牛蒡根挥发油的超临界 CO_2萃取及 GC-MS分析

陈世雄[①], 朱建喜[①], 陈靠山[②], 柳春燕[①]

[摘 要] 目的 分析牛蒡根挥发油的化学成分。方法 采用超临界 CO_2流体萃取技术从牛蒡根中提取挥发油, 并用气相色谱-质谱法对得到精油进行化学成分分析。结果 共检测到 21个色谱峰, 通过 NIST标准谱库鉴定了其中 20种化合物。结论 最佳萃取条件: 萃取压力: 20.0 mPa, 温度: 50℃、萃取时间: 3 h, 牛蒡根挥发油得率为 2.7%。

[关键词] 牛蒡; 超临界 CO_2萃取; 挥发油; GC-MS

[中图分类号] R914 [文献标志码] A [文章编号] 1008-9926(2011)04-0339-02

[DOI] 10.3969/j.issn.1008-9926.2011.04.018

Extraction of Essential Oil from Burdock Root by Supercritical CO_2 Fluid and Analysis of its Compounds with GC-MS

CHEN Shi-xiong[①], ZHU Jian-xi[①], CHEN Kao-shan[②], LIU Chun-yan[①]

[①] The First Affiliated Hospital of Fuzhou General Hospital, Nanjing Military Command, Putian 351100, China;
[②] School of Life Sciences, Shandong University, Jinan 250100, China

[Abstract] **Objective** To analyze the chemical componets of burdock root oil. **Methods** The volatile oil of burdock root was extracted by supercritical fluid CO_2 extraction technology, and the chemical components were analyzed using the high pressure GC-MS association with the computer technology. **Results** 21 chromatographic peaks were obtained. Through the NIST standard spectrum storage retrieval, 20 compounds were identified. **Conclusion** The best extraction condition requires the extraction pressure of 20.0 mPa, extraction temperature of 50℃ and extraction time of 3 h. The yield of volatile oil is 2.7%.

[Key words] *Arctium lappa* L.; SFE-CO_2; volatile oil; GC-MS

牛蒡(*Arctium lappa* L.)又名白肌人参、蒡翁菜, 属菊科牛蒡属 2年生草本植物, 牛蒡的肉质直根具有增强体力, 预防肥胖、高血压等作用; 其果实牛蒡子被历版《中国药典》收载, 用于疹、咽喉肿痛、丹毒等症。民间则将其肉质直根作为抗衰老、降血糖、补肾壮阳的特种保健蔬菜[1-2]。

1 仪器与试药

HA221-50-06型 CO_2超临界萃取机(上海波络实验设备公司), QP2010型 GC-MS(日本岛津制作所), FW177中草药粉碎机(上海中药器械有限公司)。牛蒡根[购自山东烟台罗西亚公司, 经山东大学生命科学院植物病理学陈靠山教授鉴定为牛蒡(*Arctium lappa* L.)干燥块根], 去除杂质后粉碎待用。

作者简介: 陈世雄, 硕士, 研究方向: 天然药物研究及临床应用。E-mail: xs_shixiongchen@163.com

作者单位: ① 351100 福建莆田, 南京军区福州总医院第一附属医院; ② 250100 山东济南, 山东大学生命科学院

2 方法

2.1 超临界 CO_2(SFE-CO_2)萃取法[3] 将粉碎后原料粉过 40目筛, 称取 500 g药粉投入不锈钢萃取缸, 末端用少量玻璃棉封口, 以防固体颗粒堵塞管路。萃取路线: CO_2钢瓶→冷冻系统→高压泵→萃取缸→分离器 I→分离器 II→CO_2储罐→循环; 分别对萃取缸、分离器 I、分离器 II加热, 温度: 50℃; 温度稳定时, 高压泵加入 CO_2, 调节气阀加压, 压力: 20.0 mPa; CO_2流量: 30 kg/h; 恒温恒压循环萃取 3 h。

得油率(%) = (原料量 - 残渣量)/原料量 × 100%

收集萃取物, 石油醚萃取分层, 上层(石油醚层)记 A管; 下层(油层)记 B管, 分别进 GC-MS分析。

2.2 GC-MS分析测试条件[4] 色谱条件: DB-1弹性石英柱(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm), 载气: 氦气, 流速: 1.1 ml/min, 进样量: 1.0 μl, 分流比: 60∶1, 进样口温度: 240℃, 柱升温程序: 初温 50℃保持 3 min,

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

再以 5℃ /min升至 220℃, 保持 10 min。

质谱条件: 电离方式: EI, 离子源温度: 200℃, 接口温度: 230℃, 电子能量: 70 eV, 质量扫描范围: 30~ 500 amu, 解析分辨质谱在 NIST标准谱库检索。

3 结果

SFE-CO_2萃取得浅黄绿色有芳香气味的稠状物约 30 mL, 萃取率 2 7%。两管总共分离得到 21个主要色谱峰, 各峰所得质谱图经计算机标准数据库检索与人工推测识谱相结合鉴定出 20个成分, 用峰面积归一化法测定各成分相对含量, 见表 1。总离子流图见图 1。

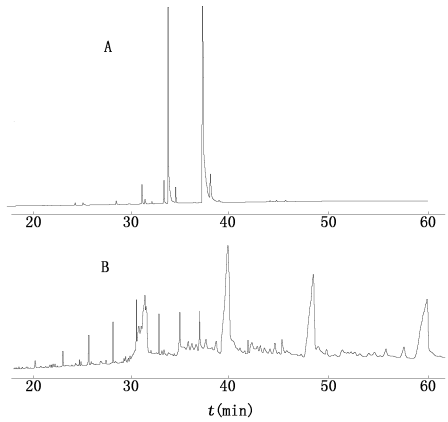
表 1 挥发油化学成分分析结果

	序号	化合物	分子式	相对分子质量	相对含量 (%)
A管	1	肉豆蔻酸异丙酯	$C_{17}H_{34}O_2$	270	2 09
	2	邻苯二甲酸二丁酯	$C_{16}H_{22}O_4$	278	2 81
	3	硬酯酸己酯	$C_{18}H_{36}O_2$	284	18 67
	4	棕榈酸乙酯	$C_{18}H_{36}O_2$	284	1 56
	5	亚油酸	$C_{18}H_{32}O_2$	280	65 04
	6	9-十八烯酸甲酯	$C_{18}H_{34}O_2$	282	5 65
	7	亚油酸甲酯	$C_{20}H_{36}O_2$	308	4 18
B管	1	十四烷	$C_{14}H_{30}$	198	0 68
	2	十五烷	$C_{15}H_{32}$	212	1 50
	3	十六烷	$C_{16}H_{34}$	226	3 00
	4	十七烷	$C_{17}H_{36}$	240	4 14
	5	7, 9-二甲基十六烷	$C_{18}H_{38}$	254	4 12
	6	8-甲基十七烷	$C_{18}H_{38}$	254	12 76
	7	十九烷	$C_{19}H_{40}$	268	4 19
	8	二十烷	$C_{20}H_{42}$	282	3 44
	9	二十一烷	$C_{21}H_{44}$	296	4 15
	10	二十二烷	$C_{22}H_{46}$	310	32 69
	11	二十三烷	$C_{23}H_{48}$	324	2 22
	12	二十四烷	$C_{24}H_{50}$	338	25 52
	13	二十六烷	$C_{26}H_{54}$	366	1 58

4 讨论

已有欧美学者[5]从牛蒡根挥发油中分得去氢木香内酯、丁香烯、α, β-香树酯醇, 蒲公英甾醇及有特殊气味的醛类、萜烯类等化合物; 并最早将牛蒡根精油用于护发、护肤等用途, 而国内对牛蒡根精油的研究尚未见报道。

本文初步摸索包括萃取时间、萃取压力、萃取温度等提取条件, 为研究牛蒡根挥发油提供了新的试验技术, 为科研学者研究提供参考依据。试验本文从该植物中提取的挥发油主要成分是高级脂肪酸如亚油酸、棕榈酸及其酯等; 另含较多的脂肪烷烃如十八烷烃、二十一烷烃、二十四烷烃等部分萜类成分和内脂化合物, 均为首次从牛蒡根中得到。研究证明, 油酸可降低血总胆固醇、甘油三酯, 有预防动脉粥样硬化的作用, 且外用于皮肤可保湿润滑肌肤; 棕榈酸有促进细胞代谢, 改善细胞再生, 强化组织等功效[6]。此外, 十八烷烃是合成十八烷胺的重要原料, 后者是杀菌消毒, 防锈蚀剂; 长链脂肪烷烃类化合物为膏霜类、乳剂表面活性剂, 在护肤等化妆品中起重要作用。这些都为牛蒡根精油开发成护发、护肤等保健用品提供了科学依据; 也为药用资源开发利用提供研究基础。



A管: 石油醚层; B管: 油层

图 1 总离子流图

[参考文献]

[1] 陈世雄, 陈靠山. 牛蒡根化学成分及活性研究进展[J]. 食品与药品, 2010, 12(7): 281-285

[2] Hao LH, Sun PX, Shi HQ, *et al*. Effects of Burdock Oligosaccharide on Growth and Immune Function of Turbot(Scophthalmus maximus)[J]. *Adv in Marine Sci*, 2007, 25(2): 208-214

[3] 董文洪, 刘 本. 超临界流体萃取牛蒡子中牛蒡子苷的实验研究[J]. 中国中药杂志, 2006, 31(15): 1240-1241

[4] 战琨友, 王 超. 气相色谱-质谱技术分析姜油树脂中的挥发性及非挥发性成分[J]. 色谱, 2008, 26(6): 692-696

[5] 袁昌齐, 冯 熙, 王 鸣, 等. 欧美植物药简况及研究和开发对策. 药用植物研究与中药现代化[M]. 南京: 东南大学出版社, 2004. 101-103

[6] 陈 静, 叶 平, 刘永学. 亚油酸对纤溶酶原激活物抑制剂表达的影响及其机制[J]. 中华老年多器官疾病杂志, 2006, 6(2): 124

(收稿日期: 2010-12-31; 修回日期: 2011-04-07)

(本文编辑 梁爱君)

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net