

• 制剂工艺 •

正交法优选干姜挥发油提取工艺

孔维军^{1,2}, 赵艳玲^{1*}, 山丽梅¹, 肖小河¹, 郭伟英²

(1. 解放军 302 医院全军中药研究所, 北京 100039; 2. 辽宁医学院药学院, 辽宁 锦州 121001)

[摘要] 目的: 通过正交试验, 优选干姜挥发油的最佳提取工艺。方法: 采用水蒸气蒸馏法, 考察干姜药材的浸泡时间(A)、粉碎粒度(B)、加水量(C)、提取时间(D)对挥发油得率的影响。结果: 因素相关性为 $R_C > R_D > R_A > R_B$, 药材的加水量(C)为主要因素, 煎煮时间(D)为次要因素。提取的最佳工艺条件为浸泡时间 3 h, 粉碎粒度 30 目, 加 12 倍量水, 提取时间为 10 h。结论: 优选得到的干姜挥发油的提取工艺简单、稳定、可行。

[关键词] 干姜; 挥发油; 提取工艺; 正交试验

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2009)03-0019-02

干姜为姜科植物姜 *Zingiber officinale* Rosc. 的干燥根茎, 具有温中散寒、回阳通脉的作用, 系中医临床常用的温中散寒药。其主要活性成分为挥发油, 由茨烯、水芹烯、 α -姜黄酮、 β -姜黄酮和桉叶素等组成^[1~3]。《中国药典》2005 年版规定干姜的挥发油(水蒸气蒸馏法)含量不得少于 0.8%, 文献报道, 市售品种挥发油的量通常达不到药典的要求^[4], 为充分利用干姜所含挥发油, 本实验采用正交试验方法对其提取工艺进行研究, 分析药材的浸泡时间、粉碎粒度、加水量、提取时间对挥发油得率的影响, 优选出最佳提取条件。

1 仪器和材料

1.1 仪器 挥发油测定器(北京分析仪器厂); AL 204 型电子分析天平(梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司); 电子控温电热器(天津市泰斯特仪器有限公司)。

1.2 材料 干姜药材由北京市药材公司提供, 经解放军 302 医院全军中药研究所肖小河研究员鉴定为姜科植物姜 *Zingiber officinale* Rosc. 的干燥根茎, 水为纯净水。

2 方法和结果

2.1 干姜挥发油的含量测定 取干姜粉末 300 g, 加入去离子水 5 000 mL, 置电热套中保持微沸 5 h, 按《中国药典》2005 年版附录 XD 挥发油测定法(甲法)测定^[5], 本品挥发油含量为 0.77%, 基本符合中国药典一部干姜项下有关规定, 结果见表 1。

表 1 干姜挥发油的含量测定

NO.	挥发油的含量(%)	\bar{x} (%)	RSD(%)
1	0.82		
2	0.75		
3	0.81	0.77	5.43
4	0.73		
5	0.74		

2.2 正交试验设计 以挥发油提取得率为指标, 选用 $L_9(3^4)$ 正交试验, 结合影响该药材提取效率的主要因素, 考察药材的浸泡时间、粉碎粒度、加水量、提取时间对挥发油得率的影响, 同时考虑生产实际, 选取 3 个水平, 见表 2。

表 2 试验因素水平表

水平	浸泡时间(h)	粉碎粒度(目)	加水量(倍)	煎煮时间(h)
	A	B	C	D
1	1	20	8	6
2	2	30	10	8
3	3	40	12	10

[收稿日期] 2008-04-21

[基金项目] 军队十五科研基金(01Q136); 军队十一五科研基金(06MA360)

[通讯作者] * 赵艳玲, Tel: (010) 66933324; E-mail: zhao2855@263.net。

2.3 方法

按 $L_9(3^4)$ 正交试验安排表中的条件, 取干姜粉末 300 g, 精密称定, 置 5 000 mL 圆底烧瓶中, 加 3 000 mL 水与玻璃珠数粒, 振荡均匀, 浸泡一定时间后, 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, 并保持微沸至规定时间, 停止加热, 放置片刻, 开启测定器下端的活塞, 将水缓缓放出, 至油层上端到达刻度 0 线上面 5 mm 处为止。放置 1 h 以上, 再开启活塞使油层下降至其上端恰与刻度 0 线平齐, 读取挥发油量。

2.4 结果 实验数据见表 3, 方差分析见表 4。

表 3 干姜挥发油提取工艺正交实验结果

NO.	A	B	C	D	挥发油(mL)	得率(%)
1	1	1	1	1	1.85	0.62
2	1	2	2	2	2.03	0.68
3	1	3	3	3	2.39	0.80
4	2	1	2	3	2.25	0.75
5	2	2	3	1	2.32	0.77
6	2	3	1	2	1.86	0.62
7	3	1	3	2	2.20	0.73
8	3	2	1	3	2.26	0.75
9	3	3	2	1	2.18	0.73
K_1	2.10	2.10	1.99	2.12		
K_2	2.14	2.20	2.16	2.03		
K_3	2.21	2.15	2.30	2.30		
R	0.11	0.10	0.31	0.27		

表 4 干姜挥发油提取工艺正交实验方差分析结果

方差来源	离均差平方和	自由度	均方差	F 值	显著性
A	37.254	2	18.627	0.202	
B	22.804	2	11.402	0.147	
C	187.928	2	93.964	1.058	$P < 0.05$
D	99.643	2	49.822	1.000	
E(误差)	98.74	2	49.37	1.000	

$F_{0.05}(2, 2) = 19.0, F_{0.01}(2, 2) = 99.0$

从表 3 实验结果的极差 R 值可见 $R_C > R_D > R_A > R_B$ 。因此, 药材的加水量 C 为主要因素, 煎煮时间 D 为次要因素。方差分析结果表明, 四因素 A、B、C、D 对实验结果均具有显著性影响, 结合 K 值越大的工艺条件越有利于挥发油的提取, 挥发油提取的最优工艺为: $A_3B_2C_3D_3$, 即药材的浸泡时间为 3 h, 粉碎粒度为 30 目, 加 12 倍量水, 煎煮 10 h。

2.5 工艺验证 按已确定的提取工艺, 重复试验 3 次, 结果干姜挥发油的得率分别为 0.82%、0.89%、0.87%。验证实验中干姜挥发油的提取利用率高于正交试验中的各次实验, 说明该提取工艺稳定、可行。

3 讨论

有实验报道^[6], 药材的浸泡时间对挥发油的提取利用率影响不大, 而本研究表明, 药材的浸泡时间对挥发油的提取利用率有较大影响, 而且占据主要地位, 这也给中药挥发油的提取过程以启示: 药材的浸泡时间在挥发油的提取过程中不应该被忽视。

按本研究优选的提取工艺即药材的取粉碎粒度为 30 目的干姜粉, 加 12 倍量水浸泡时间 3 h 后煎煮 10 h 的干姜挥发油的得率高, 而且该工艺稳定、可行。

[参考文献]

[1] 周宏雷, 魏璐雪, 雷海民. 干姜挥发油的 GC-MS 分析[J]. 中国中药杂志, 1998, 23(4): 234-235.

[2] 肖盛元, 刘红霞, 林文翰, 等. 干姜中的二芳基烷类化合物及其在四逆汤煎煮过程中的立体选择性反应[J]. 分析化学, 2007, 35(9): 1295-1300.

[3] 陈福北, 黄初升, 刘红星. 干、生姜黄的挥发油提取及成分研究[J]. 食品研究与开发, 2007, 28(9): 17-21.

[4] 潘林梅, 袁铸人, 陈峰, 等. 干姜超临界 CO_2 萃取与水蒸气蒸馏工艺比较研究[J]. 中国野生植物资源, 2006, 25(6): 50-51.

[5] 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.

[6] 史克莉, 黄凤桥. 莪术挥发油提取工艺试验研究[J]. 中国现代中药, 2006, 8(9): 20-21.