

不同提取方法对香薷挥发油质量的影响

全燕*, 王锦玉, 吉力, 马振山, 王琳
(中国中医科学院中药研究所, 北京 100700)

[摘要] 目的: 比较水蒸气蒸馏及 CO₂ 超临界萃取对香薷挥发油提取的影响。方法: 高效液相色谱法测定百里香酚和香芹酚的含量, 比较理化性质。结果: 虽然 CO₂ 超临界萃取提取的挥发油总量较高, 但杂质也较多, 含有大量的脂肪油, 不利于储藏。水蒸气蒸馏法提取香薷挥发油, 百里香酚、香芹酚含量高于 CO₂ 超临界萃取法的 3 倍。结论: 水蒸气蒸馏法提取的香薷挥发油明显优于 CO₂ 超临界萃取。

[关键词] 水蒸气蒸馏; CO₂ 超临界萃取; 香薷挥发油; 百里香酚; 香芹酚

[中图分类号] R283.6, R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2006)11-0024-03

Effect of Different Extraction Methods on the Essential Oils Quality of *Mosla chinensis*

TONG Yan*, WANG Jin-yu, JI Li, MA Zhen-shan, WANG Lin

(Institute of Chinese Materia Medica, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China)

[Abstract] **Objective:** To compare with the influence of the essential oils of *Mosla chinensis* extracted by Supercritical-CO₂ Fluid Extraction(SCFE) and by steam distillation(SD). **Methods:** To develop the HPLC method for determination of Thymol and Carvacrol, and compare the physico-chemical property. **Result:** Although the total amount of essential oils which extracted by SCFE is higher relatively, it has more impurity and fat oils, so it is not good for storing. The Thymol and Carvacrol content of the essential oils of *Mosla chinensis* extracted by SD was three times that of SCFE.

[Key words] Steam Distillation; Supercritical-CO₂ Fluid Extract; the essential oils of *Mosla chinensis*; Thymol; Carvacrol

香薷为唇形科植物石香薷 *Mosla chinensis* Maxim. 的干燥地上部分, 具有发汗解表, 祛暑化湿, 利尿消肿的功效。临床上用其挥发油成分治疗腹痛吐泻和菌痢等症, 有显著疗效。本文针对水蒸气蒸馏及 CO₂ 超临界萃取提取的香薷挥发油质量进行了物理性质及化学成分百里香酚和香芹酚含量的比较, 确定水蒸气蒸馏法提取香薷挥发油优于 CO₂ 超临界萃取法。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪: Waters 600E, 色谱柱: Spherigel-C18(4.6mm × 250mm, 5μm), 486 紫外可见检测器, Millennium2010 色谱管理者软件, 岛津 UV-3000 紫外可见分析仪。水为超纯水, 甲醇为优级纯, 其它试剂均为分析纯。百里香酚对照品(北京化学试剂公司, 批号: 990510), 纯度为 99.51%。香芹酚对照品(Merck-Schuchardt EG-Nr./EC-No. 207-889-6), 纯度为 99.44%。

2 香薷挥发油的制备

2.1 水蒸气蒸馏提取香薷挥发油 香薷药材, 切段, 加 6 倍量水, 按水蒸气蒸馏法, 接挥发油提取器, 提取 2h。

2.2 CO₂ 超临界萃取提取香薷挥发油 香薷药材,

[收稿日期] 2006-01-05

[通讯作者] * 全燕, Tel: (010) 84027721; E-mail: tongyan1012@sohu.com

粉碎成 40 目粗粉, 用 CO₂ 超临界萃取设备(1L- 10L, 石家庄产), 压力 30Mpa, 温度 30 °C, 时间 2h。

3 实验方法与结果

3.1 挥发油物理性质比较 外观检查: 水蒸气蒸馏提取的香薷挥发油外观质量较好, 能完全溶于乙醇。脂肪油检查: 取本品 0.5mL, 加乙醇 5mL, 放置后, 无油滴析出, 表明油中不含有脂肪、脂肪油或其他类似物质, 在放置过程中不会产生酸败; 而 CO₂ 超临界萃取提取香薷挥发油含有脂肪油。详见表 1。

3.2 主要化学成分比较 经气质联用色谱分析, 水蒸气蒸馏提取的香薷挥发油与 CO₂ 超临界萃取提取香薷挥发油(甲醇溶液) 的主要化学成分及相对比例无明显差别, 均含有百里香酚(Thymol)、香芹酚(Cavacrol)、对聚伞花素(P-Cymene)、 γ -松油烯(γ -Terpinene)、 β -香叶烯(β -Myrcene)、乙酰百里香酚(Thymol Acetate)、乙酰香芹酚(Cavacrol Acetate)、 α -律草烯(α -Humulene) 等。

3.3 鉴别 取挥发油 0.05g, 加甲醇 10mL 溶解, 滤过, 滤液作为供试品溶液。另取香薷对照药材粉末 0.5g, 加甲醇 3mL, 充分振摇, 静置 1h, 滤过, 滤液作为对照药材溶液。另取百里香酚对照品, 加甲醇制成每 mL 含 3mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2000 版一部附录 VIB) 试验, 吸取供试品溶液 4 μ L, 对照品溶液 4 μ L, 对照药材溶液 20 μ L, 分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上, 以石油醚-丙酮-冰醋酸(8: 2: 0.2) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 2% 香草醛硫酸溶液。结果水蒸气蒸馏提取的香薷挥发油与 CO₂ 超临界萃取提取香薷挥发油, 在与对照品及对照药材色谱相应的位置上, 显相同的紫红色斑点。见图 1。

表 1 两种提取方法香薷挥发油物理性质比较

样品	得率(%)	外观	在乙醇中溶解性	相对密度
水蒸气蒸馏提取香薷挥发油	2.0	淡黄色透明	全部溶解	0.954~0.956
CO ₂ 超临界萃取提取香薷挥发油	7.3	橘红色油状	不溶物较多	1.01~1.06

3.4 含量测定^[1]

3.4.1 色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 甲醇-水-冰醋酸(60: 40: 2) 为流动相; 检测波长为 276nm, 柱温: 室温, 流量: 0.8mL/min。理论板数按百里香酚峰计算应不低于 10 000, 按香芹酚峰计算应不低于 15 000。此条件下

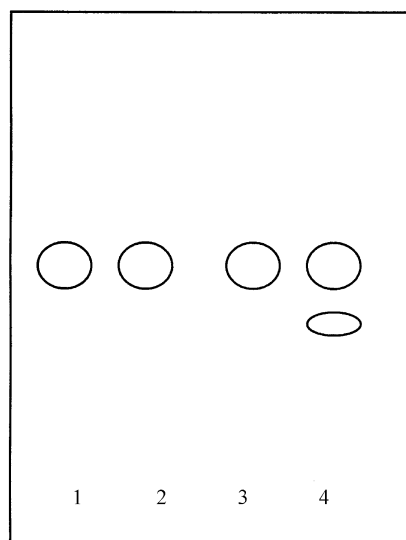


图 1 TLC 色谱

1. 水蒸气提取; 2. CO₂ 超临界萃取提取; 3. 百里香酚对照品; 4. 香薷对照药材粉末

百里香酚与香芹酚以及其它成分均可达到基线分离。

3.4.2 对照品溶液的制备 精密称取百里香酚对照品 8mg 和香芹酚对照品 4mg, 置 100mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得(每 mL 中含百里香酚 80 μ g, 含香芹酚 40 μ g)。

3.4.3 供试品溶液的制备 取挥发油约 0.017g, 精密称定, 置 10mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 精密量取 0.9mL, 至 10mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

3.4.4 测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 20 μ L, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

3.4.5 线性关系考察 精密称取百里香酚对照品 5.78mg 及香芹酚对照品 4.60mg, 置 25mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 精密量取 1.2、3.4、5mL, 分别置 10mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 即得。进样 20 μ L, 按上述色谱条件测定峰面积, 以峰面积积分为纵坐标, 百里香酚和香芹酚的量为横坐标绘制标准曲线, 计算回归方程: 百里香酚: $Y = 830426X + 52000$, $r = 0.9999$; 香芹酚: $Y = 748878X - 55$, $r = 0.9999$; 表明百里香酚在 0.462~2.312 μ g、香芹酚在 0.395~1.974 μ g 范围内具有良好的线性关系。

3.4.6 样品测定 测定水蒸气蒸馏法及 CO₂ 超临界萃取法提取香薷挥发油各 3 批, 结果见表 2。由以下实验结果, 水蒸气蒸馏法提取香薷挥发油百里香酚和香芹酚的总量高于 55%; CO₂ 超临界萃取法提取的香薷挥发油两成分含量低于 20%。

表 2 两种提取方法所得香薷挥发油

3 批样品测定结果(g/g%)

样品	香芹酚	百里香酚	香芹酚+ 百里香酚
水蒸气蒸馏法	9.99	46.71	56.70
	16.53	50.26	66.79
	19.75	59.07	78.82
CO ₂ 超临界萃取法	2.23	12.44	14.67
	3.88	12.11	15.99
	5.40	15.95	21.35

4 讨论

采用水蒸气蒸馏及 CO₂ 超临界萃取提取的香薷挥发油,通过对挥发油物理性质、化学成分百里香酚、香芹酚含量的比较,表明虽然 CO₂ 超临界萃取提取的挥发油总量较高,但杂质也较多,含有大量的脂肪

油,不利于储藏,百里香酚加香芹酚含量低于 25%,生产成本较高,设备一次性投入较大。水蒸气蒸馏法提取香薷挥发油外观质量较好,能完全溶于乙醇,不含有脂肪、脂肪油或其他类似物质,在放置过程中不会产生酸败,百里香酚、香芹酚的总量高于 55%,且生产成本低廉。水蒸气蒸馏法提取的香薷挥发油明显优于 CO₂ 超临界萃取。

[参考文献]

- [1] 吉力,全燕,李先端,等. 香薷止泻胶囊的质量标准研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2004, 10(4): 1.
- [2] 吉力,汪芳,刘元艳,等. 高效液相色谱测定香薷药材中香芹酚和百里香酚的含量[J]. 中国中药杂志 2004, 29(11): 1030.