

微波辅助提取木香有效成分的研究

刘俊红*, 李隼华, 伍孝先
(天津市南开医院, 天津 300100)

[摘要] 目的:微波提取优选木香有效成分的最佳工艺条件。方法:采用正交试验法,通过高效液相法测定其指标成分木香烯内酯和去氢木香烯内酯,对微波提取木香有效成分的各影响因素进行考察。结果:优选木香提取工艺为微波功率 400 W,以 60% 乙醇 4 倍量提取 4 次,每次 20 min。结论:表明微波的提取时间短,能耗低,提取效率高,优于常规回流提取方法。

[关键词] 木香;木香烯内酯;去氢木香内酯;微波提取

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)11-0045-03

Extraction of Effective Compounds from *Aucklandia lappa* with Microwave-assisted Extraction

LIU Jun-hong*, LI Di-hua, WU Xiao-xian
(Tianjin Nankai Hospital, Tianjin 300100, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize the technological conditions for effective compounds of *Aucklandia lappa* by microwave-assisted extraction. **Method:** The microwave extract technology was chosen and optimized by an orthogonal test. The contents of costunolide and dehydrocostuslactone were determined by HPLC. Each influence factor of effective component of *A. lappa* by the microwave-assisted extraction was observed. **Result:** The best extraction was obtained with 400 W as the microwave power. Four volume of ethyl alcohol (60%) extracted for four times and each extract last 20 minutes. **Conclusion:** The microwave extraction technique is better than backflow extraction method. with high efficiency and short extraction time.

[Key words] *Aucklandia lappa*; costunolide; dehydrocostuslactone; microwave-assisted extraction

木香辛散、苦降、温通,为行气止痛之要药,且能健脾和胃,临床多用于脾胃气滞所致的食欲不振、食积不化、脘腹胀痛等症,是我院用于急腹症方剂常用中药。木香中的化学成分以倍半萜和倍半萜内酯居多,也是其重要的活性成分,具有解痉、松弛平滑肌的作用^[1];能保护胃黏膜,抑制溃疡的发生^[2]。

微波提取是一项新兴技术,具有加热升温快、能耗低、选择性等特点,其在中药有效成分提取中的应用发展很快。本文以木香烯内酯、去氢木香内酯

为指标,先用单因素试验对木香的微波提取工艺进行初步筛选,再设计多因素正交试验法进行优化,运用高效液相色谱法测定 2 种指标成分的含量,探索微波技术在提取木香工艺中的应用,为微波提取木香的工业化生产提供实验数据。

1 材料

SSI PC2000 型高效液相色谱仪(美国科学系统公司), EZChrom Elite Client/Server 色谱工作站, ORWO8S-2C 型微波萃取设备(南京澳润微波科技有限公司), KQ-100KDB 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);1/10 万电子天平(Sartorius BP211)。

木香烯内酯(批号 111524-200503)和去氢木香内酯(批号 111525-200505)均由中国药品生物制品检定所提供;甲醇为色谱纯,水为双蒸水,其余试剂均为分析纯。

[收稿日期] 2010-01-19

[基金项目] 天津市卫生局中医、中西医结合基金资助项目(07017)

[通讯作者] *刘俊红,副研究员,从事中药药理学研究, Tel: 13920816763, E-mail: niebq@yahoo.com.cn

木香购自安国市隆联中药饮片有限公司,为菊科植物木香 *Aucklandia lappa* Decne. 的干燥根,由天津中医药大学黄石渠教授鉴定。

2 方法及结果

2.1 木香炔内酯、去氢木香内酯总含量测定

2.1.1 色谱条件 色谱柱 TEDAChromC₁₈ ODS(4.6 mm×250 mm,5 μm);流动相甲醇-水(130:70);流速 1.0 mL·min⁻¹;检测波长 225 nm;柱温 35 ℃;进样量 10 μL;在该色谱条件下,木香炔内酯和去氢木香炔内酯可达到基线分离,理论塔板数不低于 5 000。

2.1.2 对照品溶液的制备 分别精密称取木香炔内酯对照品、去氢木香内酯对照品适量,加甲醇溶解定容,制成质量浓度为 1 g·L⁻¹ 的对照品储备液。分别精密吸取储备液 1 mL 混合于 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,制成对照品混合液。

2.1.3 线性关系考察 精密吸取对照品混合溶液 2,4,6,12,16,20 μL,分别注入高效液相色谱仪,测定峰面积值,以进样量(μg)对峰面积进行回归。木香炔内酯回归方程为 $Y = 2.01313 e - 006X + 0.04070, r = 0.9997$;在 0.3124 ~ 3.124 μg 峰面积 Y 与其进样量 X (μg)呈良好的线性关系。去氢木香内酯回归方程为 $Y = 1.06131 e - 006X + 0.0163697, r = 0.9999$;在 0.2128 ~ 2.128 μg 峰面积 Y 与其进样量 X (μg)呈良好的线性关系。

2.1.4 精密度和稳定性试验 取同一浓度的对照品溶液连续进样 5 次,以木香炔内酯和去氢木香内酯峰面积计算,精密度 RSD 分别为 0.29% 和 0.85%。在 0,1,3,5,7,9 h 的时间段进样,木香炔内酯和去氢木香内酯在 9 h 内稳定,RSD 分别为 1.52% 和 1.46%。

2.1.5 供试品溶液的制备 精密吸取木香提取液 5 mL,置入 25 mL 量瓶中,加乙醇稀释至刻度,摇匀,过 0.45 μm 微孔滤膜。

2.2 微波提取

2.2.1 单因素筛选 在固定其他条件下,分别筛选了提取时间、提取次数、乙醇倍量、提取功率。其中微波提取功率选择 400 W,600 W,800 W,结果三者差异不大,选择 400 W。提取次数影响显著,木香炔内酯和去氢木香内酯总含量提取 2 次为 15.078 mg·g⁻¹,提取 3 次为 27.400 mg·g⁻¹,提取 4 次为 32.138 mg·g⁻¹。

2.2.2 正交试验优选 为了进一步优化提取条件,根据单因素试验结果,选取了 4 个因素乙醇浓度(A)、乙醇倍量(B)、提取时间(C)、提取次数(D),因素水平设计见表 1,采用 L₉(3⁴)进行了正交试验。

表 1 木香正交试验因素水平

因素水平	A	B	C	D
1	40	4	10	2
2	60	6	20	3
3	80	8	30	4

称取木香饮片 150 g,每组 2 份平行,共 18 份,按照正交试验表 L₉(3⁴)中每次试验编号对应行的试验条件进行试验,微波功率 400 W 提取,滤过,药液合并,称量体积。按上述含量测定方法 2.1 测定,结果见表 2 所示。

表 2 木香提取正交试验表 L₉(3⁴)

No.	因素				木香炔内酯与去氢木香内酯总含量/mg·g ⁻¹
	A/%	B	C/min	D/次	
1	40	4	10	2	9.973 5
2	40	6	20	3	25.376 5
3	40	8	30	4	32.806 8
4	60	4	20	4	34.400 0
5	60	6	30	2	28.822 5
6	60	8	10	3	19.372 8
7	80	4	30	3	25.643 0
8	80	6	10	4	29.348 8
9	80	8	20	2	22.564 5
I	68.156 8	70.016 5	58.695 1	61.360 5	
II	82.595 3	83.547 8	82.341 0	70.392 3	
III	77.556 3	74.744 1	87.272 3	96.555 6	
I/3	22.718 9	23.338 8	19.565 0	20.453 5	
II/3	27.531 8	27.849 3	27.447 0	23.464 1	
III/3	25.852 1	24.914 7	29.090 8	32.185 2	
R	4.812 9	4.510 5	9.525 8	11.731 7	

根据上述直观分析,结果木香提取的影响因素的主次分别为 $D > C > A > B$,最佳工艺条件为 A₂B₂C₃D₃,即为 60% 乙醇 6 倍量,提取 4 次,各 30 min。由于 4 个因素均没有显著性差异,为了节约成本,在乙醇浓度及提取次数不变的情况下,继续考察溶媒量及提取时间。

排除系统误差原因,最后确定微波提取工艺条件为 60% 乙醇 4 倍量,功率 400 W,提取 4 次,各 20 min。

表 3 提取时间和溶媒量对提取效果的影响

乙醇倍量	提取时间 /min	木香羟内酯与去氢木香内酯总含量/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$
6	20	35.326
	30	35.006
4	20	34.400
	30	35.038

2.3 微波辅助提取与回流提取的比较 按试验得到的微波辅助提取最佳工艺条件进行木香的提取试验,并与加热回流提取试验进行对比,结果见表 4 所示,色谱图见图 1。

表 4 微波辅助提取与回流提取结果对比

提取方式	乙醇倍量	提取时间 /min	木香羟内酯、去氢木香内酯总含量/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$
微波辅助提取	16	80	34.40
回流提取	16	240	34.52

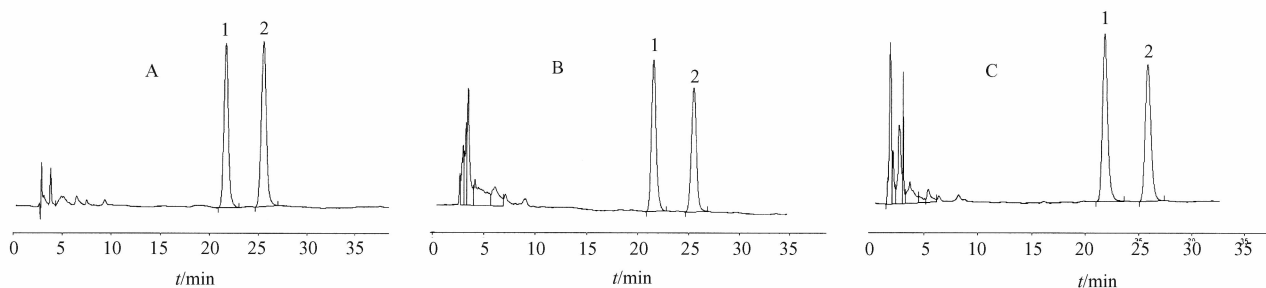


图 1 对照品(A)回流提取(B)微波提取(C)的比较

1. 木香羟内酯; 2. 去氧木香内酯

剂迅速升温,使其细胞内部压力超过细胞壁膨胀承受能力,细胞破裂,细胞内有效成分自由流出,在较低的温度条件下萃取介质捕获并溶解^[3]。与传统热提取相比,微波萃取具有高效,高选择性,节能、省时,溶剂用量少,产率高,重复性好,产品质量稳定,可有效保护物料中的功能成分等优点。

对于固定容积的微波设备,由于微波辐射的能量是一定的,随着受试物质量的大小变化,对提取时间影响显著。比如同一微波功率,如果加入药物质量分别为 10 g 和 100 g,那么前者的提取时间要远远低于后者。无论是微波辅助提取与回流提取,还是不同规格的微波设备,其所用乙醇浓度与乙醇用量

木香微波辅助提取与回流提取相比,所用乙醇浓度与乙醇用量对提取效率影响不大,但能显著缩短提取时间,具有省时、高效、节能等优点,从而降低提取成本。而且,在此色谱条件下,微波提取相应色谱峰与回流提取及对照品一致,微波提取不影响其有效成分的性质。

3 讨论

传统的提取方法普遍存在提取时间长、能耗高的缺点。而本实验结果表明,微波法与回流法比较提取木香,其木香羟内酯和去氢木香内酯总含量基本一致,但微波法的提取时间短,每次 20 min,提取效率高。这是由于传统热提取是以热传导、热辐射等方式由外向里进行,依靠细胞内外溶液的浓度差与渗透压差使药物成分透过细胞壁半透膜溶出;而微波提取是通过偶极子旋转和离子传导两种方式里外同时加热,微波能使植物细胞中的水分或有机溶

对提取效率影响不大,但对其影响最显著的是提取时间。微波辅助萃取是一种省时、高效、节能的提取方法,值得推广。

[参考文献]

- [1] 王永兵,王强,毛福林. 木香的药效学研究[J]. 中国药科大学学报,2001,32(2):146.
- [2] 王本祥. 现代中药药理学[M]. 天津:天津科学技术出版社,1997:655.
- [3] 梅成. 微波萃取技术的应用[J]. 中成药,2002,24(2):134.

[责任编辑 顾雪竹]