文章编号：1009 – 038X(2003)01 – 0090 – 03

莪术挥发油的提取工艺和主要成分测定

冯 磊， 陶文沂， 敖宗华， 尹光耀
（江南大学 生物工程学院，江苏 无锡 214036）

摘 要：用水蒸气蒸馏法提取莪术挥发油，通过正交试验设计法优选获取莪术挥发油的技术参数，结果表明，以药材粗粉为原料，按 m（药材）：m（水）= 1∶8 加水，蒸馏 8 h，药材出油得率平均可达 2.51%，该工艺稳定、可靠．莪术挥发油的 GC-MS 分析确定其主要成分为倍半萜类化合物．

关键词：莪术；挥发油；提取工艺；正交设计
中图分类号：R 284　　**文献标识码**：A

Extracting Technique for Volatile Oil from *Rhizoma curcumae* and Determination of Main Components

FENG Lei， TAO Wen-yi， AO Zong-hua， YIN Guang-yao
（School of Food Science and Technology，Southern Yangtze University，Wuxi 214036，China）

Abstract：The method of steam distillation was carried out to extract the volatile oil from *Rhizoma curcumae*. The extraction process was optimized by orthogonal design. The best condition was：using *Rhizoma curcumae* rough powder as raw material，adding 8 folds of water，and extracting for 8 hours. This optimized process was stable and highly efficient，and the average extract rate of the volatile oil was about 2.51%. The main compounds of volatile oil were Sesquiterpenes which was identified by GC-MS.

Key words：*Rhizoma curcumae*；volatile oil；extraction process；orthogonal design

药用莪术为姜科植物蓬莪术 *Curcuma phaeocaulis* Val.、广西莪术 *Curcuma kwangsiensis* S. G. Lee et C. F. Liang 或温郁金 *Curcuma wenyujin* Y. H. Chen et C. Ling 的干燥根茎，后者习称“温莪术”．中医药理论认为，其有行气破血、消积止痛之功效[1]．现代药理学研究表明，莪术挥发油具有直接抑制、破坏癌细胞，增强免疫激活，调节免疫反应，升白等作用，是莪术治疗肿瘤的有效物质基础[2～5]．与许多化学抗肿瘤药物相比，莪术提取物无致突变性，在临床应用中是安全可靠的抗肿瘤中药[6]．有鉴于此，实验采用水蒸气蒸馏法对莪术中主要有效成分挥发油的提取工艺进行优选，作为莪术挥发油制备的科学依据．

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料 莪术药材购自浙江温州，经南京中医药大学中药学院陈建伟教授鉴定为姜科植物温郁金 *Curcuma wenyujin* Y. H. Chen et C. Ling 的干燥根茎．

收稿日期：2002 – 05 – 10； 修回日期：2002 – 06 – 26．
基金项目：无锡市科委资助项目（CS200110025）．
作者简介：敖宗华（1974 – ），男，江苏无锡人，生物工程硕士研究生．

1.1.2　仪器与试剂　FA1004 型电子天平:上海精科天平仪器厂制造;调温加热器:上海电理仪器厂制造;Finnigan Trace MS 气质联用仪:美国 Finnigan 公司制造;挥发油测定器及回流冷凝装置一套.本实验所用试剂均为分析纯.

1.2　莪术挥发油的提取与测定方法

莪术原药材经适当粉碎,称取 50.00 g,将药粉与相应倍量的水置于 1 000 mL 烧瓶中,加入玻璃珠数粒,振摇混匀,浸泡过夜,连接挥发油测定器与回流冷凝管.自冷凝管上端加水使充满挥发油测定器的刻度部分,并溢流入烧瓶时为止.置电热套中缓缓加热至沸,并保持微沸规定时间;停止加热,放置片刻,开启测定器下端的活塞,将水缓缓放出.接受挥发油于梨形分液漏斗中,用少许乙醚萃取数次,低温挥净乙醚,用减重法称挥发油.

1.3　提取实验设计

选用莪术为原料,实验方法同 1.2,根据预备单因子实验的结果,选取对提取结果有较大影响的加水量、蒸馏时间、粉碎度等三因素及其相对应的 3 个水平为工艺考察对象,以莪术挥发油的提取量(g)为指标,运用 $L_9(3^4)$ 正交实验设计表,设计下列三因素三水平 9 次实验(见表 1).

表 1　因素水平

Tab.1　Factors and levels in orthotropic experiments

水平	因素		
	加水质量倍数 (A)	蒸馏时间/h (B)	粉碎度 (C)
1	8	6	生饮片
2	10	8	10 目粉
3	12	10	30 目粉

1.4　莪术挥发油的 GC-MS 分析

将实验所得的莪术挥发油进行 GC-MS 分析,并通过计算机与 NIST 和 WILLY 质谱库提供的标准质谱图相对照.

色谱条件:OV1701 毛细管色谱柱,柱长 30 m,内径 0.25 mm,液膜厚度 0.25 μm,载气为 He,进样口温度 250 ℃,起始柱温 50 ℃,以 10 ℃/min 升温至 240 ℃,保持 15 min.

质谱条件:电离方式 EI,电子能量 70 eV,离子源温度 200 ℃.

2　结果与分析

2.1　提取工艺的优化

正交实验测定结果见表 2,方差分析见表 3.以挥发油提油质量分数为考察指标,由直观分析可知,各因素对莪术挥发油提取的影响作用大小依次为 $C > B > A$.方差分析结果表明,在提取莪术挥发油的工艺中,药材的粉碎度对提油量有高度显著影响,蒸馏时间与加水量在选取的水平上则无显著影响,此两因素可任意选择.因此,为合理利用能源,考虑药厂的实际提取需要和条件,可确定蒸馏时间为 8 h,按 m(药材):m(水) = 1:8 加水.

根据正交实验结果,确定提取莪术挥发油的最佳工艺是 $A_1B_2C_3$,即药材粉碎成粗粉(过 30 目筛),加质量分数 8 倍水,蒸馏提取 8 h.

表 2　$L_9(3^4)$正交设计实验数据

Tab.2　The results of the orthotropic experiments

实验号	A	B	C	D (空列)	提油质量/g
1	1	1	1	1	0.5824
2	1	2	2	2	1.1465
3	1	3	3	3	1.2707
4	2	1	2	3	1.1034
5	2	2	3	1	1.2489
6	2	3	1	2	0.8202
7	3	1	3	2	1.1653
8	3	2	1	3	0.6058
9	3	3	2	1	1.2229
K_1	2.9996	2.8511	2.0084	3.0542	
K_2	3.1725	3.0012	3.4728	3.1320	
K_3	2.9940	3.3138	3.6849	2.9799	
R	0.1785	0.4627	1.6765	0.1521	

表 3　方差分析

Tab.3　Analysis of standard deviation

方差来源	离差平方和	自由度	均方	F 值	P	显著性
A	0.0068	2	0.0034	1.79	> 0.05	
B	0.0371	2	0.0186	9.79	> 0.05	
C	0.5555	2	0.2778	146.21	< 0.01	**
D(误差)	0.0038	2	0.0019			

注:$F_{0.05}(2,2) = 19.00$, $F_{0.01}(2,2) = 99.00$.

2.2　莪术挥发油中有效成分的测定

莪术挥发油中主含倍半萜烯类化合物,主要是莪术二酮、莪术烯、莪术醇、β-榄香烯等成分(见表 4).莪术挥发油的色谱图见图 1.

表 4 莪术挥发油主要化合物

Tab.4 The main compounds of volatile oil from *Rhizoma curcumae*

保留时间/min	化合物名称	分子式	相对质量分数/%	保留时间/min	化合物名称	分子式	相对质量分数/%
7.53	1,8-桉叶素	$C_{10}H_{18}O$	1.35	16.52	蓬莪术环二烯	$C_{15}H_{20}O$	2.05
9.25	L-芳脑醇(L-linalool)	$C_{10}H_{18}O$	0.68	16.61	异香橙烯	$C_{15}H_{24}O$	0.85
10.31	双环[2,2,1]庚烯-2-酮	$C_{10}H_{16}O$	1.06	16.71	莪术醇	$C_{15}H_{24}O_2$	5.12
10.42	龙脑	$C_{10}H_{18}O$	1.29	16.85	β-桉叶油醇	$C_{15}H_{26}O$	2.93
10.81	α-松油醇	$C_{10}H_{18}O$	0.53	16.92	荟樟甾	$C_{15}H_{26}O$	1.33
12.65	β-榄香烯	$C_{15}H_{24}$	4.72	17.39	莪术二酮	$C_{15}H_{24}O_2$	3.87
13.99	β-芹子倍半萜	$C_{15}H_{24}$	1.02	17.49	吉马酮	$C_{15}H_{22}O$	9.50
14.04	α-芹子倍半萜	$C_{15}H_{24}$	0.77	17.62	莪术二酮	$C_{15}H_{24}O_2$	2.87
14.36	莪术烯	$C_{15}H_{20}O$	10.21	17.88	莪术二酮	$C_{15}H_{24}O_2$	11.05
14.96	吉马烯	$C_{15}H_{24}$	1.01	18.11	莪术二酮	$C_{15}H_{24}O_2$	10.37
16.26	榄香烯酮	$C_{15}H_{20}O$	1.71	18.68	莪术二酮	$C_{15}H_{24}O_2$	0.57
16.44	8-乙酰甲基-3-乙酰基-1-丙基-5,6,7,8-四氢-2-苯酚	$C_{17}H_{22}O_4$	6.82				

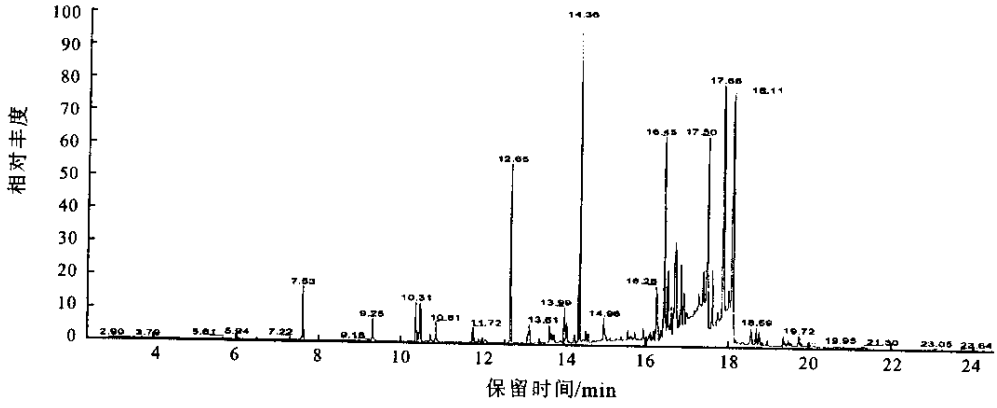

图 1 莪术挥发油的 GC-MS 色谱图

Fig.1 The GC-MS chromatogram of volatile oil from *Rhizoma curcumae*

3 结 论

1) 莪术原药材粉碎成 30 目的粗粉,按 m(药材):m(水) = 1:8 加水,蒸馏提取 8 h 的工艺可作为莪术挥发油的最佳提取工艺.此工艺条件稳定,药材平均出油率为 2.51%.

2) 根据莪术挥发油的 GC-MS 色谱图可以看出,其中主含倍半萜烯类化合物,主要是莪术二酮、莪术烯、莪术醇、β-榄香烯等成分.

3) 由于莪术中含有较多的淀粉粒,在长时间的加热蒸馏过程中易与水蒸气、挥发油一起被蒸馏出,造成提取的莪术挥发油中含有大量的泡沫,油水易形成乳浊液,难于分层,给下一步莪术挥发油的精制带来不便.莪术挥发油中主要有效成分是大量的倍半萜衍生物,加热时间过长可能引起其发生分解与转化,影响其抗癌功效.为了进一步精制莪术挥发油,减少有机溶剂的使用,尽量保证莪术挥发油有效成分的完整性,运用二氧化碳超临界萃取技术提取莪术挥发油可能解决上述问题.

参考文献:

[1] 国家药典委员会.中华人民共和国药典(2000 年版一部)[M]. 北京:化学工业出版社, 2000.230 – 231.
[2] 方洪钜,余竞光,陈毓亨,等. 我国姜黄属植物的研究[J]. 药学学报,1982,17(6):441 – 447.
[3] 满伟. 莪术油药理研究及临床应用进展[J]. 时珍国医国药,2000,11(7):663 – 664.
[4] 田颂九,梁文法. 莪术挥发油研究[J]. 药物分析杂志,1985,5(6):325 – 327.
[5] 姜建萍. 莪术抗肿瘤研究概况[J]. 吉林中医药,2000,(2):62 – 64.
[6] 李应东,李啸红,王毓美. 中药莪术拮抗致突变的初步研究[J]. 中国优生与遗传杂志,1999,7(1):22 – 23.

万方数据

(责任编辑 杨 勇)