

# 木香中去氢木香内酯和木香炔内酯提取工艺优选

周广涛, 高鹏, 戴兵, 代龙\*  
(山东中医药大学, 济南 250355)

**[摘要]** **目的:** 优选木香中去氢木香内酯和木香炔内酯的提取工艺。**方法:** 以木香炔内酯和去氢木香内酯提取率为指标, 采用单因素试验考察提取方法; 以木香炔内酯和去氢木香内酯提取率为指标, 选取乙醇体积分数、料液比、提取时间及提取次数为考察因素, 通过正交试验优选 2 种内酯的提取工艺。**结果:** 最佳提取工艺为采用乙醇温浸法, 加 6 倍量 90% 乙醇于 40 °C 温浸提取 2 次, 每次 2 h。木香炔内酯提取率 92.3%, 去氢木香内酯提取率 94.1%, 得膏率 12.7%。**结论:** 优选的提取工艺稳定可行, 木香中 2 种内酯的提取率高, 适用于工业大生产。

**[关键词]** 木香; 木香炔内酯; 去氢木香内酯; 提取工艺

**[中图分类号]** R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)02-0040-03

## Optimization of Extracting Technology of Costunolide and Dehydrocostus Lactone from *Aucklandia lappa*

ZHOU Guang-tao, GAO Peng, DAI Bing, DAI Long\*  
(Shandong University of Traditional Chinese Medicine, Ji'nan 250355, China)

**[Abstract]** **Objective:** To optimize extracting technology of costunolide and dehydrocostus lactone from *Aucklandia lappa*. **Method:** With extraction rate of costunolide and dehydrocostus as indexes, extraction method was screened by single factor test; With extraction rate of costunolide and dehydrocostus as indexes, orthogonal test was used to evaluate effect of 4 factors on extracting technology, including solid-liquid ratio, the concentration of ethanol, extraction time and times. **Result:** The best extraction method was ethanol warm immersion method,

**[收稿日期]** 20120907(016)

**[第一作者]** 周广涛, 在读硕士, 从事中药制剂工艺及质量标准研究, Tel: 13405310860, E-mail: zgt880528@163.com

**[通讯作者]** \* 代龙, 教授, 从事中药新药开发及新剂型研究, Tel: 0531-68684868, E-mail: dailongdailong@263.net

鸡骨草总黄酮提取液经大孔树脂纯化后, 纯度从原提取液的 17.95% 提高至 52.80%, 树脂纯化后总黄酮纯度提高了 2.94 倍。表明纯化效果较好。

### [参考文献]

- [1] 陈晓白, 莫志贤. 中药鸡骨草化学成分及药理性研究进展[J]. 时珍国医国药, 2008, 19(7): 79.
- [2] 张睿, 徐雅琴, 时阳. 黄酮类化合物提取工艺研究[J]. 食品与机械, 2003(1): 21.
- [3] 鲁晓翔. 黄酮类化合物抗氧化作用机制研究进展[J]. 食品研究与开发, 2012, 33(3): 220.
- [4] 黄华艺, 查锡良. 黄酮类化合物抗肿瘤作用研究进展[J]. 中国新药与临床杂志, 2002, 21(7): 428.

- [5] 马洁桃, 张岭, 王茵. 黄酮类化合物的降脂活性及其作用机制的研究进展[J]. 中国预防医学杂志, 2011, 12(4): 370.
- [6] 郭军, 凌和平, 李良俊, 等. 园艺作物黄酮类化合物研究进展[J]. 江苏农业学报, 2011, 27(2): 430.
- [7] 张旭, 王锦玉, 仝燕, 等. 大孔树脂技术在中药提取纯化中的应用及展望[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(6): 286.
- [8] 于国峰, 丁嘉信, 王超, 等. 红花总黄酮大孔树脂纯化工艺[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(3): 39.
- [9] 王跃生, 王洋. 大孔吸附树脂研究进展[J]. 中国中药杂志, 2006, 31(12): 961.

[责任编辑 仝燕]

optimum extracting technology was as follows: warm immersion extracted 2 times with 6 times the amount of 90% ethanol, respectively, extraction time of 2 hours. Extraction rate of costunolide and dehydrocostus lactone were 92.3, 94.1%, respectively, and extract yield was 12.7%. **Conclusion:** This optimized extracting technology was stable and feasible with high extraction rate of two kinds lactone from *A. lappa*, it was suitable for industrial production.

[**Key words**] *Aucklandia lappa*; costunolide; dehydrocostus lactone; extracting technology

木香性辛、苦,温,归脾、胃、大肠、三焦、胆经<sup>[1]</sup>,具有行气止痛、健脾消食的作用。木香炔内酯和去氢木香内酯为其主要有效成分<sup>[2]</sup>。目前多采用水蒸气蒸馏法、乙醇加热回流法、CO<sub>2</sub>超临界流体萃取法等进行提取<sup>[3-9]</sup>,但均存在提取率低、提取物杂质多、成本较高等缺点。本试验在预试验基础上,以得膏率、木香中去氢木香内酯和木香炔内酯提取率作为指标,采用单因素试验和正交试验法优选木香炔内酯和去氢木香内酯的提取工艺,为木香的工业生产提供试验依据。

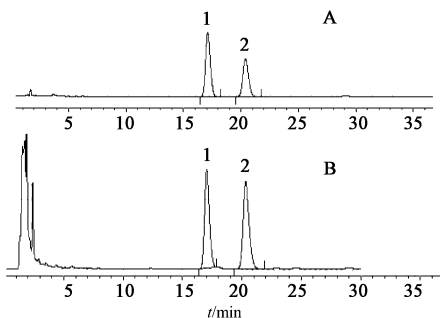
## 1 材料

LC-2010A型高效液相色谱仪(日本岛津公司),AB135-S型电子天平(瑞士梅特勒-托利多公司),JSP-200型高速多功能粉碎机(浙江永康市金穗机械制造有限公司)。木香药材购自安徽亳州中药材市场,经我校周凤琴教授鉴定为菊科植物木香 *Aucklandia lappa* Decne. 的干燥根。去氢木香内酯、木香炔内酯对照品(均购自中国药品生物制品检定所,批号分别为111525-201008,111524-201107),甲醇为色谱纯,其余试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 木香炔内酯和去氢木香内酯含量测定

**2.1.1 色谱条件** 大连依利特 ODS 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),流动相甲醇-水(65:35),柱温 30 °C,流速 1 mL · min<sup>-1</sup>,检测波长 225 nm,进样量 20 μL。见图 1。



A. 混合对照品; B. 供试品; 1. 木香炔内酯; 2. 去氢木香内酯

图 1 木香 HPLC

**2.1.2 标准曲线的绘制** 精密称定木香炔内酯 10.08 mg 和去氢木香内酯 10.21 mg 至 10 mL 量瓶中,加甲醇定容至刻度。精密量取上述对照品溶液各 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 1.0 mL, 分别置于 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀。按 2.1.1 色谱条件进样,以木香炔内酯和去氢木香内酯进样量为横坐标,峰面积积分值为纵坐标,得回归方程  $Y_{\text{木香炔内酯}} = 978\ 820X + 217$  ( $r = 0.999\ 9$ ),线性范围 0.202 ~ 2.02 μg;  $Y_{\text{去氢木香内酯}} = 753\ 652X - 5\ 731.1$  ( $r = 0.999\ 7$ ),线性范围 0.201 ~ 2.01 μg。

**2.2 提取方法考察** 称取木香粗粉 3 份,每份 100 g(过 20 目筛),分别采用水蒸气蒸馏法(12 倍量水提取 6 h)、乙醇加热回流法(10 倍量 90% 乙醇加热回流 2 h)和乙醇温浸提取法(10 倍量 90% 乙醇 40 °C 温浸 2 h)提取。结果去氢木香内酯提取率分别为 9.12%, 89.27%, 88.16%; 木香炔内酯提取率分别为 0.86%, 87.96%, 84.80%; 得膏率依次为 0.8%, 23.6%, 13.4%。故采用乙醇温浸法进行提取。

**2.3 乙醇温浸提取工艺优选** 选取乙醇体积分数、溶媒倍量、提取时间及提取次数为考察因素,称取木香粗粉(过 20 目筛)9 份,每份 100 g,按表 1 设计的条件进行温浸提取,滤过,合并滤液,分别精密量取各滤液 5 mL 于 100 mL 量瓶中,加甲醇定容至刻度,摇匀,滤过,取续滤液按 2.1.1 色谱条件进行测定。试验安排及结果见表 2,方差分析见表 3。

表 1 木香乙醇温浸提取工艺正交试验因素水平

水平	A 乙醇体积 分数/%	B 料液比 /倍	C 提取时间 /h	D 提取数 /次
1	70	6	1	1
2	80	8	1.5	2
3	90	10	2	3

以去氢木香内酯提取率为指标,各因素对提取工艺影响顺序为  $A > C > D > B$ ,直观分析表明最佳提取工艺为  $A_3B_1C_3D_3$ 。以极值最小的 B 因素为误差项进行方差分析,显示因素 A 对提取工艺的影响

表 2 木香乙醇温浸提取工艺正交试验安排 %

No.	A	B	C	D	去氢木香内酯	木香烃内酯
1	1	1	1	1	63.7	60.9
2	1	2	2	2	65.3	62.7
3	1	3	3	3	72.6	70.8
4	2	1	2	3	84.8	83.6
5	2	2	3	1	83.7	82.5
6	2	3	1	2	80.3	78.7
7	3	1	3	2	93.6	92.5
8	3	2	1	3	90.8	88.9
9	3	3	2	1	87.6	85.8
去氢木香内酯	$K_1$	201.60	242.10	234.80	235.00	
	$K_2$	248.80	239.80	237.70	239.20	
	$K_3$	272.00	240.50	249.90	248.20	
	$R$	23.47	0.77	5.03	4.4	
木香烃内酯	$K_1$	194.40	237.00	228.50	228.20	
	$K_2$	244.80	232.10	232.10	234.90	
	$K_3$	266.20	236.30	244.80	242.30	
	$R$	23.93	1.63	5.43	7.70	

表 3 提取工艺方差分析

指标	方差来源	SS	f	F	P
去氢木香内酯	A	858.027	2	925.930	<0.01
	C	42.807	2	46.190	<0.05
	D	30.320	2	32.720	>0.05
	B(误差)	0.927	2	1.00	
木香烃内酯	A	926.862	2	654.770	<0.01
	C	55.549	2	39.240	<0.05
	D	34.362	2	24.270	>0.05
	B(误差)	1.416	2	1.00	

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

具有极显著性差异，因素 C 有显著性影响，因素 D 无显著差异。确定最佳提取工艺为  $A_3B_1C_3D_3$ ，即加 6 倍量 90% 乙醇温浸提取 3 次，每次 2 h。以木香烃内酯提取率为指标，结果与去氢木香内酯一致。综合考虑工业成本、耗能等因素，确定最佳提取工艺为  $A_3B_1C_3D_2$ ，即加 6 倍量 90% 乙醇温浸提取 2 次每次 2 h。

**2.4 验证试验** 按优选的提取工艺进行 3 次验证试验，结果去氢木香内酯提取率分别为 92.9%，93.5%，94.1%；木香烃内酯提取率分别为 90.8%，92.3%，93.1%。证实优选的提取工艺合理、可行。

### 3 讨论

预试验时对温浸提取温度 25, 30, 40, 50, 60 °C 进行了考察，结果随温度的升高，去氢木香内酯和木香烃内酯的提取率增高，但 40 °C 时 2 种内酯提取率均已 >90%，考虑到工业耗能等因素，故选择 40 °C 作为木香温浸提取的最佳温度。

去氢木香内酯和木香烃内酯是木香行气止痛、健脾消食的主要有效成分。经证实，水蒸气蒸馏法对 2 种内酯的提取率极低，特别是木香烃内酯，基本不能被提取出来，对水蒸气蒸馏后药渣进行甲醇超声，超声液经 HPLC 发现 2 种内酯大部分仍存在于药渣中，同时证实了 2 种内酯为非挥发性成分。乙醇加热回流法对 2 种内酯提取率较高，但由于热提取，很多杂质成分同时被提取出来，得膏率较高，不能满足去粗取精的目的，为后续除杂工艺带来了麻烦。

本试验所提供的乙醇温浸提取木香内酯尚未见有相关文献报道，该工艺操作简便易行，木香中 2 种内酯提取率高，且杂质成分溶出较少，相较于乙醇加热回流法提取木香内酯工业耗能更低，大生产更容易实现，为木香内酯的工业化生产提供试验依据。

### [参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 57.
- [2] 魏华, 彭勇, 马国需, 等. 木香有效成分及药理作用研究进展[J]. 中草药, 2012, 43(3): 613.
- [3] 郭宇洁, 闫小平, 郑蕊, 等. 肉豆蔻、煨木香和陈皮挥发油的提取与包合工艺研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(7): 4.
- [4] 金蕾. 陈皮和木香挥发油的提取与包合研究[J]. 药学实践杂志, 2008, 26(3): 206.
- [5] 王刚, 侯志飞, 相会欣, 等. 祁木香提取工艺优选[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(9): 26.
- [6] 刘俊红, 李康华, 伍孝先. 提取木香中木香烃内酯及去氢木香内酯影响因素的初步研究[J]. 时珍国医国药, 2009, 20(12): 3013.
- [7] 卢智玲. 正交实验法优选六味木香片的醇提工艺[J]. 时珍国医国药, 2007, 18(4): 915.
- [8] 宋应华, 郁威. 超临界 CO<sub>2</sub> 萃取木香挥发油的实验研究及数值模拟[J]. 重庆工商大学学报, 2010, 27(3): 276.
- [9] 易海燕, 何桂霞, 郭建生, 等. 超临界 CO<sub>2</sub> 萃取和水蒸气蒸馏法提取木香挥发油的比较研究[J]. 湖南中医药大学学报, 2010, 30(1): 34.

[责任编辑 全燕]