

不同方法萃取温莪术中挥发油的比较研究

王晓慧¹, 姜程曦², 魏雯雯¹, 曹玉军¹, 李校堃²

(1. 吉林省农业科学院, 吉林 长春 130033; 2. 温州医学院 药学院, 浙江 温州 325035)

摘要:为了优化温莪术中挥发油的提取工艺并筛选最佳提取方法, 采用正交试验方法研究了影响温莪术中挥发油提取的因素。结果表明: 超临界 CO₂ 萃取的最佳提取工艺为压力 25 MPa, 时间 2 h, 温度 65℃, 提取率能达到 4.5%。水蒸汽蒸馏法最佳工艺路线为粒度 10 目, 时间为 9 h, 倍数 10 倍, 提取率能达到 2.5%。说明超临界 CO₂ 萃取法的提取率高, 是提取温莪术挥发油值得推广和有前景的一种方法。

关键词:温莪术; 挥发油; 提取方法

中图分类号:S 567 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2011)17-0194-02

姜科植物温郁金(*Curcuma aromatica* Salisb)是浙江省著名道地药材, 为中国药典多版收载品种, 根茎干燥后为温莪术, 是我国常用名贵中药材, 其性味辛、苦、温, 归肝、脾经。具行气破血, 消积止痛功效。临床用于治疗癥瘕痞块, 瘀血经闭, 食积胀痛; 早期宫颈癌等症。药理研究显示, 其具有抗炎、镇痛、抗肿瘤、抗早孕、抗菌、升高白细胞、保肝、抑制血小板聚集和抗血栓形成等作用。其主要成分为挥发油^[1-2]。作为一种抗肿瘤、抗病毒、抗炎的重要药材^[3], 临床用量和工业化生产用量十分巨大。

超临界流体萃取技术(Supercritical Fluid Extracation, SFE)是近 10 a 发展的一项高新分离技术。国外已应用于食品、香料、石油化工等领域, 国内用于中草药萃取分离还处于起步阶段。水蒸汽蒸馏法为传统的提取技术, 应用较广, 但是因为提取率低而受到限制^[4-5]。现通过利用超临界 CO₂ 萃取和水蒸汽蒸馏法的比较, 研究了影响温莪术提取挥发油的主要因素, 寻求其最佳提取工艺, 为更好地开发利用我国现有资源及超临界 CO₂ 和水蒸汽蒸馏法的应用提供参考依据。

1 材料与方法

1.1 试验材料

温莪术经鉴定是温郁金(*Curcuma wenyujin* Y. H. Chen et C. Ling)的干燥根茎(温州医学院提供)。HA221-50-06 型超临界 CO₂ 萃取装置(江苏南通华安超临界萃取公司), 挥发油提取器符合 2005 年版药典规定。

第一作者简介:王晓慧(1981-), 女, 博士, 助理研究员, 现主要从事温莪术研究工作。E-mail: nongdawxh@126.com。

责任作者:姜程曦(1971-), 男, 博士, 副研究员, 研究方向为中药材 GAP。E-mail: jiangchengxi@126.com。

基金项目:浙江省重点科技攻关资助项目(2005C23019); 浙江省中医药计划资助项目(2008CB049)。

收稿日期:2011-06-10

1.2 试验方法

1.2.1 超临界 CO₂ 流体萃取 为了全面研究超临界 CO₂ 萃取各因素的影响, 设计了正交试验。固定分离压力 5 MPa, 分离温度 50℃, 流量为 22 L/h, 以挥发油的产量为考察指标, 系统考察萃取压力、萃取温度、萃取时间对挥发油得率的影响, 经过综合考虑确立提取的最佳条件, 考察因素及具体水平点, 选取 L₉(3⁴) 正交试验表(表 1)。

表 1 CO₂ 超临界莪术油正交试验因素水平

水平	因素 A 萃取压力/MPa	因素 B 萃取温度/℃	因素 C 时间/h	因素 D 空白
1	20	45	1	1
2	25	55	2	2
3	30	65	3	3

1.2.2 水蒸汽蒸馏 通过文献查阅, 选取对提取结果有较大影响的粒度、时间、加水倍数等 3 因素及其相对应的 3 个水平为工艺考察对象, 以莪术挥发油的提取量(g)为指标, 运用 L₉(3⁴) 正交试验设计表, 设计下列 3 因素 3 水平 9 次试验(表 2)。

表 2 挥发油提取器提取莪术油正交试验因素水平

水平	因素 A 粒度	因素 B 时间/h	因素 C 倍数/倍	因素 D 空白
1	饮片	3	8	1
2	10 目	6	10	2
3	20 目	9	12	3

2 结果与分析

2.1 超临界 CO₂ 流体萃取

由表 3 可知, 因素的主次关系为 A>C>B>D, 由 K 值可知 A 因素中 2 水平提取率最高, B 因素中 3 水平提取率最高, C 因素中 2 水平提取率最高, 其最佳提取工艺为 A₂B₃C₂D₁, 有方差分析可知, A 因素有显著性差异, 而 B、C、D 没有显著性差异(表 4)。综合考虑上述分析, 最佳工艺路线为 A₂B₃C₂D₁, 即压力为 25 MPa, 时间为 2 h, 温度为 65℃。通过正交试验优选出

的最佳工艺条件的提取率能达到 4.5%左右。

表 3 CO₂超临界流体萃取莪术油正交试验直观分析

	A	B	C	D	萃取率/%
1	1	1	1	1	2.98
2	1	2	2	2	3.20
3	1	3	3	3	3.19
4	2	1	2	3	4.05
5	2	2	3	1	4.10
6	2	3	1	2	3.97
7	3	1	3	2	3.74
8	3	2	1	3	3.56
9	3	3	2	1	3.87
K1	3.123	3.590	3.503	3.650	
K2	4.040	3.620	3.707	3.637	
K3	3.723	3.677	3.677	3.600	
R	0.917	0.087	0.204	0.050	

表 4 CO₂超临界流体萃取莪术油正交试验方差分析

因素	偏差平方和	自由度	F 比	F 临界值	显著性
压力	1.301	2	325.250	19.000	*
温度	0.012	2	3.000	19.000	
时间	0.072	2	18.000	19.000	
误差	0	2			

2.2 水蒸气蒸馏法(挥发油提取器)

由表 5 可知,因素的主次关系为 A>B>D>C,由 K 值可知 A 因素中 2 水平提取率最高,B 因素中 3 水平提取率最高,C 因素中 2 水平提取率最高,既最佳提取工艺为 A₂B₃C₂D₂,由方差分析可知,A 因素有显著性差异,B 没有显著性差异,由于 C 的 R 值小于误差项并入误差项(表 6)。综合考虑上述分析,确定最佳工艺路线为 A₂B₃C₂D₁即粒度为 10 目,时间为 9 h,倍数为 10 倍。通过正交试验优选出的最佳工艺条件的提取率能达到 2.5%左右。

表 5 挥发油提取器提取莪术油正交试验直观分析

	A	B	C	D	萃取率/%
1	1	1	1	1	0.84
2	1	2	2	2	1.12
3	1	3	3	3	1.44
4	2	1	2	3	1.96
5	2	2	3	1	1.88
6	2	3	1	2	2.02
7	3	1	3	2	1.64
8	3	2	1	3	1.80
9	3	3	2	1	1.92
K1	1.133	1.480	1.553	1.547	
K2	1.953	1.600	1.667	1.593	
K3	1.787	1.793	1.653	1.733	
R	0.820	0.313	0.114	0.186	

表 6 挥发油提取器萃取莪术油正交试验方差分析

因素	偏差平方和	自由度	F 比	F 临界值	显著性
粒度	1.127	2	19.772	19.000	*
时间	0.150	2	2.632	19.000	
倍数	0.023	2	0.404	19.000	
误差	0.06	2			

3 结论与讨论

超临界 CO₂萃取温莪术油受很多因素的影响,主要有压力、温度、时间等^[6]。在该试验中,压力的影响是至关重要的。超临界 CO₂提取的最佳工艺路线为 A₂B₃C₂D₁,即压力为 25 MPa,时间为 2 h,温度为 65℃。

水蒸汽蒸馏法受粒度、时间、倍数等因素的影响,该研究得出粒度的影响最大,倍数的影响最小。水蒸汽蒸馏法的最佳提取工艺路线为 A₂B₃C₂D₁即粒度为 10 目,时间为 9 h,倍数为 10 倍。

通过正交试验优选出的最佳工艺条件中超临界 CO₂萃取法的提取率能达到 4.5%左右,水蒸汽蒸馏法的提取率能达到 2.5%左右。通过试验可以看出,超临界 CO₂萃取法萃取温莪术油优于水蒸汽蒸馏法,因此,超临界 CO₂技术相比传统的提取方法更具有现实运用意义,更符合现代化工业生产要求,具有更广阔的应用前景^[7]。

参考文献

[1] Hui C,Yohei S,Hirotoishi F,et al. Molecular analysis of medicinally-used Chinese and Japanese Curcuma based on 18S rRNA gene and trnK gene sequences[J]. Biol. Pharm. Bull,2001,24(12):1389-1394.
[2] Huang M T, Ma W, Patricia Y, et al. Inhibitory effects of topical application of low doses of curcumin on 12-o-tetradecanoylphorbol-13-acetate-induced tumor promotion and oxidized DNA based in mouse epidermis[J]. Carcinogenesis,1997,18(1):83-88.
[3] 肖小河,钟国跃,舒光明,等. 国产姜黄属植物的数值分类学研究[J]. 中国中药杂志,2004,29(1):15-24.
[4] 李鹏,张琼光,丁英平,等. 不同方法提取丁香中挥发油的比较[J]. 中国医院药学杂志,2006,26(8):945-947.
[5] 曾虹燕,冯波. 葵花子油不同提取工艺的比较[J]. 中国油料作物学报,2005,27(3):70-73.
[6] 张兴德,刘汉清,郁洪礼. 正交实验法优化 SFE 萃取鸦胆子油工艺参数[J]. 中药材,2006,29(8):851-853.
[7] 罗思,张文焕,赵谋明,等. 肉桂中活性成分的超临界 CO₂ 萃取研究[J]. 食品研究与开发,2008,29(9):72-75.

Comparative Study on Process for Extracting Volatile Oil from *Curcuma. wenyujin*

WANG Xiao-hui¹,JIANG Cheng-xi²,WEI Wen-wen¹,CAO Yu-jun¹,LI Xiao-kun²

(1. Jilin Academy of Agricultural Science,Changchun,Jilin 130033;2. Wenzhou Medical College,Wenzhou,Zhejiang 325035)

Abstract: The cross experiment was used in order to optimize the extracting process of volatile oil in *Curcuma. wenyujin*,and select the best extracting method. The results showed that the extracting rate of supercritical CO₂ extraction was the highest,it was the worthy method of extracting volatile oil of *Curcuma. wenyujin*. The best extracting process of supercritical CO₂ extraction was extraction pressure 25 MPa,2 hours,temperature 65℃,the extracting rate achieved to 4.5%. The best extracting process of Stream distillation was as follows:10 particle size,9 hours,10 times,the extracting rate achieved to 2.5%.

Key words: *Curcuma. wenyujin*; volatile oil; extracting methods