

樟树叶挥发油 β 环糊精包合物的制备研究

肖珊美 罗小会 杨晓东

(金华职业技术学院化工与制药学院 浙江省金华市婺州街 1188 号 321017)

摘 要 为解决樟树挥发油易挥发、不稳定的问题, 用水蒸气蒸馏法提取鲜樟树叶挥发油, 饱和水溶液法制备挥发油 β -环糊精包合物, 水蒸气蒸馏法再提取包合物挥发油, 紫外光谱法分析包合前后挥发油, 硅胶 G-CMC 薄层色谱法对照包合前后挥发油色谱图。包合前后挥发油紫外吸收光谱与薄层色谱图基本一致。 β -环糊精能稳定包合樟树挥发油, 解络后不会引起主要成分的改变。

关键词 樟树, 挥发油, β -环糊精。

中图分类号: O 657. 7

文献标识码: A

文章编号: 1004-8138(2008)04-0735-03

1 引言

樟树 *Cinnamomum camphora* 属樟科的常绿性乔木, 分布于长江以南及西南, 生长区域垂直海拔可达 1000m, 花期 4—5 月, 果期 10—11 月^[1]。樟树的根、枝、叶均可提取挥发油, 油的主要成分为樟脑、松油二环烃、樟脑烯、柠檬烯、丁香油酚等。樟脑在医药、高分子材料、化工防腐、农药等领域均有较广泛的应用; 樟油可作为农药、选矿、肥皂、油漆及香精等原料。樟树的各部分提取的成分具有如下的功效: 止痛、抗沮丧、抗菌、抗痉挛、利心脏、祛肠胀气、轻泻、使皮肤温暖、催汗、抗癌等^[2]。

β -环糊精(β -CD)是由 7 个吡喃葡萄糖单元以 α -1, 4-糖苷键相结合而成的环状低聚糖, 整个分子成截顶圆锥状花环。由于它“内疏水, 外亲水”的分子结构, 使其容易包合不同“客体”化合物形成特殊结构的包合物。近年来, β -环糊精包合技术在食品及药学中应用日益广泛^[3], 但未见用 β -环糊精包合樟树叶油, 由于樟树叶油具有很好的身心疗效, 但容易挥发, 不稳定, 所以采取 β -CD 包合形式来包合挥发油以提高它的稳定性。本实验研究了挥发油与 β -CD 包合物的制备工艺方案。

2 实验部分

2.1 仪器与材料

UV 8500 型双光束紫外/可见分光光度计(无锡科达仪器厂); 900W 电动搅拌机(江苏江阴周庄科技器械厂); 硅胶 G-CMC 薄层板, 自制; β -环糊精(金华迪耳药业有限公司); 樟树叶(采摘于金华职业技术学院内的香樟树); 无水乙醇(分析纯)。

2.2 樟树叶挥发油的提取

称取新鲜樟树叶 300g, 切碎, 置于 1000mL 圆底烧瓶中, 加蒸馏水 250mL, 安装挥发油测定器, 水蒸汽蒸馏提取 2h。馏出液分去水层后, 用无水硫酸钠干燥, 得白色乳状挥发油 3.2mL, 测得密度

本文系金华市科技资助项目(2006-1-130)

联系人, 电话: (0579) 83281932; 手机: (0) 13989412043; E-mail: xsm65@163.com

作者简介: 肖珊美(1965—), 女, 广东省兴宁市人, 副教授, 主要从事光谱分析工作。

收稿日期: 2008-04-22; 接受日期: 2008-05-26

0.76g/mL。收得率= $3.2\text{mL} \times 0.76\text{g/mL} \div 300\text{g} = 0.81\%$ 。

2.3 挥发油 β -CD 包合物的制备

称取 β -CD 固体 8.0g, 加蒸馏水 250mL, 配成 1/50 溶液。在电动搅拌机 (转速 100—200r/min) 搅拌下, 控制温度为 40℃, 滴加挥发油 1.0mL, 搅拌 1.5h, 得大量沉淀。混合物在冰箱中 3—5℃ 放置 24h, 抽滤, 用无水乙醇洗涤, 固形物 40g, 干燥 4h, 得挥发油 β -CD 包合物 6.8g。

$$\text{收得率} = \frac{\text{包合物重量}}{\text{环糊精加入量} + \text{挥发油加入量}} = \frac{6.8\text{g}}{8.0\text{g} + 1.0\text{mL} \times 0.76\text{g/mL}} = 77.63\%$$

2.4 包合物中挥发油的提取和含量测定

称取挥发油 β -CD 包合物 5.0g, 置于 500mL 圆底烧瓶中, 加蒸馏水 150mL, 按 2000 年版《中国药典》一部附录 64 页挥发油测定法甲法提取挥发油, 至油量不再增加, 停止加热, 放置 1h, 读取油量为 0.52mL。

$$\text{包合率} = \frac{\text{包合物中挥发油回收量}}{\text{挥发油加入量} \times \text{收得率}} = \frac{0.52\text{mL} \times 0.76\text{g/mL}}{1.0\text{mL} \times 0.76\text{g/mL} \times (5.0\text{g}/6.8\text{g}) \times 77.63\%} = 91.1\%$$

3 结果与讨论

3.1 挥发油包合前后的薄层色谱法比较

将直接从樟树叶中提取的未包合挥发油 5 滴加入 1mL 乙醇中, 制成样品 A; 将从包合物中提取的挥发油 5 滴加入 1mL 乙醇中, 制成样品 B; 将挥发油 β -CD 包合物 0.1g 加入 1mL 乙醇中制成样品 C。将三个样品分别点样于自制的硅胶 G-CMC 薄层板上, 以乙酸乙酯-石油醚=1:19 的展开剂展开, 以 5% 香草醛浓硫酸为显色剂喷雾, 烘干显色。如图 1。样品 A 为 5 个斑点, 其中第 5 个斑点极小。样品 B 为 4 个斑点, 与样品 A 的 1—4 个斑点完全相同。说明挥发油经包合后主要成分未发生变化。样品 C 没有任何斑点, 说明包合物在醇中是稳定的。

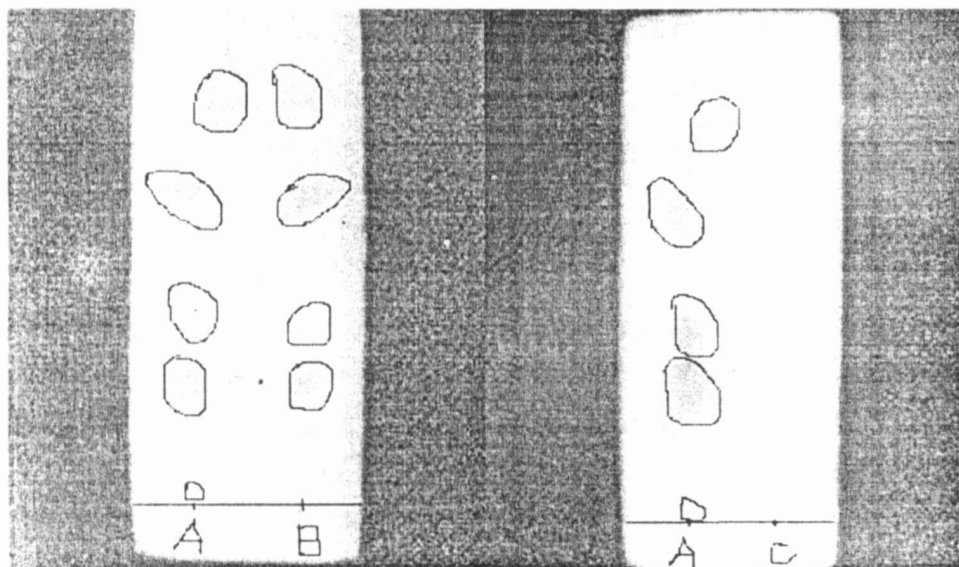


图 1 TLC 谱图

3.2 挥发油包合前后紫外光谱吸收法比较

取少量的樟树叶挥发油及包合物提取的挥发油溶于乙醇中, 置于紫外分光光度计上 190—

400nm 范围内扫描, 测定吸光度。结果表明: 两种溶液的紫外吸收图谱基本一致(如图 2), 说明 β -CD 和樟树叶挥发油形成的包合物并未改变樟树油的理化性质。

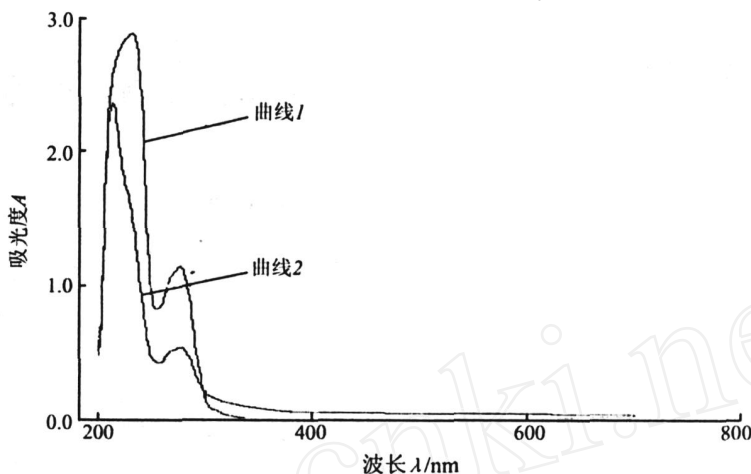


图 2 樟树叶挥发油的紫外图谱

1——包合前樟树叶挥发油紫外吸收曲线;
2——包合后再解吸樟树叶挥发油紫外吸收曲线。

4 结论

按 2000 年版《中国药典》一部附录 64 页挥发油测定法甲法提取挥发油, 包合率可达 91.1%。用紫外光谱法和薄层色谱法可以表征樟树叶挥发油包合前后的理化性质及其包合物的稳定性。

樟树油经 β -环糊精包合后, 大大提高了樟树油的稳定性。樟树油经包合后, 明显改善了对光、氧和热的稳定性。制备樟树挥发油 β -环糊精包合物可作为保存樟树挥发油主要成分的一种方法。

参考文献

- [1] 李锡文. 中国植物志(三十一卷) [M]. 北京: 科学出版社, 1982: 184.
- [2] 刘宝华, 张爱军, 田顺华等. 樟树的临床应用[J]. 中医外治杂志, 2005, 14(1): 39.
- [3] 李香, 林秀丽. 环糊精包合物表征手段的研究进展[J]. 食品与药品, 2007, 9(7): 35—39.

Preparation of β -Cyclodextrin Inclusion Compound of Volatile Oil of Camphor

XIAO Shan-Mei LUO Xiao-Hui YANG Xiao-Dong

(Jinhua College of Profession and Technology, Jinhua, Zhejiang 321017, P. R. China)

Abstract To solve the problem of losing, unsteady camphor volatile oil was extracted from fresh camphor by vapor distillation. β -cyclodextrin inclusion compound of oil was made by saturated solution. Volatile oil from inclusion compound was extracted by vapor distillation. The oil extracted from inclusion compound and free oil was evaluated by thin layer chromatography and UV-spectrometry. There was not difference in the graph of thin layer chromatography between the oil extracted from included ones and free oil. The graphic and the most wavelength of UV-spectrometry was identical, too. β -CD can steady include volatile oil of camphor and the main composition can't change after separated complex.

Key words Camphor, Volatile Oil, β -Cyclodextrin.