

陈皮和木香挥发油的提取与包合研究

金蕾 (浙江省杭州市萧山第一人民医院, 浙江 萧山 311200)

摘要 目的: 研究益胃颗粒中陈皮、木香挥发油的提取与 β -环糊精包合的最佳工艺。方法: 考察不同时间水蒸气蒸馏得到的陈皮、木香的挥发油含量, 并用正交实验设计筛选 β -环糊精包合挥发油的工艺。结果: 提取工艺为用10倍量的水浸泡药材颗粒30 min, 水蒸气蒸馏法提取5 h, 包合的最佳工艺为温度45℃, 挥发油: 环糊精比为1:10, 包合时间2 h。结论: 筛选的提取工艺操作简单, 工艺稳定, 挥发油的提取率和包合率均较高。

关键词 陈皮; 木香; 挥发油; 水蒸气蒸馏法; β -环糊精包合

中图分类号: R925 文献标识码: A 文章编号: 1006-0111(2008)03-0206-02

Extracting and inclusion process of essential oil in Orange peels and Radix Aucklandiae

Jin Lei (Xiaoshan First people's hospital of Hangzhou, Zhejiang 311200, China)

ABSTRACT Objective To Search for best extracting and inclusion process in Orange peels and Radix Aucklandiae. **Methods** The contents of essential oil extracted by steam distillation in orange peels and radix Aucklandiae were observed. The optimal conditions of the saturated aqueous solution method to bundle the essential oil were selected by orthogonal experiment design. **Results** The best extracting process was by using 10 times water to immersion for 30 min, then extracted for 5 h. The best inclusion process was essential oil β -CD as 1:10 and the temperature was 60℃ for 3 h. **Conclusion** The extracting process can extract essential oil sufficiently. The inclusion process has high inclusion rate, and it was stable and easy to operate.

KEY WORDS orange peels, radix Aucklandiae, essential oil, steam distillation method, β -CD inclusion

益胃颗粒由益胃膏通过剂型改良而来, 益胃膏由陈皮、木香、甘草等药组成, 是《卫生部药品标准中药成方制剂》(第五册) 记载的品种^[1], 具有和胃缓急, 理气止痛的功效, 临床上用于治疗胃及十二指肠溃疡及慢性胃炎等病症。原工艺直接将陈皮、木香挥发油加入制剂中, 而挥发油易挥发, 遇光和热不稳定, 用量不易控制。本实验用 β -环糊精对其进行包合, 以降低其挥发性, 消除异味, 增加其稳定性和水溶性, 并有利于颗粒剂的成型。

1 仪器和药品

85-2型磁力加热搅拌器, TG328B分析天平, 陈皮、木香购自浙江华东医药公司, 经鉴定符合2005年版《中国药典》(一部) 陈皮、木香下各项规定, β -环糊精(国药集团化学试剂有限公司), 石油醚、乙醇等试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 挥发油的提取工艺研究^[2] 将已粉碎成粗颗粒的陈皮、木香各100 g置于挥发油提取装置, 用10

倍量的水浸泡30 min后用水蒸气蒸馏法提取挥发油, 按照2005年版《中国药典》(一部) 附录测定挥发油量, 以挥发油量为考察指标, 考察不同时间蒸馏得到的挥发油的量。具体结果见表1。

表1 不同时间蒸馏得到的挥发油量

提取时间 (h)	1	2	3	4	5	6	7
挥发油的量 (mL)	0.7	1.1	1.7	2.0	2.2	2.2	2.3

由表1可知, 当提取时间为5 h时, 挥发油量已达2.2 mL, 提取已比较完全, 挥发油因此提取时间为5 h, 此时挥发油提取率为1.1%。

2.2 挥发油 β -环糊精包合研究。

2.2.1 挥发油 β -环糊精包合正交工艺研究^[3] 采用饱和水溶液法进行包合, 取10 g β -环糊精, 加入100 mL蒸馏水, 水浴加热溶解, 降至相应温度时加入挥发油乙醇溶液, 用磁力搅拌器进行搅拌, 冷藏24 h, 抽滤, 沉淀于40℃干燥, 即得。包合物中挥发油含量的测定方法如下, 将制得的包合物用50 mL石油醚(30~60℃)洗涤2次, 滤过, 挥去石油醚, 取适量置圆底烧瓶中, 加蒸馏水250 mL, 参照2005年版《中国

药典》(一部)附录测定挥发油含量。以包含率为筛选指标,对包含温度(A)、挥发油:环糊精(B)、包含时间(C)进行正交优化筛选。每组实验取 1 mL挥发油进行实验,具体正交设计见表 2 直观分析见表 3 方差分析见表 4 包含率计算公式如下:

表 2 因素水平表

水平	温度(℃)	挥发油:环糊精(mL:g)	包含时间(h)	空白
	(A)	(B)	(C)	(D)
1	35	1:6	1	1
2	45	1:8	1.5	2
3	55	1:10	2	3

表 3 正交试验结果

试验号	因素指标				包含率(%)
	A	B	C	D	
1	1	1	1	1	29.2
2	1	2	2	2	31.6
3	1	3	3	3	33.7
4	2	1	2	3	42.5
5	2	2	3	1	47.9
6	2	3	1	2	49.3
7	3	1	3	2	40.6
8	3	2	1	3	42.8
9	3	3	2	1	44.8
K1	31.50	37.43	40.43	40.63	
K2	46.57	40.77	39.63	40.50	
K3	42.73	42.60	40.73	39.67	
R	15.07	5.17	1.10	0.97	

表 4 方差分析表

误差来源	SS	V	F	显著性
A	367.89	2	223.637	*
B	41.67	2	24.99	*
C	1.94	2	1.78	
D	1.65	2	1.00	
误差	1.65			

$F_{0.05(2,2)} = 19.00$

包含率(%) = (包含物中测得挥发油量 / 投入挥发油量) × 100%

由表 4 方差分析结果表明: A、B 因素的影响存在显著性意义 ($P < 0.05$), C 的影响无显著意义, 由表 3 中极差 R 值大小显示, 各因素主次为 $A > B > C$, 且以 $A_2B_3C_3$ 为较佳的工艺, 结合直观分析与方差分析可知, 选择 $A_2B_3C_3$ 为最佳工艺, 即包含温度为 45℃, 挥发油:环糊精比为 1:10 包含时间 2 h。2.2.2 包含工艺的验证试验 按最佳包含工艺, 即包含温度为 45℃, 挥发油:环糊精比为 1:10, 包含时间 2 h 每次取挥发油各 3 mL 进行提取 ($n = 3$), 得到挥发油包含率分别为 51.3%、49.7% 和 50.2%, 说明包含工艺比较稳定。

3 讨论

本试验采用饱和水溶液法进行挥发油的包含, 具有操作简单、便于工业化生产的优点。通过实验, 得到最佳包含条件为温度 45℃, 挥发油:环糊精比为 1:10 包含时间 2 h。

在环糊精包含反应中, 客体的理化性质是包含效果的直接确定因素。由于陈皮、木香挥发油的理化性质、分子结构存在较大差异, 影响包含效果。本研究的挥发油利用率约为 50%, 说明尚有游离挥发油未被包含, 吸附在包含物表面, 如何提高挥发油的包含工艺还有待于进一步的研究。其次, 本研究未对包含的挥发油组成进行分析, 挥发油提取工艺尚不能证明陈皮、木香挥发油是等量被提取, 而其构成比例的不同是否会影响该制剂的临床疗效还有待探讨。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国卫生部, 卫生部药品标准[S]. 标准编号: WS3-B-1003.
- [2] 李孝栋, 潘卫三, 吴立军, 等. 干姜和白术挥发油提取工艺[J]. 沈阳药科大学学报, 2003, 20(1): 45
- [3] 李维凤, 牛晓峰, 侯 芹, 等. β -环糊精包含白术挥发油的工艺研究[J]. 中国中药杂志, 2005, 30(12): 941

收稿日期: 2008-02-26

(上接第 174 页)

- [4] 丽江纳西族自治县概况编写组. 丽江纳西族自治县概况[M]. 昆明: 云南民族出版社, 1996: 20.
- [5] 刘光明, 马鸿年, 朱旭祥, 等. 纳西族药寿枳中抗癌活性成分的研究及其含量测定[J]. 中国民族民间医药杂志, 1994, 8(3): 31
- [6] 曾育麟. 纳西族的本草书—玉龙本草[J]. 中国民族民间医药杂志, 1999, 36(1): 1
- [7] 和正才讲述, 赵净修译. 崇仁潘迪找药[M]. 丽江: 丽江县文

化馆油印, 1963: 10.

- [8] 曾育麟. 玉龙本草标本图影[M]. 云南: 云南人民出版社, 1959: 8.
- [9] 和海秋. 纳西族治疗流行性腮腺炎方四则[J]. 中国民间疗法, 2002, 10(9): 30.
- [10] 云南省丽江地区卫生局. 丽江中草药[M]. 丽江: 1971: 7.
- [11] 和海秋. 纳西族药物治疗急性慢性肾盂肾炎 36例[J]. 中国民族民间医药杂志, 2002, (5): 275.

收稿日期: 2007-06-25