

肉豆蔻、煨木香和陈皮挥发油的提取与包合工艺研究

郭宇洁, 闫小平*, 郑蕊, 杨俭勤, 唐旭东
(中国中医科学院西苑医院, 北京 100091)

[摘要] 目的: 研究肠安 号方中肉豆蔻、煨木香和陈皮挥发油的提取与 β -环糊精包合的最佳工艺。方法: 采用水蒸气蒸馏法, 考察浸泡、提取时间及加水量对肉豆蔻、煨木香和陈皮挥发油提取量的影响, 并用饱和水溶液法, 通过正交实验优选挥发油 β -环糊精包合工艺。结果: 提取工艺为加水 10 倍量, 提取 8 h; 最佳包合工艺为挥发油: β -环糊精 1:8、加水量 80 倍(挥发油)、包合温度 30℃、包合时间 1.5 h。结论: 用正交试验优选的提取与包合工艺操作简单, 工艺稳定, 挥发油的提取率和包合率均较高。

[关键词] 肉豆蔻; 煨木香; 陈皮; 挥发油; 水蒸气蒸馏法; β -环糊精包合

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)07-0004-02

肠安 号方系我院治疗肠易激综合征的经验用方, 功能健脾温中, 具有疏肝止痛的功效, 对腹痛、腹泻的症状有明显的缓解作用, 临床应用多年, 疗效持久稳定。处方主要由黄芪、白芍、肉豆蔻、煨木香和陈皮等 11 味中药组成。肉豆蔻、煨木香和陈皮的混合挥发油稳定性较差, 遇光、热易氧化分解, 并有强烈的刺激性香味, 为提高挥发油的稳定性, 减少刺激性, 更好的控制其用量, 并采用饱和水溶液法, 通过正交实验, 对上述 3 味药挥发油的提取工艺进行研究。用 β -环糊精对肉豆蔻、煨木香和陈皮 3 者混合提取的挥发油进行包合。

1 仪器和药品

85-2 型恒温磁力搅拌器, GR-202 分析天平, 肉豆蔻、煨木香和陈皮购自河北神农(北京)药业有限公司, 经中国中医科学院西苑医院制剂室鉴定符合 2005 年版《中国药典》(一部) 肉豆蔻、煨木香和陈皮各项规定, β -环糊精(广东省郁南县永光环状糊精有限公司)。

2 方法与结果

2.1 挥发油的提取工艺研究

2.1.1 浸泡、未浸泡及提取时间对挥发油提取量的影响 按处方比例称取已粉碎成粗颗粒的肉豆蔻 135 g、煨木香 180 g 和陈皮 135 g 各 1 份, 分别置于

挥发油提取装置中, 加水 10 倍量, 采用水蒸气蒸馏法提取 10 h, 以挥发油提取量为考察指标, 考察未浸泡和浸泡 1 h 对挥发油提取量的影响。见表 1。

表 1 浸泡、未浸泡及提取时间对挥发油提取量的影响

提取时间/h	浸泡 1 h 挥发油 提取量/mL	未浸泡挥发油 提取量/mL
1	2.4	2.2
2	3.4	3.2
3	4.3	4.2
4	5.2	5.1
5	5.9	5.9
6	6.9	7.0
7	7.4	7.6
8	7.7	7.8
9	7.9	8.0
10	8.0	8.1

由表 1 可知, 浸泡和未浸泡对挥发油提取量无明显影响。当提取时间为 8 h 时, 提取比较完全, 此时挥发油提取率约为 1.73%。因此, 在挥发油提取前无需浸泡, 采用水蒸气蒸馏法提取 8 h 即可。

2.1.2 加水量对挥发油提取量的影响 将已粉碎成粗颗粒的肉豆蔻 135 g、煨木香 180 g 和陈皮 135 g 各 3 份, 分别置于挥发油提取装置中, 分别加入 8, 10, 12 倍量的水, 采用水蒸气蒸馏法提取 8 h, 以挥发油提取量为考察指标, 考察加水量对挥发油提取量的影响。结果见表 2。

由表 2 可知, 加水 10 倍量时, 挥发油 8 h 内提取率最高, 为 1.73%。

[收稿日期] 2009-12-07

[基金项目] 国家科技部国际合作项目(2007DFA30560)

[通讯作者] * 闫小平, Tel: 13811135728, Fax: (010) 62869813, E-mail: zhengrui712@sina.com.cn

表 2 不同提取时间及加水量对挥发油提取量的影响

提取时间/h	加水 8 倍量/mL	加水 10 倍量/mL	加水 12 倍量/mL
1	1.8	2.2	2.6
2	2.7	3.2	3.4
3	3.6	4.2	4.2
4	4.4	5.1	4.8
5	5.1	5.9	5.4
6	5.7	7.0	5.7
7	6.0	7.6	6.0
8	6.3	7.8	6.2

2.2 挥发油-环糊精包合工艺研究^[1]

2.2.1 挥发油-环糊精包合工艺 为优选挥发油的最佳包合工艺条件,采用正交试验。根据预试验及相关文献,挥发油用量与-环糊精的配比(mL/g)、加水量(挥发油倍数)、包合温度()、包合时间(h)是影响工艺的关键因素,因而确定 4 者为考察因素,选用 $L_9(3^4)$ 正交表。包合率是衡量包合效果的重要指标,包合率越高,包合效果越好,因而选择包合率作为包合工艺筛选的考察指标。各因素水平安排见表 3。

表 3 包合工艺因素水平

水平	A 挥发油量- 环糊精/mL g	B 加水量 /倍	C 包合温度 /	D 包合时间 /h
1	1 4	60	30	0.5
2	1 6	80	45	1.0
3	1 8	100	60	1.5

2.2.2 包合方法 采用饱和水溶液包合法。按照表 4 分别称取一定量的-环糊精,溶于不同量的蒸馏水中,水浴加热使溶解,降至相应温度时,分别加入挥发油 1 mL,用磁力搅拌器进行搅拌(搅拌器转速 $1\ 000\ r \cdot min^{-1}$),然后冷藏 24 h,抽滤,沉淀于 40 干燥 4 h,即得乳白色粉末状包合物。

2.2.3 包合物中挥发油含量的测定方法^[2] 将制得的包合物置 1 000 mL 烧瓶中,加蒸馏水 400 mL,连接挥发油提取器,参照 2005 年版《中国药典》(一部)附录测定挥发油含量。正交试验数据及结果分析见表 4,包合率计算公式如下:包合率 = 包合物中测得挥发油量/投入挥发油量 $\times 100\%$ 。

由表 4 中极差 R 值大小显示,各因素主次为 A >

表 4 正交试验数据及结果分析

试验号	A	B	C	D	包合率/%
1	1	1	1	1	63.68
2	1	2	2	2	63.92
3	1	3	3	3	61.58
4	2	1	2	3	81.96
5	2	2	3	1	74.21
6	2	3	1	2	74.21
7	3	1	3	2	83.16
8	3	2	1	3	91.24
9	3	3	2	1	80.92
K1	63.06	76.27	76.38	72.94	
K2	76.79	76.46	75.60	73.76	
K3	85.11	72.24	72.98	78.26	
R	22.05	4.22	3.40	5.32	

$D > B > C$,由直观分析与方差分析可知,选择 $A_3 B_2 C_1 D_3$ 为最佳工艺,即挥发油:-环糊精为 1 8 (mL/g),加水量为挥发油量的 80 倍,包合温度为 30 ,包合时间为 1.5 h。

2.2.4 包合工艺的验证试验 按最佳包合工艺,取挥发油各 1 mL 进行包合,平行包合 3 份,得到挥发油包合率分别为 91.24%,89.16%,88.91%,说明包合工艺比较稳定。

3 讨论

对肉豆蔻、煨木香和陈皮混合挥发油进行空白回收试验,结果挥发油回收率为 96%,可能是由于挥发油受热有一定的逸失及蒸馏时黏附在器壁上所致,本实验将 1 000 mL 烧瓶换成 250 mL 烧瓶蒸馏会损失少些。

在环糊精包合反应中,由于肉豆蔻、煨木香和陈皮挥发油的理化性质、分子结构存在较大差异,经正交试验设计,混合挥发油的包合效果较好。但本研究未对包合的挥发油组成成分进行分析,还有待于进一步研究探讨。

[参考文献]

- [1] 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.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2005: 附录 57.

[责任编辑 仝燕]