

2.4 优选提取工艺验证 按处方比例称取药材62.5 g,共3份。用优选提取工艺提取,分别干燥,测定淫羊藿苷的量,3批药材淫羊藿苷的量分别为1.57、1.61、1.55 mg•g⁻¹。

2.5 与传统回流提取方法的比较 取相同量的药材共6份,每份62.5 g,分别按上述优化研究优选的逆流动态提取的工艺参数和乙醇回流提取工艺参数进行提取,每种提取方法同时进行3次(n=3),试验结果进行对比,见表4。

表4 不同提取方法比较(n=3)

Tab 4 Comparison of the methods of afferent extraction(n=3)

项目	乙醇回流提取	逆流动态提取
药材用量/kg	5	5
溶媒用量/倍量	20	8
提取温度/℃	> 60	45
淫羊藿苷的量/mg•g ⁻¹	1.18	1.67
淫羊藿苷转移率	54.7%	77.4%

3 讨论

从上述与传统回流提取方法比较可以看出,采用逆流动态提取方法其药效成分转移率提高了41.5%,同时,溶媒用量和提取温度大幅度降低,节约溶媒成本,避免热敏性药效成分流失,降低浓缩能耗。

逆流动态提取工艺具有活性成分提取率高,溶媒用量少,低温提取的特点,本研究建立了心脉通胶囊逆流动态提取优化工艺,并通过逆流动态提取工艺与传统回流提取工艺的比较研究,为心脉通胶囊提取工艺的研究提供参考,也为本技术在中药研发与生产过程的广泛应用提供了理论和应用基础。

参考文献:

[1] 王颖玉,潘立.动态连续阶段逆流提取工艺分析与研究[J].浙江工业大学学报,2007,35(1):105-108.

[2] 戚毅,蔡铭,谢志鹏.动态罐组式逆流提取虎杖中大黄素的工艺研究[J].中草药,2008,39(8):1174-1173.

[3] 叶方,王惠慧,王晓清.高效液相色谱法测定固肾丸中淫羊藿苷的含量[J].中国医院药学杂志,2008,28(23):2064-2066.

[收稿日期] 2010-11-12

月见草全草挥发油成分的气相色谱-质谱联用分析

卢金清,许家琦,何冬黎,阮小云,王琴 (湖北中医药大学,湖北 武汉 430065)

[摘要] 目的:分析柳叶菜科月见草属植物月见草挥发油的化学成分。方法:用水蒸气蒸馏法提取月见草全草挥发油,并用气相色谱-质谱联用(GG-MS)法对挥发油成分进行分析。结果:共分离了30个峰,确认了其中22个化合物,其中含量最多的是去氢香蒿酮(89.02%)。结论:首次采用气相色谱-质谱联用法分析月见草全草挥发油的化学成分,为月见草的进一步研究及开发利用提供了科学依据。

[关键词] 月见草;挥发油;化学成分;气相色谱-质谱联用分析

[中图分类号] R285.6 [文献标识码] A [文章编号] 1004-

[作者简介] 卢金清,男,教授,电话:13871312439, E-mail: ljq59169@163.com [通讯作者] 许家琦,女,硕士研究生,电话:13554286807, E-mail: xvjiaqi_007@163.com

5213(2011)14-1225-02

月见草为柳叶菜科月见草属多年生植物,原产北美洲,是印地安人常用的一种民间草药^[1]。中医以其根入药,具有祛风湿、强筋骨的功效,主治风寒湿痹、筋骨酸软等症。17世纪作为花卉传入欧洲,用于外伤、镇痛、止咳,成为“王室御药”。月见草是具有多方面用途的药用植物,种子油可食用;花含菜香油可制浸膏;茎皮可制人造纤维;根是解热、消炎的良药;种子和根可酿酒;茎和叶有清热解毒,镇痛功效^[2]。目前对月见草的研究主要围绕其脂肪油,而对月见草全草挥发油成分的分析未见报道。本文采用气相色谱-质谱联用(GG-MS)法,首次对月见草全草挥发油的化学成分进行分析,为月见草的进一步研究及开发利用提供了科学依据。

1 材料

Agilent 6890/5973 型气相色谱-质谱联用仪(美国安捷伦公司)。标准谱库为 NIST 系列谱库;试剂均为分析纯。月见草于 2010 年 7 月采自江西庐山,经湖北中医药大学药学院中药鉴定教研室陈科力教授鉴定为柳叶菜科月见草属植物月见草 *Oenothera biennis* L. 的全草。

2 方法与结果

2.1 挥发油提取 取月见草 500 g,剪碎,加 9 倍量的水,按中国药典 2010 版附录 XD 挥发油测定法提取挥发油,连续提取 12 h,得油状物 1.8 mL,约 1.64 g。精密称取 0.062 5 g 加乙醚定容于 1 mL 量瓶中,作为供试品溶液。

2.2 GG-MS 分析取供试品溶液 1 μL,进行 GG-MS 分析。色谱条件:色谱柱:HP-FFAP(30 m×0.25 mm,0.25 μm) 石英毛细管柱;程序升温:60℃,以 3℃•min⁻¹升温至 220℃。进样温度:250℃,载气:He,流速:1 mL•min⁻¹,分流比 20:1;溶剂延时:3 min。接口温度:280℃。质谱条件:离子源:EI 源,电子能量:70 eV;离子源温度:230℃;四极杆温度:150℃;倍增管电压:1.2 kV;质量范围:35~550 m/z。

2.3 结果 共分离出 30 个组分,经 NIST 谱库检索,共鉴定了其中 22 个化合物。总离子流图见图 1。

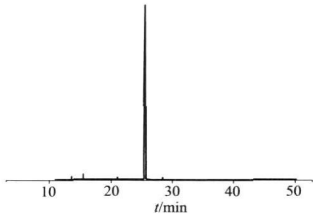


图1 月见草全草挥发油总离子流图

Fig 1 Total ion of volatile oil from the Herbs of *Oenothera biennis*

采用 GG-MS 联用仪分析月见草挥发油的化学成分,经化学工作站数据处理系统及用面积归一化法从其总离子流图中计算各组分的相对百分含量,按各峰的质谱图经 NIST 谱库检索,并按各峰的质谱裂片图与文献资料核对,确定了其中的 22 个组分,占挥发油总量的 98.44%,结果见表 1。

3 讨论

本文首次对月见草全草挥发油的化学成分进行了分析,

结果表明,月见草挥发油中包括醛、酮、倍半萜及不饱和脂肪酸等化学成分。其中去氢香薷酮的含量最大,约为89.02%。其余含量较高的成分有石竹烯(1.6%)、安息香醛(0.93%)。有研究报道,去氢香薷酮有芳香祛风的作用。结合GC-MS表1 月见草全草挥发油化学成分及相对含量

Tab 1 Chemical constituents and their relative contents of volatile oil from the Herbs of *Oenothera biennis*

峰号	保留时间/min	化合物中文名称	化合物英文名称	化学式	百分含量/%
1	12	异喇叭烯	(-)-Isodene	C ₁₅ H ₂₄	0.07
2	12.88	β-波旁烯	β-Bourbonene	C ₁₅ H ₂₄	0.40
3	13.51	安息香醛	Benzaldehyde	C ₇ H ₆ O	0.93
4	14.7	10,10-二甲基-2,6-双(亚甲基)-二环[7.2.0]十一烷	Bicyclo[7.2.0]undecane, 10,10-dimethyl-2,6-bis(methylene)-, [1S-(1R*,9S*)]-	C ₁₅ H ₂₄	0.05
5	15.29	β-库毕烯	β-Cubebene	C ₁₅ H ₂₄	0.03
6	15.5	石竹烯	Caryophyllene	C ₁₅ H ₂₄	1.60
7	16.04	松油烯-4-醇	Terpinene-4-ol	C ₁₀ H ₁₈ O	0.07
8	17.07	(Z,Z)-α-金合欢烯	(Z,Z)-α-Farnesene	C ₁₅ H ₂₄	0.04
9	17.55	香薷酮	Elsholtzia ketone	C ₁₀ H ₁₄ O ₂	0.20
10	17.95	α-律草烯	α-Caryophyllene	C ₁₅ H ₂₄	0.19
11	19.44	α-松油醇	α-Terpineol	C ₁₀ H ₁₈ O	0.08
12	20.51	α-香柑油烯	α-Bergamotene	C ₁₅ H ₂₄	0.04
13	23.18	2-(4-甲基-2-呋喃基)-2-环戊烯-1-酮	2-Cyclopenten-1-one, 2-(4-methyl-2-furyl)-	C ₁₀ H ₁₀ O ₂	0.21
14	25.62	去氢香薷酮	Dehydroelsholtzia ketone	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	89.02
15	28.39	氧化石竹烯	Caryophyllene oxide	C ₁₅ H ₂₄ O	0.60
16	30.19	α-薄荷-8-烯	α-Menth-8-ene	C ₁₀ H ₁₈	0.06
17	33.52	6,10-二甲基-2-十一酮	2-Undecanone, 6,10-dimethyl-	C ₁₃ H ₂₆ O	0.22
18	34.87	异丁香酚	Phenol, 2-methoxy-4-(1-propenyl)-, (E)-	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	0.05
19	39.18	棕榈酸	n-Hexadecanoic acid	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	2.05
20	43.82	油酸	Oleic Acid	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	0.50
21	49.33	肉豆蔻酸	Tetradecanoic acid	C ₁₄ H ₂₈ O ₂	0.06
22	50.12	(Z,Z)-9,12-十八碳二烯酸	9,12-Octadecadienoic acid(Z,Z)-	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	1.97

目前,月见草主要以根和种油入药,有关月见草全草挥发油的研究未见报道。有待对月见草全草深入的系统的进行药理研究,阐明物质基础,从而扩大药用部位,充分利用月见草的药材资源;可用月见草制备高纯度的去氢香薷酮及其衍生物,进行新药研究,开发相关制剂,以适应医药、化妆品、日化、轻工业等行业的需要。

参考文献:

[1] 王甲云,王燕.月见草的价值及其开发利用[J].资源开发与市场,1998,14(3):122-123.
[2] 孙小萍.月见草的开发与利用价值之我见[J].甘肃中医,2005,18(8):43-45.

[收稿日期] 2010-11-10

正交试验法优化藁本川芎挥发油提取工艺

李琴,文艳 (首钢水城钢铁(集团)有限责任公司总医院药剂科,贵州六盘水553028)

[摘要] 目的:优化藁本川芎挥发油的水蒸汽蒸馏提取工艺。方法:以藁本川芎挥发油提取量为评价指标,对提取其挥发油的工艺条件进行了正交试验优化研究。结果:优化的藁本川芎水蒸汽蒸馏提取工艺条件为6倍量水,浸泡0.5 h,加热提取9 h。结论:优化的藁本川芎挥发油的水蒸汽蒸馏提取工艺提取率高,稳定可行,为此二味中药的挥发油提取工艺提供了较好的实验依据。

[关键词] 藁本;川芎;挥发油;水蒸汽蒸馏提取;正交试验

[作者简介] 李琴,女,主管药师,电话:0858-8922833。[通讯作者] 文艳,女,药师,电话:0858-8922833

分析结果,去氢香薷酮在月见草全草中含量极高,由此可推断去氢香薷酮可能是月见草祛风湿的主要物质基础;去氢香薷酮还具有很强的体外杀菌活性,可以抑制金黄色葡萄球菌、大肠杆菌及真菌的生长。

Tab 1 Chemical constituents and their relative contents of volatile oil from the Herbs of *Oenothera biennis*

峰号	保留时间/min	化合物中文名称	化合物英文名称	化学式	百分含量/%
1	12	异喇叭烯	(-)-Isodene	C ₁₅ H ₂₄	0.07
2	12.88	β-波旁烯	β-Bourbonene	C ₁₅ H ₂₄	0.40
3	13.51	安息香醛	Benzaldehyde	C ₇ H ₆ O	0.93
4	14.7	10,10-二甲基-2,6-双(亚甲基)-二环[7.2.0]十一烷	Bicyclo[7.2.0]undecane, 10,10-dimethyl-2,6-bis(methylene)-, [1S-(1R*,9S*)]-	C ₁₅ H ₂₄	0.05
5	15.29	β-库毕烯	β-Cubebene	C ₁₅ H ₂₄	0.03
6	15.5	石竹烯	Caryophyllene	C ₁₅ H ₂₄	1.60
7	16.04	松油烯-4-醇	Terpinene-4-ol	C ₁₀ H ₁₈ O	0.07
8	17.07	(Z,Z)-α-金合欢烯	(Z,Z)-α-Farnesene	C ₁₅ H ₂₄	0.04
9	17.55	香薷酮	Elsholtzia ketone	C ₁₀ H ₁₄ O ₂	0.20
10	17.95	α-律草烯	α-Caryophyllene	C ₁₅ H ₂₄	0.19
11	19.44	α-松油醇	α-Terpineol	C ₁₀ H ₁₈ O	0.08
12	20.51	α-香柑油烯	α-Bergamotene	C ₁₅ H ₂₄	0.04
13	23.18	2-(4-甲基-2-呋喃基)-2-环戊烯-1-酮	2-Cyclopenten-1-one, 2-(4-methyl-2-furyl)-	C ₁₀ H ₁₀ O ₂	0.21
14	25.62	去氢香薷酮	Dehydroelsholtzia ketone	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	89.02
15	28.39	氧化石竹烯	Caryophyllene oxide	C ₁₅ H ₂₄ O	0.60
16	30.19	α-薄荷-8-烯	α-Menth-8-ene	C ₁₀ H ₁₈	0.06
17	33.52	6,10-二甲基-2-十一酮	2-Undecanone, 6,10-dimethyl-	C ₁₃ H ₂₆ O	0.22
18	34.87	异丁香酚	Phenol, 2-methoxy-4-(1-propenyl)-, (E)-	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	0.05
19	39.18	棕榈酸	n-Hexadecanoic acid	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	2.05
20	43.82	油酸	Oleic Acid	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	0.50
21	49.33	肉豆蔻酸	Tetradecanoic acid	C ₁₄ H ₂₈ O ₂	0.06
22	50.12	(Z,Z)-9,12-十八碳二烯酸	9,12-Octadecadienoic acid(Z,Z)-	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	1.97

[中图分类号] R285 [文献标识码] A [文章编号] 1004-5213 (2011) 14-1226-02

藁本为伞形科植物藁本 *Ligusticum sinense* Oliv. 或辽藁本 *Ligusticum jeholense* Nakai et Kitag. 干燥根茎及根^[1], 具有祛风散寒,除湿止痛,祛巅顶头痛等传统功效,临床上常配伍川芎(伞形科植物川芎 *Ligusticum chuanxiong* Hort. 的干燥根茎^[1])治疗感冒风寒引起的头痛、巅顶头痛等,如《普济方》记载的白龙丸就有此二味药的配伍使用^[2],藁本川芎均含有挥发油,并均为其有效成分之一。如果用水煎煮乙醇沉淀的方法对含有此二味中药的复方制剂直接进行提取,易引起其挥发油的损失,故目前多采用先以水蒸气蒸馏法提取其挥发油后,再用水煮醇沉的方法提取全方药材进行制备。鉴此,笔者以此二味中药的挥发油提取量为评价指标,采用正交试验法对藁本川芎挥发油水蒸汽蒸馏法提取工艺进行了研究,为提取此二味中药的挥发油水蒸汽蒸馏法提取制备工艺提供优化的工艺参数。

1 材料

挥发油测定器、电热套,均购自于贵阳市民权玻璃仪器化学试剂有限责任公司,药材购自亳州中药材市场,分别经本医院药剂科副主任药师杨剑鉴定为藁本及川芎。

2 方法与结果

2.1 正交试验因素水平的设定 根据影响挥发油的提取因素,在予试验的基础上,选取提取时间为因素A、加水量为因素B、浸泡时间为因素C、D因素作为误差项,每个因素设计3个水平,以挥发油的提取率为考察指标,设计L₉(3⁴)正交实验进行考察,见表1。