

水蒸气蒸馏萃取法和同时蒸馏萃取法提取款冬花挥发油的比较

闫克玉¹, 贾玉红¹, 闫洪洋²

(1. 郑州轻工业学院 食品与生物工程学院, 河南 郑州 450002; 2. 中国烟草总公司职工技术培训中心, 河南 郑州 450008)

摘要: 分别采用水蒸气蒸馏萃取法和同时蒸馏萃取法提取款冬花的挥发油, 鉴定出其中的 10 种和 20 种化合物, 占总峰面积的 88.42% 和 82.03%, 而其中相同的化学成分有 7 种, 主要是 β -红没药烯和 7, 10, 13-十六三烯醛。同时蒸馏萃取法挥发油得率为 1.936%, 而水蒸气蒸馏萃取法挥发油得率为 1.023%, 说明同时蒸馏萃取法是款冬花挥发油可行的提取方法。

关键词: 款冬花; 水蒸气蒸馏萃取; 同时蒸馏萃取; 挥发油

中图分类号: S567.23⁺9 文献标识码: A 文章编号: 1004-3268(2008)07-0091-03

Comparisons of the Two Methods Between Steam Distillation Extraction and Simultaneous Distillation Extraction for Extracting the Volatile Oil from *Tussilago farfara* L.

YAN Ke-yu¹, JIA Yu-hong¹, YAN Hong-yang²

(1. Food Engineering Department, Zhengzhou Light Industry Institute Zhengzhou 450002 China;

2. China Tobacco Training Center for Professional Technicians, Zhengzhou 450008 China)

Abstract: There were 10 and 20 kinds of volatile oil extracted from *tussilago farfara* by the two methods of steam distillation extraction and simultaneous distillation extraction, respectively, accounting for 88.42% and 82.03% of total apices areas. Among these compounds, seven kinds of chemical components were same. The primary chemical components were β -bisabolene and 7, 10, 13-Hexadecatrienal. The volatile oil ratio of *tussilago farfara* extracted by simultaneous distillation extraction was 1.936%, while by the method of steam distillation extraction was 1.023%. So the way of simultaneous distillation extraction was feasible to extract volatile oil from *Tussilago farfara* L.

Key words: *Tussilago farfara* L.; Steam distillation extraction; Simultaneous distillation extraction; Volatile oil

款冬花(*Tussilago farfara* L.)^[1] 又名冬荏、九九花、西冬花等, 为菊科(Compositae)多年生草本植物款冬的干燥花蕾, 分布于河北、山西、内蒙古、陕西、宁夏、青海、甘肃、新疆、河南、江西、湖北、湖南、四川、西藏等省(自治区)。据中医研究, 款冬花味

辛, 微苦, 性温, 归脾经, 具有润肺下气、化痰止咳, 治咳逆喘息、喉痹等功效, 是民间常用的一种中药。对其挥发油化学成分的研究, 虽已有报道^[2-4], 但其挥发油传统的提取方法为水蒸气蒸馏法, 本研究对水蒸气蒸馏萃取和同时蒸馏萃取 2 种方法提取的款冬

收稿日期: 2008-01-07

基金项目: 郑州轻工业学院重大科技项目预研专项基金资助项目(2005XYJJ04)

作者简介: 闫克玉(1950-), 男, 河南沈丘人, 教授, 主要从事烟草原料学、烟草化学、卷烟工艺学的教学和科研工作。

花挥发油的得率及化学成分进行了比较,旨在寻求款冬花挥发油提取的可行方法。

1 材料和方法

1.1 材料

款冬花粉末(过内径 0.63mm 的筛子);二氯甲烷(分析纯,山东莱阳双双化工有限公司),无水乙醚(分析纯,天津市化学试剂三厂),无水硫酸钠(分析纯,北京益利精细化学品有限公司)。

1.2 仪器与设备

安捷伦 6890GC/5973MS 气质联用仪;同时蒸馏提取器;挥发油提取器;电热恒温水浴锅(北京医疗设备厂);KDM 型调温电热套(山东鄞城光明仪器有限公司);BS-200S 型电子天平(北京赛多利斯天平有限公司);德国 KBF-240 型恒温恒湿箱(香港路易企业有限公司)。

1.3 挥发油的提取

水蒸气蒸馏萃取方法:称取款冬花粉末 25.050g,置于 1000mL 圆底烧瓶中,加入 400mL 蒸馏水,加入沸石,连接挥发油提取器,加热,保持微沸 6h,至挥发油的量不再增加,用重蒸乙醚多次萃取挥发油。以无水硫酸钠脱水,过滤,滤液转入浓缩瓶中,常压蒸馏浓缩至无乙醚气味,得淡黄色油液,储存于冰箱中作为 1 号样备用。

同时蒸馏萃取方法:称取款冬花粉末 25.004g,置于 1000mL 圆底烧瓶中,加入 400mL 蒸馏水,加入沸石,连接于同时蒸馏萃取装置一端,用电热套加热,电热套的电压保持在 100V 左右;装置的另一端连接装有 40mL 二氯甲烷的 100mL 烧瓶,在 60℃ 下水浴加热,同时蒸馏萃取 6h。以无水硫酸钠脱水,过滤,滤液转入浓缩瓶中,常压浓缩至无二氯甲烷的气味,得黄褐色油液,储存于冰箱中作为 2 号样备用。

1.4 定性定量分析条件

色谱条件:色谱柱:HP-5 (30m×0.25mm×0.25μm);进样口温度:260℃;检测器(FID)温度:270℃;载气: N₂;燃料气: H₂, 35 mL/min;空气, 300 mL/min;柱头压: 33.9kPa;进样量: 0.2μL;分流比: 10:1;程序升温:在 45℃ 保持 2min,以 4℃/min 升温到 260℃,在 260℃ 保持 15min。

质谱条件:传输线温度:270℃;EI 源电子能量:70eV;电子倍增器电压:1200V;质量扫描范围:30~550amu;离子源温度:230℃;四极杆温度:150℃;利用 Nist98 谱库对采集到的质谱图进行检索。

2 结果与分析

图 1, 2 分别是 1 号和 2 号款冬花挥发油总离子流,采用计算机检索和解析各峰相应的质谱图,分别检出 13 种和 33 种化合物,共鉴定出其中的 10 种和 20 种化合物,分别占总峰面积的 88.42% 和 82.03%,同时通过面积归一化法从其总离子流图中计算出各成分的相对含量,结果见表 1。

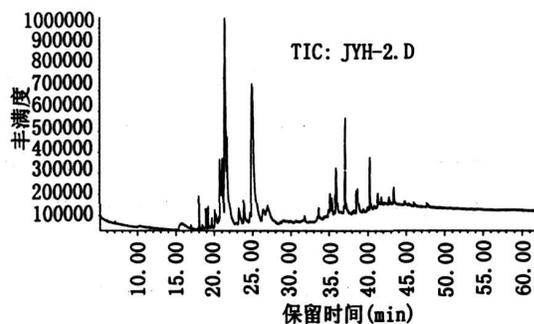


图 1 1 号款冬花挥发油的总离子流

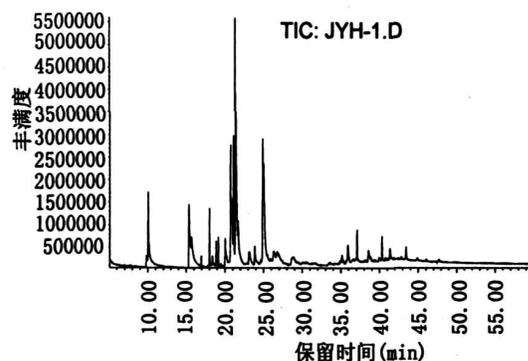


图 2 2 号款冬花挥发油的总离子流

研究表明:(1)采用水蒸气蒸馏萃取法和同时蒸馏萃取法提取款冬花的挥发油,其化学组分和含量不尽相同。这可能是同时蒸馏萃取过程温度低及挥发性成分蒸发出来就被二氯甲烷萃取,尽可能减少了挥发性成分的散失和某些对热不稳定及氧化成分的分解。而水蒸气蒸馏法提取过程温度过高,为一开放的系统,容易使一些低沸点化合物散失和对热不稳定及氧化成分的破坏;(2)水蒸气蒸馏萃取法和同时蒸馏萃取法提取款冬花挥发油得率分别为 1.023% 和 1.936%,同时蒸馏萃取方法得率比较高,这可能是水蒸气蒸馏过程中挥发油粘壁,使挥发油损失;(3)水蒸气蒸馏萃取提取挥发油需要大量的乙醚,脱除溶剂麻烦,且生产成本较高。而同时蒸馏萃取提取挥发油,仅需要少量的溶剂就可以实现对挥发油的高效率萃取,不但节约溶剂,而且缩短了除去溶剂过程中所采用的较高温的加热时间,可以实

现对挥发性成分的较大保留,因而同时蒸馏萃取法为提取款冬花挥发油较为理想的方法;(4)2种方法提取的挥发油相同的化学成分有7种,其中倍半萜和烯烃含量较高,含量在3%以上的有 β -红没药烯、 δ -杜松烯、双环吉玛烯和 β -葎澄茄油烯等倍半萜类化合物及7,10,13-十六三烯醛。其主要成分

为 β -红没药烯,这与文献[2]、[3]报道的款冬花挥发油主要成分是十一碳烯有较大的差异,可能是由于款冬花的来源和检测方法不同造成的。而与文献[4]报道的款冬花挥发油主要成分是 β -红没药烯相同。通过对款冬花挥发油化学成分的研究,为该植物有效开发利用提供了科学依据。

表1 2种方法提取款冬花挥发油化学组分比较

化合物名称	分子式	分子量	相对含量(%)	
			1号	2号
1-庚基-2-甲基-环丙烷(Cyclopropane, 1-heptyl-2-methyl-)	C ₁₁ H ₂₂	154		5.99
Z-环癸烯[Cyclodecene (Z)-]	C ₁₀ H ₁₈	138		6.91
1-十三烯(1-Tridecene)	C ₁₃ H ₂₆	182		5.11
1,5,5-三甲基-6-亚甲基-环己烯(1,5,5-Trimethyl-6-methylene-cyclohexene)	C ₁₀ H ₁₆	136		0.31
α -葎澄茄油烯(alpha-Cubebene)	C ₁₅ H ₂₄	204		1.9
古巴烯(Copaene)	C ₁₅ H ₂₄	204	1.23	
β -葎澄茄油烯(beta.-Cubebene)	C ₁₅ H ₂₄	204	3.35	5.06
石竹烯(Caryophyllene)	C ₁₅ H ₂₄	204	0.87	0.78
α -石竹烯(alpha-Caryophyllene)	C ₁₅ H ₂₄	204		2.37
双环吉玛烯(Bicyclgermacrene)	C ₁₅ H ₂₄	204	5.99	6.05
β -红没药烯(β -bisabolene)	C ₁₅ H ₂₄	204	26.59	21.12
δ -杜松烯(δ -cadinene)	C ₁₅ H ₂₄	204	8.86	4.65
β -紫罗兰酮(beta-ionone)	C ₁₃ H ₂₀ O	192		1.34
双环[3.2.1]辛烷(Bicyclo[3.2.1]octane)	C ₈ H ₁₄	110	9.07	
1,11,13-十八三烯(1, E-11, Z-13-Octadecatriene)	C ₁₈ H ₃₂	248		6.54
7,10,13-十六三烯醛(cis, cis, cis-7,10,13-Hexadecatrienal)	C ₁₆ H ₂₆ O	234	23.77	9.48
1-甲酰基-2,2-二甲基-3-反-[3-甲基-2-丁烯]-6-亚甲基环己烷[1-Formyl-2,2-dimethyl-3-trans-(3-methyl-but-2-enyl)-6-methylidene-cyclohexane]	C ₁₅ H ₂₄ O	220		0.82
十六烷(Hexadecane)	C ₁₆ H ₃₄	226	3.1	
十八烷(Octadecane)	C ₁₈ H ₃₈	254		1.19
二十四烷(Tetracosane)	C ₂₄ H ₅₀	338		0.19
二十三烷(Tricosane)	C ₂₃ H ₄₈	324	5.59	1.48
二十七烷(Heptacosane)	C ₂₇ H ₅₆	280		0.74

注:1号——水蒸气蒸馏萃取提取的挥发油;2号——同时蒸馏萃取提取的挥发油

3 结论

1) 采用水蒸气蒸馏萃取法和同时蒸馏萃取法提取款冬花的挥发油,其化学组分和含量不尽相同,但主要成分是相同的。

2) 水蒸气蒸馏萃取法和同时蒸馏萃取法提取款冬花挥发油得率分别为1.023%和1.936%,同时蒸馏萃取方法挥发油得率比较高。

3) 2种方法提取的挥发油相同的化学成分有7种,其中倍半萜和烯烃含量较高,含量在3%以上的有 β -红没药烯、 δ -杜松烯、双环吉玛烯和 β -葎澄茄油

烯等倍半萜类化合物及7,10,13-十六三烯醛。

参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 233.
- [2] 刘晓冬, 卫永第, 安占元, 等. 中药款冬花挥发油成分分析[J]. 白求恩医科大学学报, 1996, 22(1): 33.
- [3] 余建清, 于怀东, 邹国林, 等. 款冬花挥发油化学成分的GC-MS分析[J]. 中国中药杂志, 2005, 30(15): 1216-1218.
- [4] 刘玉峰, 杨秀伟, 武滨, 等. 款冬花挥发油成分的GC-MS分析[J]. 中国药学, 2006, 15(1): 10-14.