

羌活挥发油的 2种提取工艺研究

蒋合众^{1,2},李 芬¹,胡 凯¹,马超英¹ (1. 西南交通大学生命科学与工程学院, 四川成都 610031; 2. 中国科学院昆明植物所植物化学与西部植物资源持续利用国家重点实验室, 云南昆明 650204)

摘要 [目的]研究水蒸气蒸馏法(SD)和超临界 CO₂ 萃取法(SFE-CO₂)提取羌活挥发油的工艺条件。[方法]采用超临界萃取和水蒸气蒸馏法提取,通过正交试验,考察最佳提取工艺。[结果]结果表明,水蒸气蒸馏最佳工艺条件是:加水量 12倍、回流时间 8 h 粒度为粗粉,提取率为 1.094%;超临界萃取最佳条件是:压力 20 MPa 温度 40℃、时间 4 h 萃取率为 7.76%,为前者的 7.1倍。[结论]超临界萃取法工艺优于水蒸气蒸馏法。
关键词 羌活;挥发油;水蒸气蒸馏;超临界萃取;工艺
中图分类号 S567.23.9 **文献标识码** A **文章编号** 0517-6611(2008)35-15539-02

Study on Techniques of Extracting the Volatile Oils from *Notopterygium incisum* Ting ex H. T. Chang by Two Methods
JIANG He zhong et al (School of Life Science and Engineering Southwest Jiaotong University, Chengdu, Sichuan 610031)
Abstract [Objective] The research aimed to study the technique of extracting the volatile oils from *Notopterygium incisum* Ting ex H. T. Chang by supercritical carbon dioxide(SFE-CO₂) and steam distillation(SD). [Method] The orthogonal experiments were used to choose the optimal conditions, and the SFE-CO₂ and SD were used. [Result] The results indicated that the optimal conditions of SD were 12 times of water time of 8 hours and graininess coarse, the yield of the volatile oils was 1.094%; SFE-CO₂ were pressure of 20 MPa, temperature of 40℃ and time of 4 hours, the yield was 7.76%, which was 7.1 times of SD. [Conclusion] The extraction technique by SFE-CO₂ is better than SD.
Key words *Notopterygium incisum* Ting ex H. T. Chang; Volatile oils; SD; SFE-CO₂; Technique

羌活为伞形科植物羌活(*Notopterygium incisum* Ting ex H. T. Chang)或宽叶羌活(*Notopterygium forbesii* Boiss.)的干燥根茎及根,分布于青海、四川、云南、甘肃一带,具有散寒、祛风、除湿和止痛的功效,用于风寒感冒头痛,风湿痹痛,肩背酸痛。其主要有效成分是挥发油和香豆素类化合物^[1]。笔者采用超临界 CO₂ 萃取法和水蒸气蒸馏法提取羌活中的总挥发油,并采用正交设计试验选取最佳提取工艺。

1 材料与方法

1.1 材料 5+1升超临界 CO₂ 萃取装置(四川德阳四创科技有限公司),水蒸气蒸馏装置,FE130型药物粉碎机(江苏泰州第二制药机械厂)。所用试剂均为分析纯;CO₂ 为食品级(峨眉山涌鑫气体公司提供);羌活药材购自峨眉仙山医药科技发展有限公司,产地为四川,经鉴定为伞形科植物羌活。

1.2 方法

1.2.1 正交试验设计。预试验表明,影响超临界萃取羌活挥发油的主要因素为压力、温度和萃取时间;而水蒸气蒸馏提取羌活挥发油的主要影响因素为加水量、回流时间和粒度。该试验以 L₉(3⁴)正交设计,超临界萃取固定药材粒度为 14目、药材投料量 150 g 以萃取压力、温度和时间为因素(表 1)。水蒸气蒸馏每次取药材粉 50 g 提取前将药材充分浸润,以加水量、回流时间和粒度为因素(表 2)。

表 1 超临界萃取正交试验因素水平
Table 1 Levels and factors of the orthogonal test of supercritical fluid extraction

水平	压力//MPa(A)	温度//℃(B)	萃取时间//h(C)
Level	Pressure	Temperature	Extraction time
1	15	30	2
2	20	40	3
3	25	50	4

基金项目 西南交通大学青年教师科研起步项目资助(2007Q033)。
作者简介 蒋合众(1980-),男,重庆铜梁人,在读博士,讲师,从事制药工程的教学与研究。

收稿日期 2008-10-13

表 2 水蒸气蒸馏正交试验因素水平
Table 2 Levels and factors of the orthogonal test of steam distillation extraction

水平	加水量//倍(D)	回流时间//h(E)	粒度(F)
Level	Water addition	Reflux time	Granularity
1	8	4	粗粉 Meal
2	10	6	中粉 Intermediate powder
3	12	8	细粉 Granule

1.2.2 试验操作。

1.2.2.1 超临界萃取。取羌活样品粉末 150 g 投入 1 L 萃取釜中,按表 1 中设定的工艺参数萃取,分离釜压力为 5.5~6.0 MPa,温度与萃取釜相同,调节 CO₂ 流量为 25.00 L/h,待萃取釜压力达到设定压力后,先静态萃取 0.5 h,再动态萃取至设定时间。

1.2.2.2 水蒸气蒸馏提取。取羌活样品粉末 50 g 参照 2005 年版中国药典一部的方法用水蒸气蒸馏法提取挥发油。

2 结果与分析

2.1 超临界萃取对羌活挥发油提取的影响 萃取物均为浅黄色膏状物,带羌活特有的药材香味。采用重量法,以萃取物得率为指标,结果见表 3。

根据极差大小,由表 3 可知,影响因素最大的是温度,其次是压力,最小的是萃取时间。由此可以确定各因素较优的水平组合为 A₂B₂C₃,即压力 20 MPa,温度 40℃,时间 4 h。

2.2 水蒸气蒸馏对羌活挥发油提取的影响 提取物为黄色油状液体,带羌活特有的药材香味。采用重量法,以挥发油得率为指标,试验结果见表 4。

根据极差大小,由表 4 可知,影响因素最大的是粒度,其次是加水量,最小的是回流时间。由此可以确定各因素较优的水平组合为 A₃B₃C₁,即加水量 12 倍、回流时间 8 h,粒度为粗粉。

2.3 验证试验 按确定的最佳工艺条件分别重复 3 次超临界萃取和水蒸气蒸馏试验进行验证试验,超临界萃取羌活挥

发油得率平均值为 7.76%, 水蒸气蒸馏提取挥发油得率平均 值为 1.094%, 表明试验所确定的最佳工艺条件较符合实际。

表 3 超临界萃取正交试验结果
Table 3 Result of orthogonal test of supercritical fluid extraction

序号 Code	A	B	C	萃取率// % Extraction rate	序号 Code	A	B	C	萃取率// % Extraction rate
1	15	30	2	5.54	8	25	40	2	5.98
2	15	40	3	5.68	9	25	50	3	6.06
3	15	50	4	5.76	K_1	16.98	16.89	17.32	
4	20	30	3	5.83	K_2	19.12	19.15	17.57	
5	20	40	4	7.49	K_3	17.56	17.62	18.77	
6	20	50	2	5.80	R	2.14	2.26	1.45	
7	25	30	4	5.52					

注: 数据为 3 次重复的平均值。下同。
Note Data are the mean values of three repeats The same as follows

表 4 水蒸气蒸馏提取正交试验结果
Table 4 Result of orthogonal test of steam distillation extraction

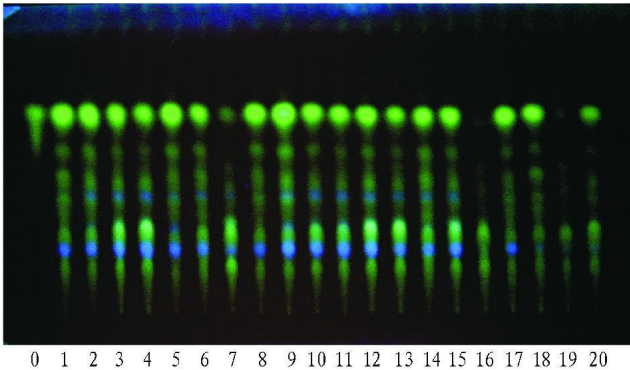
序号 Code	D	E	F	得率// % Yield	序号 Code	D	E	F	得率// % Yield
1	8	4	粗粉 Meal	1.031	8	12	6	粗粉 Meal	1.055
2	8	6	中粉 Intermediate powder	0.913	9	12	8	中粉 Intermediate powder	0.998
3	8	8	细粉 Granule	0.822	K_1	2.77	2.79	3.15	
4	10	4	中粉 Intermediate powder	0.899	K_2	2.81	2.82	2.81	
5	10	6	细粉 Granule	0.853	K_3	2.91	2.88	2.53	
6	10	8	粗粉 Meal	1.060	R	0.14	0.09	0.62	
7	12	4	细粉 Granule	0.856					

3 小结

该研究由正交试验产物得率结果确定, 超临界萃取羌活挥发油最佳工艺条件为: 萃取压力 20MPa 温度 50℃、时间 4 h 水蒸气蒸馏提取羌活挥发油最佳工艺条件为: 加水量 12 倍、回流时间 8 h 粒度为粗粉。该试验最佳工艺中超临界萃

取得率是水蒸气蒸馏得率的 7.1 倍, 超临界 CO₂ 萃取法优于水蒸气蒸馏法。
参考文献
[1] 李智勇, 张兴水, 王军练. 羌活的研究进展 [J]. 陕西中医学院学报, 2003, 26(6): 56- 59

(上接第 15528 页)



注: 0 为蒙花苷对照品, 1~ 19 为野菊花样品, 20 为野菊花对照药材。
Note 0 Linarin of the CK; 1- 19 Samples of Flos Chrysanthemi indicum; 20 CK of Chrysanthemi indicum.

图 1 野菊花 TLC 图谱

Fig 1 TLC pattern of Chrysanthemi indicum

3 讨论

以野菊花对照药材和蒙花苷对照品双重对照的 TLC 鉴别方法的鉴别专属性大大提高, 薄层层析色谱所提供的质量信息也更加丰富。试验对传统的显色方法进行了改进, 取得了较好的显色效果。

参考文献

[1] 《全国中草药汇编》编写组. 全国中草药汇编 (上册) [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1975: 789- 790
[2] 北京市野菊花协作组. 野菊花制剂临床观察. 附 - 454 例疗效分析 [J]. 中药通报, 1983, 8(4): 39- 40
[3] 北京第六制药厂. 野菊花药理研究及临床观察 [J]. 中药通报, 1985, 10(7): 45- 46