

苍艾香薰油的气相色谱——质谱分析*

陈柏君, 马云淑, 熊磊[△]

(云南中医学院, 云南昆明 650500)

〔摘要〕目的: 研究苍艾香薰油的主要化学成分, 考察提取工艺的可行性。方法: 采用水蒸气蒸馏法从苍艾复方中提取挥发油, 观察苍艾香薰油的稳定性并用气相色谱-质谱联用 (GC-MS) 法对其主要化学成分进行分析鉴定, 用归一法计算各组分的相对百分含量。结果: 本实验提取出的挥发油共检测出 37 种化学成分, 鉴定了其中 13 种主要化学成分及含量, 能较好的保留组方中药物的主要成分; 高温加热后苍艾香薰油的体积无明显变化, 颜色变化较为明显, 且对药物化学成分的含量有一定的影响, 能降低其大部分有效成分的含量。结论: 苍艾香薰油提取工艺可行, 能较好的保留组方中药物的主要有效成分。

〔关键词〕苍术; 艾叶; 挥发油; 气相色谱-质谱联用

中图分类号: R284.2 文献标志码: A 文章编号: 1000-2723(2011)03-0013-04

苍艾香薰油系以熊磊教授预防上呼吸道感染的临床验方为基础, 选用苍术、艾叶、藿香等含挥发油成分较多、气味清香、抗菌力强的中药组方。方中苍术、艾叶芳香化湿、避秽解毒为君; 藿香芳香化湿、解表祛暑为臣, 诸药合用, 共奏芳香化浊、避秽解毒之功。本研究将苍艾复方制成新型鼻腔给药吸入剂, 通过水蒸气蒸馏法提取复方中的挥发油, 观察苍艾香薰油的稳定性并用气相色谱-质谱联用 (GC-MS) 法对其主要化学成分进行分析鉴定, 用归一法计算各组分的相对百分含量, 考察提取工艺的可行性。实验结果证实苍艾香薰油提取工艺可行, 能较好的保留组方药物的主要有效成分, 现报道如下:

1 仪器与药材

仪器: 挥发油提取器、冷凝管、调温电热套 (北京中兴伟业仪器有限公司), 万能粉碎机 (中草药万能粉碎机 FW177 型, 天津市泰斯特仪器有限公司), 气相色谱仪 (美国气相色谱-质谱联用仪 Agilent Technologies 公司 HP5890), 气相色谱-质谱联用仪 (美国 Agilent Technologies 公司 HP6890GC/5973MS)。

药材: 苍术为菊科植物北茅术 (*Atractylodes chinensis* (DC.) Koidz.) 的干燥根茎 (产品批号: 20090301, 亳州双华中药饮片厂); 艾叶为菊科多年生植物艾叶 (*Artemisia argyi* Levl. et Vant.) 的干燥叶 (产品批号: 20090301, 亳州双华中药饮片厂); 藿香为唇形科植物广藿香 (*Pogostemon cablin* (Blanco) Benth.) 的干燥地上部分 (产品批号: 20090204, 鸿翔中草药有限公司)。(均购自昆明一心堂药业, 经云南中医学院中药学院药植鉴定教研室杨树德教授鉴定备用。)

2 苍艾香薰油提取

将苍术、艾叶粗粉; 精确称取苍术、艾叶各 100g, 其余组方药各 50g; 将其置于 5 000mL 的圆底烧瓶中, 采用水蒸汽蒸馏法, 选用挥发油提取器, 按照 2010 版药典附录 XD 挥发油测定法-甲法进行实验, 每次加入 8 倍量水, 浸泡 8~10h, 提取 7h, 收集到的苍艾香薰油为金黄色油状液体, 密度 <1, 用无水硫酸钠除去其中多余的水分, 保留在棕色瓶放入 2~8℃ 的冰箱中保存备用。

3 气质色谱分析

3.1 待测样品

* 基金项目: 云南省应用基础研究项目 (NO: 2008ZC099M)

收稿日期: 2010-12-28 修回日期: 2011-04-12

作者简介: 陈柏君 (1983~), 女, 云南昆明人, 云南中医学院 2007 级硕士研究生。研究方向: 中医儿科学。△通信作者: 熊磊, E-mail: xlluck@sina.com

1#: 为水蒸气提取后加入无水硫酸钠除去多余的水分所得苍艾香薰油

2#: 为水蒸气提取后继续回流提纯, 300℃ 加热 30min 所得苍艾香薰油

3.2 GC 条件

HP-5MS 石英毛细管色谱柱 (30m × 0.25mm × 0.25μm), 柱温 80 ~ 240℃, 程序升温 3℃/min; 柱流量为 1.0mL/min; 进样口温度 250℃, 柱前压 100kPa, 进样量 0.05μl; 分流比 40:1, 载气为高纯氦气。

3.3 MS 条件

电离方式 EI, 电子能量 70eV, 离子源温度 250℃, 离子源温度 230℃, 四级杆温度 150℃, 质量范围 35 ~ 500, 采用 wiley7n.1 标准库计算机索定性。

3.4 方法

考察香薰油的质量以及在高温加热后的稳定性。

3.5 结果

3.5.1 苍艾香薰油的稳定性变化

高温加热后苍艾香薰油的体积无明显变化, 颜色变化较为明显, 由原来的金黄色变成了红褐色, 性状无明显改变, 但是流动性明显增强了。见表 1。

表 1 苍艾香薰油的稳定性变化

观测项目	1# (室温)	2# (300℃)
颜 色	金黄色	红褐色
性 状	油 状	油 状
流动性	中	增 强
气 味	芳 香	刺 鼻

3.5.2 气质色谱分析

经气质色谱分析, 本实验提取的挥发油共检测出 37 种化学成分, 鉴定了其中 13 种主要化学成分及含量, 见图 1、表 2 所示。1 号样品的大部分化学成份的含量均高于 2 号样品。说明高温加热后对药物化学成分的含量有一定的影响, 能降低其大部分有效成分的含量, 产生刺鼻的香气, 颜色更深, 但还不能肯定有无成份的变化。因此, 我们选择质量和气味更佳的 1 号样品进行动物实验。

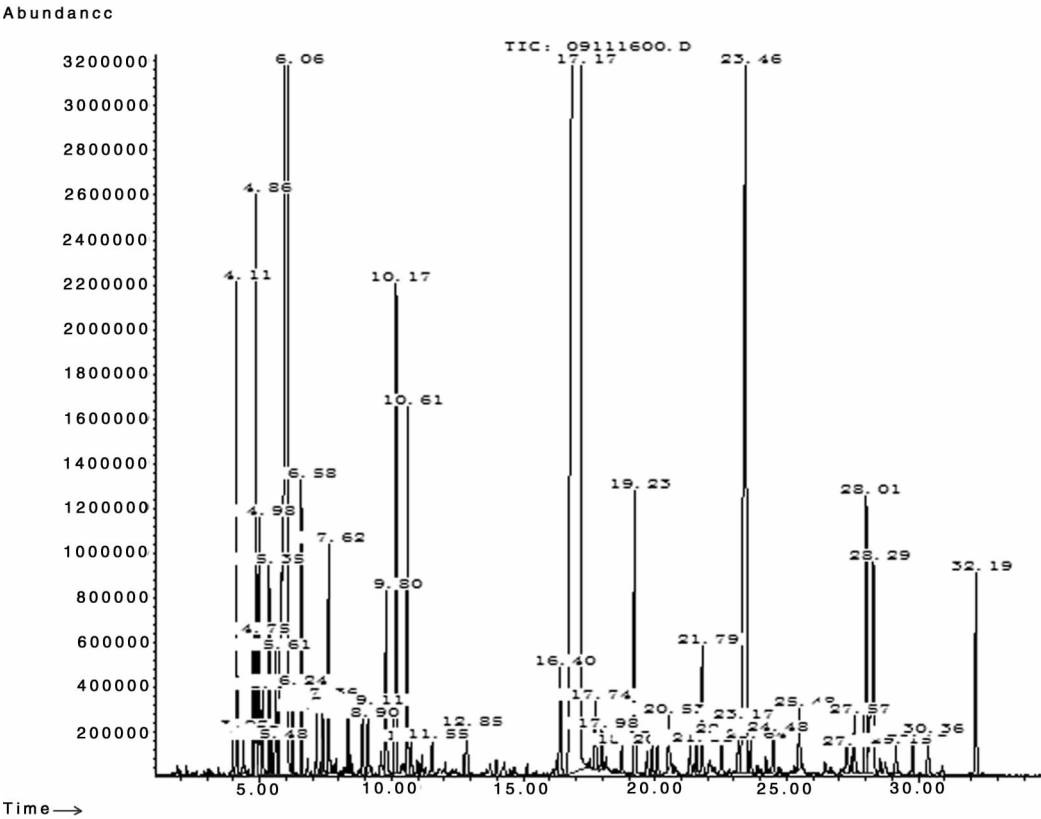


图 1 苍艾挥发油 GC-MS 图

表2 苍艾香薰油主要成份及含量

序号	化合物	1#/%	2#/%
1	α-蒎烯	1.07	0.72
2	β-蒎烯	1.59	2.09
3	月桂烯	0.34	0.91
4	柠檬烯+1,8-桉叶素	30.80	38.30
5	芳樟醇	0.71	1.79
6	龙脑	0.75	0.82
7	松油-4-醇	1.94	1.04
8	α-松油醇	1.40	1.65
9	丁香酚	42.43	37.12
10	β-石竹烯	1.21	1.03
11	乙酰基丁香酚	5.65	4.64
12	β-桉叶油醇	1.42	1.34
13	广藿香醇	1.66	1.59

4 讨论

4.1 制剂工艺研究

目前，药用植物中挥发油的提取方法研究报道较多，主要有：水蒸气蒸馏法、有机溶剂提取法、吸收法、压榨法、酶法、破碎提取法、超临界流体萃取（SFE）、微波胶囊—双水相萃取、超临界二氧化碳萃取—分子蒸馏、超声波辅助提取法等^[1]。由于水蒸气蒸馏法具有设备简单、容易操作、成本低、提油率高等优点，故本实验采用此方法，且参考前期研究结果^[2]，确定制剂工艺为加水8倍，浸泡8~10h，提取7h，且共同蒸馏提取的挥发油对URI常见菌株抑菌作用较单味提取后混合的效果好。可能因为复方药物在共同煎煮的过程中其各味中药之间可能存在一些理化反应，产生协同作用提高临床疗效，但是要区分出其中的化学成分来自某药就有难度，可能同时有几种药物都含有，因此不能确定该化学成分就一定是某种药物提取出来的，只能推测可能来自组方中的某药。

4.2 现代药理研究

苍艾香薰油以熊磊教授临床用药经验为基础，选用苍术、艾叶、藿香等含挥发油成分较多、气味清香、抗菌力强的中药为组方。现代药理研究表

明，苍术主要成分为挥发油，约5%~9%油中主要成分为苍术醇；苍术醇为β-桉叶油醇和茅术醇的混合物，两者含量比约为6:4^[3]，此外还有反式石竹烯、γ-榄香烯、月桂烯醇^[4]等化合物。苍术烟熏对结核杆菌、金黄色葡萄球菌、大肠杆菌、枯草杆菌及铜绿假单胞杆菌有显著的灭菌效果，与福尔马林相似，而优于紫外线及乳酸的消毒^[5]。茅苍术中果聚糖酸对白色酵母感染的小鼠有明显的预防作用，可以延长小鼠存活时间^[6]；艾叶主要含挥发油及甾醇类、多糖类、微量元素等成分^[7]，其挥发油主要含桉油精、β-柠檬烯醇、沉香醇^[8]、樟脑、龙脑、芳樟醇、β-石竹烯、α-水芹烯、苈烯等^[9]具有较强的抗菌作用^[10]、抗病毒作用、抗呼吸道合胞病毒、增强网状内皮细胞的吞噬功能^[11]，此外，苍术艾叶香熏后SIgA含量明显提高^[12]；藿香其茎叶中含有丰富的挥发油，含有较多的单萜烯、倍半萜烯、醇类、酮类醛类和烷酸类化合物^[13]，广藿香醇、丁香烯，β-蒎烯、α-莰烯、γ-芹子烯、α-蒎烯^[14-15]等，其水提物对金黄色葡萄球菌、枯草杆菌、绿脓杆菌、肠炎球菌等有较强抑菌作用^[16]。另外，藿香挥发油有防腐作用，利于制剂的保存^[17]。

与文献中单味药挥发油提取出的化学成分进行比较，组方中君药的主要化学成份本复方挥发油中基本含有，说明苍艾香薰油提取工艺可行，能较好的保留组方药物中的主要有效成分。为将来制定苍艾香薰油的质量标准打下基础。

【参考文献】

[1] 王亚莉, 张昆, 方岩雄, 等. 现代分离技术在挥发油提取中的应用研究 [J]. 香料香精化妆品, 2003, (10): 27-29.

[2] 明溪. 苍艾香薰油体外抑菌作用研究 [J]. 云南中医学院学报, 2008, 31 (1): 34-35.

[3] 欧阳臻, 江涛涛, 缪亚东, 等. 苍术的化学成分、道地性和药理活性研究进展 [J]. 时珍国医国药, 2006, 17 (10): 2612-2616.

[4] 刘晓东. 苍术挥发油成分的分析 [J]. 分析测试学报, 1998, 17 (3): 56-57.

[5] 江苏新医学院. 中药大辞典 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1993: 1006.

[6] Inagaki N, Komatsu Y, Sasaki H, et al. Acidic polysaccharides from rhizomes of *Atractylodes lancea* as protective principle in *Candida*-infected mice. *Planta Med*,

200 1, 67 (5): 428.

[7] 徐新建, 宋海, 韩玉琦, 等. 艾叶挥发油化学成分的气相色谱 - 质谱联用分析 [J], 时珍国医国药, 2007, 18 (11): 2657 - 2658.

[8] 丁林生, 孟正木. 中药化学 [M]. 南京: 东南大学出版社, 2005: 113.

[9] 刘向前, 陈素珍, 倪娜. 湖南产艾叶挥发油成分的 GC - MS 研究 [J]. 中药材, 2005, 28 (12): 1069.

[10] 孙丽, 席家宁, 康丽君, 等. 对氨基水杨酸异烟肼对耐 INH 和 PAS 结核菌的耐药实验观察 [J]. 中国防痨杂志, 2001, 23 (2): 110 - 111.

[11] 梅全喜. 艾叶的药理作用研究概况 [J]. 中草药, 1996, 27 (5): 311 - 314.

[12] 张其正, 郑志学, 童葵塘, 等. 苍术艾叶烟熏预防流感效果观察 [J]. 新医学, 1979, (9): 412 - 415.

[13] 张英, 张金超, 陈瑶, 等. 广藿香生药、化学及药理学的研究进展 [J]. 中草药, 2006, 37 (5): 786 - 790.

[14] Du Y M, Chen R Z, Hu B R. Research progress on chemical constituents and pharmacological function of Pogostemon cablin Benth [J]. Tradit Chin Drug Res Clin Pharmacol, 1998, 9 (4): 238 - 241.

[15] Zhang G W, Ma X Q, Su J Y, et al. Analysis of flavonoids isolated from Pogostemon cablin Benth [J]. Chin Tradit Herb Drugs, 2001, 32 (10): 871 - 874.

[16] 罗超坤. 广藿香水提物的抗菌实验研究 [J]. 中药材, 2005, 28 (8): 700 - 701.

[17] Wang J H, Fu H. Study on chemical constituents of the volatile oil of Cablin potchouli [J]. Lishizhen Med Mater Med Res, 2000, 11 (7): 579 - 580.

(编辑: 岳胜难)

An Analysis of Cang - ai Aromatherapy Oils by Gas Chromatography and Mass Spectrometry

CHEN Bo - jun, MA Yun - shu, XIONG Lei
(Yunnan University of TCM, Kunming Yunnan 650500)

[**ABSTRACT**] Objective: To analyze the main chemical components of Cang - ai aromatherapy oils and evaluate the feasibility of the extracting technology. Methods: The volatile oils were extracted from the compound Cang - ai by steam distillation. The stability of extraction was observed and the main chemical components were analyzed by gas chromatography and mass spectrometry (GC - MS) as well. The relative percentages of components were counted by normalization calculate. Results: 37 chemical components were detected from the volatile extraction and 13 of them were identified the chemical composition which keep the main effective component of the prescription. The volume of Cang - Ai essential oils had no significant change after heating at high temperature while its color was obviously change. And, the contents of the chemical composition were reduced certainly by heating. Conclusion: The extracting technology for Cang - ai aromatherapy oils could keep the main effective components of the prescription.

[**KEY WORDS**] ChangZhu; AiYe; volatile oil; as chromatography and mass spectrometry (GC - MS)

欢迎订阅，欢迎投稿！