编: 沈倩)