

萨如拉,陈建兴,春花,等. 利用高压热水法提取厚朴的有效精油成分[J]. 江苏农业科学,2017,45(23):184-187.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2017.23.052

利用高压热水法提取厚朴的有效精油成分

萨如拉¹, 陈建兴¹, 春花², 棚桥光彦³, 赵雪梅¹

[1. 赤峰学院生命科学学院, 内蒙古赤峰 024000; 2. 内蒙古蒙牛乳业(集团)股份有限公司, 内蒙古呼和浩特 010000;
3. 日本岐阜大学应用生物科学部, 日本岐阜 501-1193]

摘要:为了提高厚朴中厚朴酚与和厚朴酚的提取率及残渣的有效利用率,对厚朴进行了高压热水提取。高压热水提取法有提取时间短、效率高,能提取材料中的难挥发性成分,并且能把残渣挤压成型为高密度板材等优点。在常压(101.325 Pa)、1.0 MPa、1.5 MPa 等不同压力条件下对厚朴进行了热水提取。在 1.0 MPa 的高压热水提取中得到了常压热水提取 8 倍的得率,并且厚朴酚与和厚朴酚的转移率分别提高了 2 倍和 34%。试验结果表明,在高温高压条件下短时间内得到了高提取率的厚朴酚与和厚朴酚,同时提取到了难挥发的成分。高压热水法提取只使用水蒸气,确保把提取残渣压缩成型为不含任何化学药品的高密度压缩板。

关键词:厚朴;高压热水提取法;厚朴酚;和厚朴酚

中图分类号: R284.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2017)23-0184-04

和厚朴属于木兰科木兰属,是分布在中国中部以及北亚热带地区的落叶乔木,其树皮供药用叫作厚朴或和厚朴^[1]。中药厚朴味苦、辛、温,具有燥湿消炎、下气除满等功效,还具有止痛、止咳、抗溃疡、抗肿瘤、抗肌肉松弛、抗病毒、抗过敏、抗菌等药理作用^[2]。厚朴的主要成分有 α -桉叶醇、 β -桉叶醇、 γ -桉叶醇等挥发油、厚朴木兰箭毒碱等生物碱成分与厚朴酚、和厚朴酚等^[3-4]。

厚朴酚与和厚朴酚的含量是评价厚朴药材品质的重要指标^[5]。通常使用常压热水提取法(即水煎提)提取厚朴的有效成分,但该法提取中,很多有效成分提取不完全,大量的药用成分残留在残渣中被浪费,而且处理残渣也需要很大的人力物力^[6]。为了提高厚朴有效成分的提取效率,本研究采用高温高压热水提取法,以有机溶剂提取出的厚朴酚与和厚朴酚作为厚朴的全部提取量,比较了不同压力条件下厚朴的热水提取率。

1 材料与方法

1.1 材料试剂及仪器设备

材料:日本大峰堂药品工业株式会社提供的中药药材厚朴。

试剂:乙醇、甲苯、乙酸乙酯、碳酸氢钠、氢氧化钠、盐酸厚朴酚标品(批号 378-47992,英文名 Magnolol,简称 Mgn,松浦药业)和厚朴酚标品(批号 378-37293,英文名 Honokiol,简

称 Hnk,松浦药业)。

仪器设备:索氏提取仪、油浴、日阪高温高压成型设备 HTP-40/58;三浦贯流蒸汽锅炉 FH-300;日本岛津 GCMS-QP5050A。

1.2 试验方法

1.2.1 厚朴的有机溶剂提取 为了测定 5.16 g 厚朴(干质量 4.74 g)的全提取成分,进行有机溶剂提取^[7]。在常压下使用索氏提取器,将 150 mL 乙醇·甲苯的混合液(1:2 体积比)倒入平底烧瓶,在油浴中(115±3)℃进行 24 h 回流浓缩。使用乙酸乙酯溶解提取物,用水进行分液成有机层和水层后去除水层。有机层里加 NaHCO₃ 溶液分液,回收水层。得到的有机层里再加 NaOH 溶液分液,同样回收水层。在回收的 NaOH 水溶液和 NaHCO₃ 水溶液里分别加盐酸,将溶液变成酸性。再把酸性溶液用乙酸乙酯来分液、浓缩,得到厚朴的目的提取成分,把它当作全部提取成分。原料干质量的精油得率由“公式(1)”来计算并进行 GC-MS 分析:

$$\text{精油得率} = \frac{m_1}{m_2} \times 100\% \quad (1)$$

式中: m_1 表示精油质量(g); m_2 表示原料干质量(g)

1.2.2 厚朴的常压热水提取 在常压条件下把 50.00 g 厚朴(干质量 45.7 g)放在 1 000 mL 纯水里,100℃煮 40 min。进行煎液的过滤和药渣的清洗,洗液和煎液混合在一起,使用乙酸乙酯分液。回收有机层,浓缩后得到常压热水提取的精油。称量精油的质量,由公式(1)求原料干质量相对应的精油得率,并进行气相色谱-质谱(GC-MS)分析。

1.2.3 1.0 MPa 条件下厚朴的高压热水提取 (1)高温高压水蒸气蒸馏装置。高温高压水蒸气蒸馏装置,最大可以承受 2.2 MPa 的压力,装置内安装有蒸馏设备,高压水蒸气蒸馏装置见图 1。锅炉的常用压力 30 kg/cm² G、蒸发量 30 kg/h^[8-9]。为了防止有效成分的挥发,在排水管上连接导管并把导管缠绕成捆,用流动的冷水对导管缠绕部分进行降温,本试验从排水管回收高压热水提取液。(2)提取液回收。

收稿日期:2016-06-18

基金项目:内蒙古自治区高等学校科学研究项目(编号: NJZC16258);赤峰学院科研项目(编号: ZRYB200605);内蒙古教育厅高校资助项目(编号: NJJ0238)。

作者简介:萨如拉(1976—),女,内蒙古通辽人,博士,讲师,主要从事生物质资源有效利用技术的开发与应用。E-mail: sarula20081212@sohu.com。

通信作者:赵雪梅,硕士,副教授,主要从事园林植物与观赏园艺研究。E-mail: zxm1133@126.com。

厚朴 1 000 g(干质量 914 g)加 2 500 mL 水,浸泡 24 h 后,装进高温高压设备中,压力为 1.0 MPa,蒸煮 30 min 后,从排水管回收提取液 40 min。回收液分析同“1.2.2”节的方法。

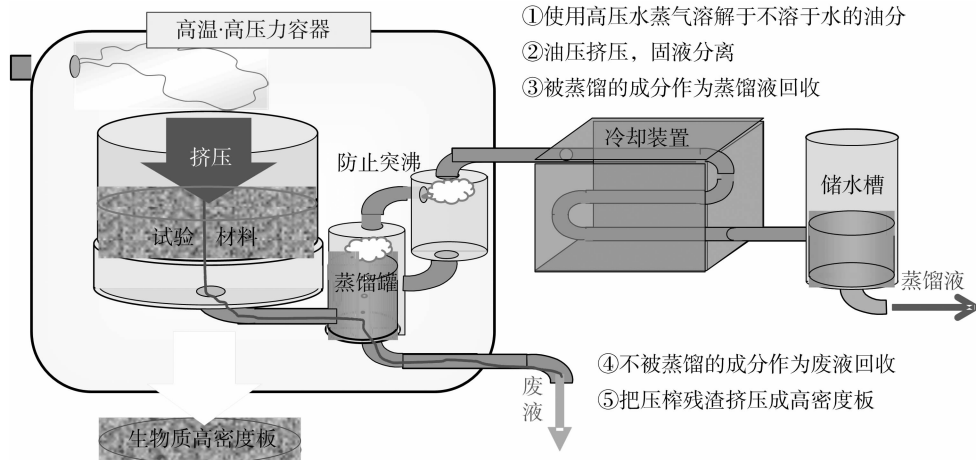


图1 高压水蒸气蒸馏装置

2 结果与分析

2.1 有机溶剂提取

厚朴有机溶剂提取得到的乙醇·甲苯提取物为 0.32 g,即得率为 6.80%。根据厚朴酚与和厚朴酚标准品的光谱,分析 GC-MS 以及 MS 光谱,确定了厚朴的主要成分厚朴酚与和厚朴酚(图 2)。根据 GC-MS 分析厚朴酚色谱图面积比为

1.2.4 1.5 MPa 条件下厚朴的高压热水提取 使用同样的试验装置,在 1.5 MPa 条件下对 1 000 g 厚朴(干质量 914 g)进行高压热水提取,方法同“1.2.3”节。

- ①使用高压水蒸气溶解于不溶于水的油分
- ②油压挤压，固液分离
- ③被蒸馏的成分作为蒸馏液回收

- ④不被蒸馏的成分作为废液回收
- ⑤把压榨残渣挤压成高密度板

49%、和厚朴酚为 18%。根据面积比定量的结果,厚朴酚质量为 0.14 g,对厚朴干质量的得率为 2.98%;和厚朴酚质量为 0.05 g,对厚朴干质量的得率为 1.07%;倍半萜烯质量为 0.03 g,对厚朴干质量的得率为 0.58%。将这一结果当作干厚朴中包含的全部厚朴酚、和厚朴酚,作为计算转移率的指标。

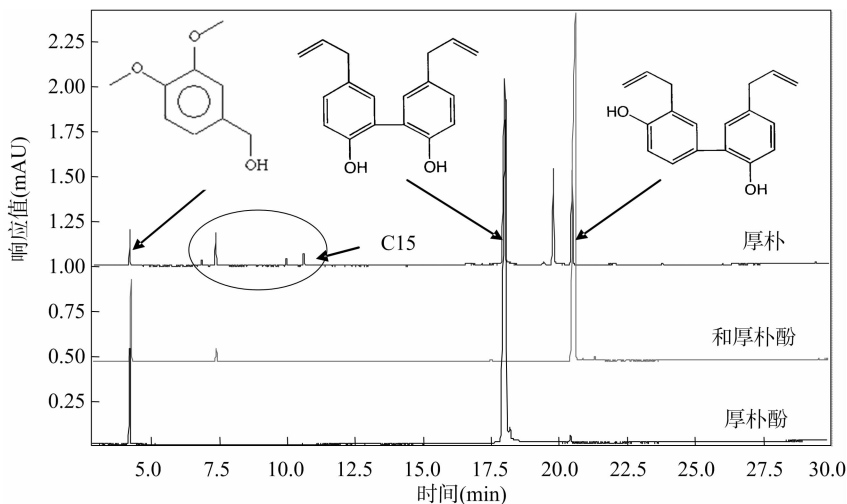


图2 厚朴有机溶剂提取结果和 Mgn、Hnk 标品的 TIC 比较

2.2 厚朴的常压热水提取

厚朴的常压热水提取得到了 0.32 g 的精油成分,对其干质量的得率仅为 0.71%,相对厚朴的有机溶剂提取得率来说非常低。可能由于常压提取的温度低,精油成分没有全部溶解而导致的。热水提取物的 GC-MS 色谱图及对应的主要峰值化合物见图 3,可检测出厚朴酚、和厚朴酚、 β -桉叶油醇等成分。精油成分化合物的组成是由内部标准和峰值面积比计算得到的(表 1)。厚朴酚质量为 0.08 g,精油中的含量为 1.21%;和厚朴酚质量为 0.04 g,精油中的含量为 0.58%;倍半萜烯类质量为 0.15 g,精油中的含量为 0.77%。把有机溶剂提取值作为理论值,计算转移率(以下相同),厚朴酚的转

移率为 2.86%,和厚朴酚的转移率为 3.81%。结果表明,在常压热水提取下厚朴酚、和厚朴酚等成分的转移率比较低,没有被有效提取,大量残留在厚朴提取残渣中并被废弃。表明高温高压热水蒸煮,简单、快速地溶解了难溶性成分,从而得到了较高的转移率。

2.3 1.0 MPa 的厚朴热水提取

在 1.0 MPa 的厚朴高压热水提取中,回收了 15 260 mL 提取液,得到了 52.30 g 精油成分,对干质量的相对得率为 5.72%,是常压热水法得率的 8 倍。对应 GC-MS 的色谱图和主要峰值的化合物见图 4。检测出厚朴酚、和厚朴酚和 β 、 α -桉叶油醇等成分,并且相较于常压热水提取法倍半萜烯

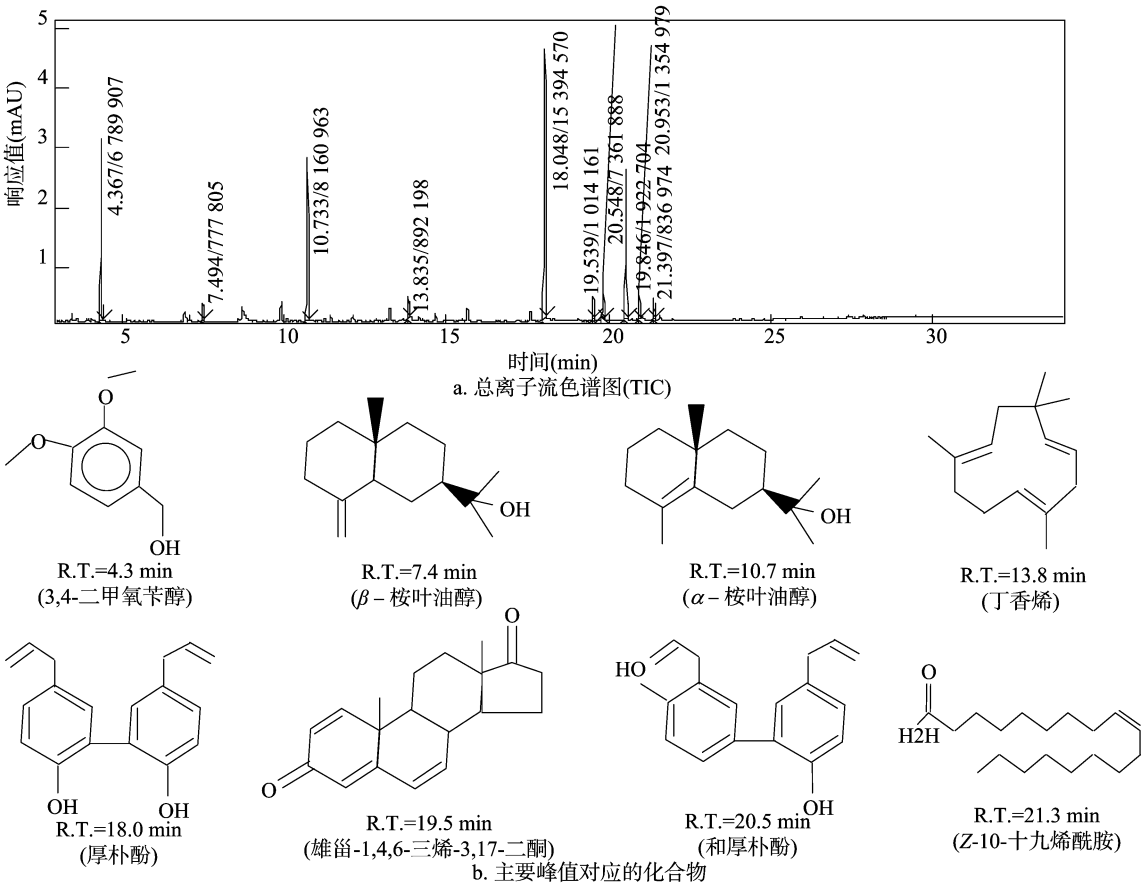


图3 厚朴热水提取成分的 TIC 和主要峰值对应的化合物

表 1 不同压力热水提取的精油成分、得率,厚朴酚、和厚朴酚的含量以及转移率

| 压力 | 精油成分质量(g) | 干质量得率(%) | 厚朴酚质量(g) | 厚朴酚精油成分含量(%) | 和厚朴酚质量(g) | 和厚朴酚精油成分含量(%) | 倍半萜烯类质量(g) | 倍半萜烯类精油成分含量(%) | 厚朴酚转移率(%) | 和厚朴酚转移率(%) |
|----------------|-----------|----------|----------|--------------|-----------|---------------|------------|----------------|-----------|------------|
| 常压(101 325 Pa) | 0.32 | 0.71 | 0.08 | 1.21 | 0.04 | 0.58 | 0.15 | 0.77 | 2.86 | 3.81 |
| 1.0 MPa | 52.30 | 5.72 | 2.62 | 5.01 | 0.50 | 0.95 | 0.16 | 4.47 | 9.60 | 5.09 |
| 1.5 MPa | 50.54 | 5.52 | 1.38 | 2.74 | 0.28 | 0.55 | 2.47 | 4.89 | 5.08 | 2.82 |

类也有增加。精油成分化合物的组成是由内部标准和峰值面积比计算得到的,厚朴酚质量为 2.62 g,精油中的含量为 5.01%;和厚朴酚质量为 0.50 g,精油中的含量为 0.95%;倍半萜烯类质量为 0.16 g,精油中的含量为 4.47%。厚朴酚的转移率为 9.60%,和厚朴酚的转移率为 5.09%(表 1)。厚朴酚的转移率已经达到了常压热水提取法的 3 倍,和厚朴酚的转移率较常压热水提取法提高 34%。

2.4 1.5 MPa 下的厚朴热水提取

在 1.5 MPa 的厚朴高压热水提取中,回收了 9 600 mL 提取液,比 1.0 MPa 处理少了 5 600 mL。提取的精油成分为 50.54 g,对干质量相应的得率为 5.52%,相比常压热水提取得到了较高的得率,但与 1.0 MPa 的高压热水提取相比几乎没有差别。不同条件下的厚朴热水提取色谱见图 5。1.5 MPa 条件下有更多的峰值,特别是 RT3 - RT14 有很多倍半萜烯峰值,倍半萜烯类的含量有明显增加,表明压力越高,难溶性成分越容易溶解并被提取。精油成分化合物的组成是由内部标准和峰值面积比计算得到的,厚朴酚质量为 1.38 g,精油中的含量为 2.74%;和厚朴酚质量为 0.28 g,精油中的

含量为 0.55%;倍半萜烯类质量为 2.47 g,精油中的含量为 4.89%。厚朴酚、和厚朴酚的精油中的含量低于 1.0 MPa 条件的含量,倍半萜烯类的含量增加了。厚朴酚的转移率为 5.08%,和厚朴酚的转移率为 2.82%,也低于 1.0 MPa 条件的转移率(表 1)。

3 讨论与结论

在厚朴 3 种不同压力条件下的热水提取中,1.0 MPa 提取得了最高的得率与转移率。1.5 MPa 试验中回收的提取液比 1.0 MPa 条件减少的原因:(1)蒸煮过程中,高压比较难控制,随着蒸煮时间的延长,渐渐减少导入的蒸汽量,从而影响了提取液的回收量;(2)高压蒸煮、挤压、从排水管回收蒸馏液的一连串过程中,蒸馏设备内管道的烧焦和残渣烧焦比较严重,这些烧焦物质堵塞了排水管,妨碍了提取液的回收。

1.5 MPa 条件下的提取物化合物的种类有增加现象,从得率角度看倍半萜烯的得率提高了,但厚朴酚、和厚朴酚的得率比 1.0 MPa 热水提取降低了。表明蒸煮的压力和温度有可

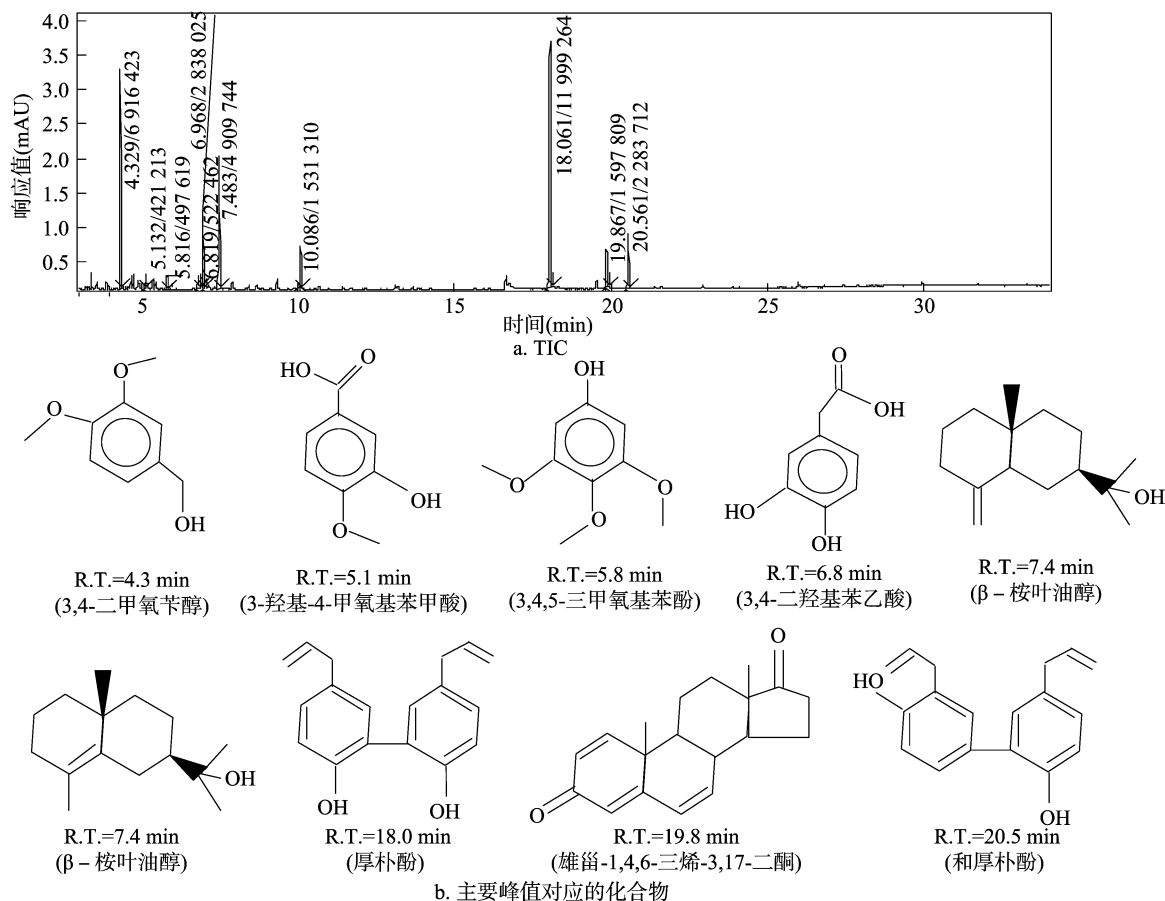


图4 1.0 MPa 厚朴热水提取成分的 TIC 和主要峰值对应的化合物

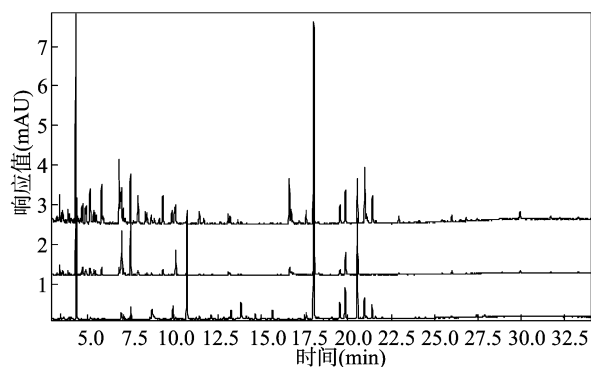


图5 不同条件下厚朴热水提取成分的 TIC

能越高越有利于药材有效成分的提取,但采用本方法在高温高压 1.5 MPa 提取时却显现了一定的弊端,不仅出现了烧焦现象,而且提取量较适当的高压力 1.0 MPa 有所减少,所以高压热水提取有必要考虑更适合装置和原料的最适合的压力范围。1.5 MPa 条件虽然比常压热水提取提高了 3 倍的得率,但没达到更高的提取效果,有可能本试验装置更适合高压水蒸气蒸馏提取,有必要尝试厚朴的高压水蒸气蒸馏。

本研究以短时间内高效提取中药的有效成分以及残渣的再利用为目的,对厚朴分别进行了常压、1.0、1.5 MPa 条件下的热水提取。在 1.0 MPa 的提取条件下得到了比常压提取高 8 倍的得率、高 3 倍的厚朴酚和高 2 倍的和厚朴酚转移率,并提取到了在常压热水提取中没有提取到的难挥发的有效成分。适度的高温高压热水蒸煮,可以把难溶性的成分简单而

快速溶解,可以得到高提取率。高压热水提取法的最大优点是只使用水蒸气,而且与有机溶剂提取方法的提取效果相接近。使用本方法可以从中药中提取更多的有效成分,今后高压热水提取法有望作为一种新的中药成分提取方法被广泛采用。

参考文献:

- [1]坂井至通. 汉方药として利用される「ホオノキ」[J]. 林业技术, 2002, 12(3): 729-736.
- [2]六反田潤子. 高压水蒸气蒸馏によるタイム葉精油成分の効率的抽出[D]. 日本岐阜: 岐阜大学, 1997.
- [3]日本薬局方解説書編集委員会. 正日本薬局方解説書[M]. 14 版. 东京: 广川书店, 2001: 310-315.
- [4]田原正敏編集. 繁用生薬の成分定量[M]. 1 版. 东京: 广川书店, 1989: 145-151.
- [5]刘存芳. 反相高效液相色谱法测定厚朴树叶中的厚朴酚[J]. 江苏农业科学, 2015, 43(8): 311-313.
- [6]浅井淳子. 高压水蒸气蒸馏によるスギおよびヒノキ葉部の精油成分の効率的採取[D]. 岐阜: 岐阜大学, 2009.
- [7]日本木材学会編. 木質科学実験マニュアル[M]. 东京: 文永堂出版社, 2000: 172-175.
- [8]薩如拉, 中村晋平, 棚橋光彦, 等. 高压水蒸气処理による丸竹の新規平板展開法の開発[J]. 木材学会, 2012, 58(4): 193-200.
- [9]薩如拉, 中村晋平, 棚橋光彦, 等. 高压水蒸气処理による完全平板展開竹材の物性[J]. 木材学会, 2012, 58(4): 201-208.