

红足蒿挥发油的微波辅助-水蒸气蒸馏萃取及 GC-MS 分析

夏东海，李霞，董新荣^{*}，崔夫知，孙玉琼(湖南农业大学理学院，长沙 410128)

摘要：目的 研究微波辅助-水蒸气蒸馏萃取红足蒿挥发油的方法。方法 以单因素实验及正交试验方法优化微波辅助萃取挥发油的条件，通过气相色谱-质谱联用技术(GC-MS)分析其化学成分。结果 微波辅助-水蒸气蒸馏萃取红足蒿挥发油的优化条件为：微波功率 480 W、料液比 1:10、浸泡时间 4 h。在此条件下微波加热萃取 29 min 红足蒿挥发油的收率达 0.29%，明显高于水蒸气蒸馏 3 h 的收率(0.23%)。挥发油的 GC-MS 分析鉴定出 61 个化合物，主要有石竹烯(13.85%)、樟脑(11.51%)、桉树脑(9.84%)、石竹烯氧化物(4.80%)、大根香叶烯 D(3.99%)、 α -芹子烯(3.47%)、1-松油烯-4-醇(2.50%)、桉叶-7(11)-烯-4-醇(2.50%)。与水蒸气蒸馏法相比，微波辅助萃取挥发油的成分和其相对含量基本一致，但也存在差异。

结论 微波辅助-水蒸气蒸馏萃取法具有时间短、提取率高的优点，适合红足蒿挥发油的提取。

关键词：红足蒿；挥发油；微波辅助-水蒸气蒸馏萃取；气相色谱-质谱联用

中图分类号：R917.101; R917.103 文献标志码：B 文章编号：1007-7693(2014)01-0081-06

Extraction by Microwave-assisted Hydro-distillation and GC-MS Analysis of Volatile Oil from *Artemisia Rubripes* Nakai

XIA Donghai, LI Xia, DONG Xinrong^{*}, CUI Fuzhi, SUN Yuqiong(College of Science, Hunan Agricultural University, Changsha 410128, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To develop the method of extraction of volatile oil from *Artemisia rubripes* Nakai by microwave-assisted hydro-distillation (MAE-HD). **METHODS** The extraction conditions were optimized by single factor firstly and then orthogonal array design methods. And the chemical compositions of samples were analyzed by gas chromatography-mass spectrometry(GC-MS). **RESULTS** The optimal extraction conditions of MAE-HD were microwave power at 480 W, solid/liquid ratio at 1:10, and water-soaked time for 4 h. Under this condition, the yield of volatile oil obtained was 0.29% for 29 min, which was obviously higher than that of 0.23% obtained by hydro-distillation (HD) for 3 h. Sixty-one compounds had been identified by GC-MS. The main components of volatile oil were caryophyllene(13.85%), alcanfor(11.51%), cineole(9.84%), caryophyllene oxide(4.80%), germacrene D(3.99%), α -selinene (3.47%), 1-terpinen-4-ol(2.50%), eudesm-7(11)-en-4-ol(2.50%). Compared with HD, the main constituents and the relative contents of volatile oil were basically similar, but there were also some differences between them. **CONCLUSION** MAE-HD has the advantage of efficiency, and it's suitable for the extraction of volatile oil from *Artemisia rubripes* Nakai.

KEY WORDS: *Artemisia rubripes* Nakai; volatile oil; microwave-assisted hydro-distillation; GC-MS

红足蒿 (*Artemisia rubripes* Nakai) 为菊科 (Asteraceae) 蒿属 (*Artemisia*) 植物，分布于东北、华北及山东、江苏、安徽、浙江、江西和福建等地^[1]。其叶代“艾”入药，有温经、散寒、止血等作用^[2]。Khanina 等^[3]对生长于前苏联地区的红足蒿挥发油进行了研究，并鉴定出 17 种化学成分。Lao 等^[4]从红足蒿全草乙醇提取物中分离得到一些黄酮类、三萜类化合物。Lee 等^[5]从朝鲜产红足蒿的二氯甲烷提取物中分离得到几个倍半萜化合物。Koshihara 等^[6]报道中国红足蒿所含成分对脂肪氧化酶具有选择性抑制作用。Park 等^[7]报道朝鲜半岛

红足蒿的一些化学成分在药理和临床应用方面具有重要的价值。2009 年戴小阳等^[8-9]对湖南红足蒿嫩叶进行了初步研究，结果表明红足蒿嫩叶中化学成分较多，其乙醇提取物对大肠杆菌、枯草芽孢杆菌的抑菌效果明显，但嫩叶中挥发油含量较低。湖南红足蒿野生资源广泛，本实验对秋季产红足蒿含花叶茎的挥发油化学成分进行研究，为其进一步开发利用提供科学依据。

挥发油的提取方法主要有水蒸气蒸馏法 (HD)、溶剂萃取法 (SE)、同时蒸馏萃取法 (SDE)、超临界 CO₂ 流体萃取法 (CO₂-SFE)、微波辅助萃取

基金项目：湖南省教育厅项目(11C0664); 湖南省科技计划项目(2011FJ6054)

作者简介：夏东海，男 Tel: (0731)84617022 E-mail: 1749371802@qq.com *通信作者：董新荣，男，博士，教授 Tel: (0731)84617022 E-mail: xinrong108@gmail.com

法(MAE)等^[10-16]。文献[17]报道微波辅助萃取植物挥发油一般采用有机溶剂的方法，虽具有时间短、效率高等特点，但有机溶剂提取的方法通常将植物中的非极性成分一起与挥发油萃取出来，挥发油中杂质含量较高。本实验对微波直接加热-水蒸气蒸馏法(MAE-HD)提取湖南秋季产红足蒿含花叶茎的挥发油条件进行研究，通过气相色谱-质谱联用技术(GC-MS)分析其化学成分。

1 材料和方法

1.1 材料与试剂

红足蒿地上部分(主要为含花叶茎)于2012年11月中旬采摘于湖南农业大学校内，经鉴定为菊科蒿属植物红足蒿(*Artemisia rubripes* Nakai)^[9]，室温下自然阴干，粉碎，备用；石油醚(30~60℃)，正己烷，均为分析纯试剂。

1.2 仪器与设备

MCR-3型微波化学反应器(巩义市予华仪器有限责任公司)；AX-200型万分之一电子天平(日本Shimadzu Philippines公司)；RE52-AA型旋转蒸发器(上海亚荣生化仪器厂)；HP5973/6890型GC/MS联用仪(美国Agilent公司)。

1.3 提取方法

1.3.1 通用操作方法 称取25g红足蒿粉末置于500mL圆底烧瓶中，加入适量的水浸泡后，以微波直接加热的方式提取挥发油。在分液漏斗中加入20mL石油醚(30~60℃)对馏出物进行萃取，并用量筒测量蒸出水的体积，至分出水的体积接近加入水的体积时停止微波加热。收集有机相，加入适量无水硫酸钠干燥。20℃下减压挥去石油醚，得挥发油，称重，计算收率，挥发油收率= $\frac{\text{挥发油质量}}{\text{原料质量}} \times 100\%$ 。

实验装置见图1。

1.3.2 单因素实验 按“1.3.1”项下方法，分别考察微波功率(分别为240, 320, 400, 480, 560W)、料液比(分别为1:6, 1:8, 1:10, 1:12)、浸泡时间(分别为0, 2, 4, 8, 12h)3因素对提取红足蒿挥发油收率的影响。

1.3.3 正交试验 以微波功率、料液比和浸泡时间为考察因素，以挥发油的收率为指标，采用L₉(3⁴)正交试验设计优化萃取条件。正交试验因素水平设置见表1。

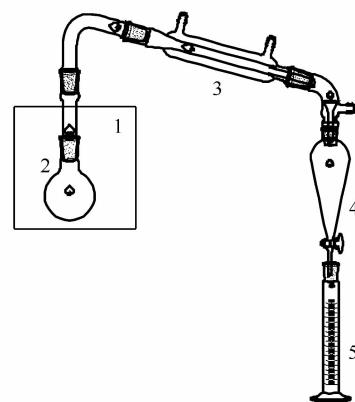


图1 微波加热-水蒸气蒸馏萃取挥发油装置

1-微波发生器；2-圆底烧瓶；3-冷凝管；4-分液漏斗；5-量筒

Fig 1 The equipment of MAE-HD

1-microwave oven; 2-round flask; 3-condenser; 4-separatory funnel; 5-volumetric cylinder

表1 正交试验因素水平表

Tab 1 Factors and levels in orthogonal array design

水平	因素		
	A 微波功率/W	B 料液比/g·mL ⁻¹	C 浸泡时间/h
1	320	1:8	2
2	400	1:10	4
3	480	1:12	8

1.3.4 验证试验 称取25g红足蒿粉末置于500mL圆底烧瓶中，加250mL水浸泡4h，以微波功率480W直接加热进行水蒸气蒸馏，其余按通用操作方法处理。

1.4 对照实验

参照中国药典2010年版^[18]挥发油测定法进行水蒸气蒸馏实验，具体操作为：称取25g红足蒿粉末置于500mL圆底烧瓶中，加入适量的水浸泡4h，通入水蒸气进行蒸馏3h。在分液漏斗中加入20mL石油醚(30~60℃)对蒸出物进行萃取，收集有机相，加入适量无水硫酸钠干燥，20℃下减压挥去石油醚，得挥发油，称重，计算收率。

1.5 GC-MS分析

样品溶液制备：将实验得到的挥发油用正己烷定容至20mL，得到挥发油溶液。

气相色谱条件：色谱柱为HP-5MS毛细管色谱柱(30m×0.25mm, 0.25μm)；柱温采用程序升温方法，起始温度40℃，停留2min；再以10℃·min⁻¹升温到200℃，停留5min；再以10℃·min⁻¹升温到250℃，停留5min；再以

15 °C·min⁻¹ 升温到 300 °C，停留 10 min。进样量为 1 μL。

质谱条件：电离方式为 EI，电子能量为 70 eV，离子源温度为 200 °C，四极杆温度为 220 °C。质量扫描范围为 20~600。

2 结果与讨论

2.1 影响红足蒿挥发油提取收率的因素

2.1.1 微波功率对红足蒿挥发油收率的影响 在料液比 1:6，浸泡时间 4 h 的条件下，考察微波功率为 240, 320, 400, 480, 560 W 时对红足蒿挥发油收率的影响，结果见图 2。

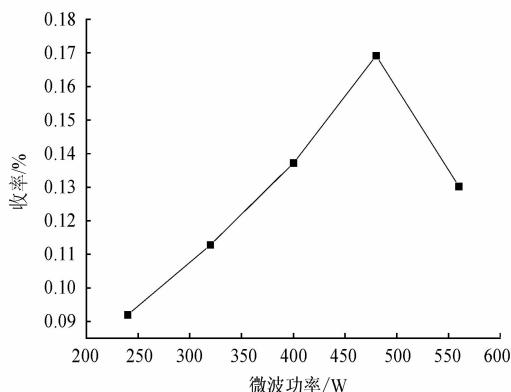


图 2 微波功率对挥发油收率的影响

Fig 2 Effect of microwave power on yield of volatile oil

由图 2 可知，挥发油的收率随微波功率的增大而增大。当微波功率达到 480 W 时，挥发油的收率最高。当微波功率过大(本实验为 560 W)时，其收率反而降低，这可能与功率过大引起反应瓶中原料上冲至玻璃管中造成原料实际的微波处理时间变短有关。因此，选择微波功率 480 W 进行试验。

2.1.2 料液比对红足蒿挥发油收率的影响 水量的多少直接影响到蒸馏时间的长短，即水量直接影响到挥发油的收率。在微波功率 480 W，浸泡时间 4 h 的情况下，考察料液比为 1:6, 1:8, 1:10, 1:12 时对红足蒿挥发油收率的影响。由结果可知，挥发油的收率随料液比的增大而增大，当料液比达到 1:10 时，挥发油的收率基本不变，即在此料液比的条件下，红足蒿挥发油已基本蒸馏出来。因此，选择料液比 1:10 进行试验。料液比对红足蒿挥发油收率的影响结果见图 3。

2.1.3 浸泡时间对红足蒿挥发油收率的影响 原

材料被水浸湿后，微波加热的效果可能是不一样的。在微波功率 480 W，料液比 1:10 的情况下，考察浸泡时间为 0, 2, 4, 8, 12 h 时对红足蒿挥发油收率的影响，结果见图 4。

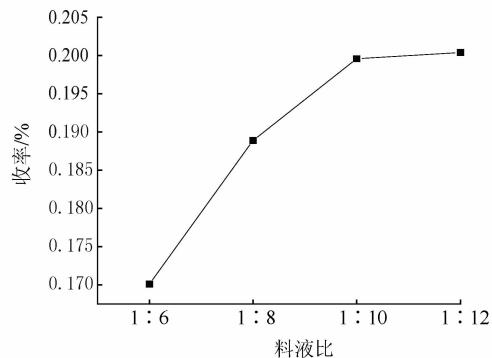


图 3 料液比对挥发油收率的影响

Fig 3 Effect of solid/liquid ratio on yield of volatile oil

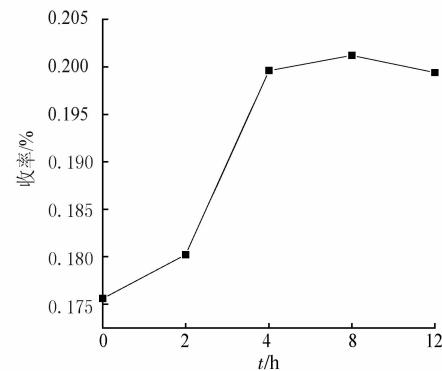


图 4 浸泡时间对挥发油收率的影响

Fig 4 Effect of water-soaked time before extraction on yield of volatile oil

由图 4 可知，挥发油的收率随浸泡时间的增大而增大，当浸泡时间达到 4 h 时，挥发油的收率基本不变，这可能是因为浸泡 4 h 时原料已被水浸湿完全。因此，选择浸泡时间 4 h 进行试验。

由于本实验采用微波直接加热进行水蒸气蒸馏的方式提取挥发油，在水用量一定时，微波功率决定了蒸馏的时间。因此，本实验不需要考虑提取时间对挥发油提取收率的影响，正交试验中也未设置此因素。

2.2 正交试验

在上述单因素实验的基础上，进一步以正交试验方法优化了微波加热-水蒸气蒸馏提取红足蒿挥发油的条件^[19]，结果见表 2。方差分析结果见表 3。

由表 2 的极差分析可知： $R_A > R_C > R_B$ ，即微波功率对红足蒿挥发油的收率影响最大，浸泡时间

次之，料液比最小；通过 K 值分析，优化条件为 $A_3B_{2/3}C_3$ 。由表 3 的方差分析可知，微波功率对挥发油收率呈显著水平，而料液比和浸泡时间对其显著性较小。结合单因素实验综合考虑，MAE-HD 萃取红足蒿挥发油的优化条件应为 $A_3B_2C_2$ ，即：微波功率 480 W、料液比 1:10、浸泡时间 4 h。

表 2 正交试验结果

Tab 2 The results of orthogonal array design

试验号	微波功率/W	料液比/g·mL ⁻¹	浸泡时间/h	收率/%
1	1	1	1	0.15
2	1	2	2	0.16
3	1	3	3	0.18
4	2	3	2	0.26
5	2	1	3	0.24
6	2	2	1	0.23
7	3	2	3	0.29
8	3	3	1	0.25
9	3	1	2	0.28
K _{1/3}	0.16	0.22	0.21	
K _{2/3}	0.24	0.23	0.23	
K _{3/3}	0.27	0.23	0.24	
R	0.11	0.01	0.03	

表 3 正交试验方差分析表

Tab 3 Variance analysis of orthogonal experiment

方差来源	离差平方和	自由度	方差	F 值	P 值
A	0.019 4	2	0.009 7	291.00	<0.01
B	0.000 1	2	0.000 0	1.00	>0.05
C	0.001 3	2	0.000 6	19.00	<0.05

2.3 验证试验与对照实验结果与分析

为了验证 MAE-HD 提取红足蒿挥发油的可行性，笔者以上述的优化条件进行了验证试验，结果红足蒿挥发油的平均收率为 0.29%(n=3, RSD=3.04%)，蒸馏时间为 29 min。而水蒸气蒸馏 3 h 挥发油的平均收率为 0.23%(n=3, RSD=3.19%)。显然，MAE-HD 提取红足蒿挥发油比传统的水蒸气蒸馏效率高。这可能与微波的作用方式有关，微波直接作用于细胞内极性分子形成内加热方式，使得细胞内的传热和传质方向一致，具有协同作用，从而实现了对挥发油的高效、快速提取^[20-22]。

为了考察 MAE-HD 对红足蒿挥发油化学成分的影响，笔者将其与水蒸气蒸馏样品的 GC-MS 分

析结果进行了比较，其总离子流色谱图见图 5，化学成分分析结果见表 4。

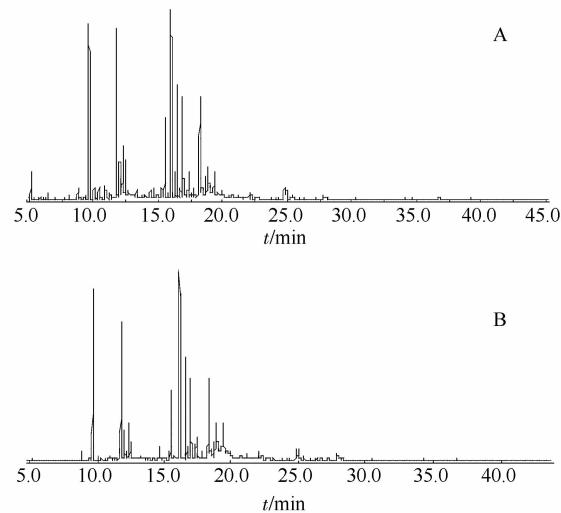


图 5 红足蒿挥发油 GC-MS 总离子流色谱图

A—微波直接加热-水蒸气蒸馏；B—水蒸气蒸馏

Fig 5 TIC of the volatile oil from *Artemisia rubripes* Nakai
A—MAE-HD; B—HD

GC-MS 分析时，微波直接加热-水蒸气蒸馏萃取(MAE-HD)红足蒿挥发油分离出 127 个峰，鉴定出 61 种化合物，占挥发油总量的 80.04%；水蒸气蒸馏(HD)样品分离出 128 个峰，鉴定出 59 种化合物，占挥发油总量的 77.90%。2 种方法共鉴定出 64 种化合物，其中绝大多数化合物和其相对含量基本一致，但在少量化合物或含量上也存在一定的差异。

挥发油样品中相对含量较高的化合物有：石竹烯[13.85%(MAE-HD, 下同), 14.78%(HD, 下同)]、樟脑(11.51%, 7.46%)、桉树脑(9.84%, 9.46%)、石竹烯氧化物(4.80%, 4.03%)、大根香叶烯 D(3.99%, 3.72%)、 α -芹子烯(3.47%, 3.31%)、1-松油烯-4-醇(2.50%, 1.82%)、桉叶-7(11)-烯-4-醇(2.50%, 4.88%)。以上含量较高的化合物是红足蒿挥发性气味的物质基础，也是重要的香料物质。此外，石竹烯不仅作为香料而被广泛应用于化妆品和食品添加剂中，还有抗炎、平喘等功效^[23]。樟脑有兴奋、镇痛、抗菌、杀螨等药理作用，又有较强毒性^[24]。桉树脑具有消毒防腐^[25]和抑菌^[26]等作用。石竹烯氧化物具有镇痛、抗炎、抗真菌作用，又有细胞毒性等^[27]。因此，研究红足蒿挥发油的化学成分，可为其在香料及药物等方面的应用提供科学依据。

表4 红足蒿挥发油化学成分分析

Tab 4 Chemical components of volatile oil extracted from *Artemisia rubripes* Nakai

序号	保留时间/min	化合物	分子式	分子量	相对百分含量/%		序号	保留时间/min	化合物	分子式	分子量	相对百分含量/%	
					MAE-HD	HD						MAE-HD	HD
1	8.043	莰烯	C ₁₀ H ₁₆	136	0.11	0.01	33	16.260	β-法尼烯	C ₁₅ H ₂₄	204	0.89	0.92
2	8.632	1-辛烯-3-醇	C ₈ H ₁₆ O	128	0.15	0.02	34	16.323	γ-摩勒烯	C ₁₅ H ₂₄	204	0.11	0.13
3	8.798	6-甲基-3,5-庚二烯-2-酮	C ₈ H ₁₂ O	124	0.46	0.37	35	16.579	香橙烯	C ₁₅ H ₂₄	204	0.14	0.20
4	9.309	(+)-2-蒈烯	C ₁₀ H ₁₆	136	0.22	0.06	36	16.695	花柏烯	C ₁₅ H ₂₄	204	0.68	0.91
5	9.478	对-甲基异丙基苯	C ₁₀ H ₁₄	134	0.17	0.11	37	16.866	大根香叶烯 D	C ₁₅ H ₂₄	204	3.99	3.72
6	9.655	桉树脑	C ₁₀ H ₁₈ O	154	9.84	9.46	38	17.040	γ-榄香烯	C ₁₅ H ₂₄	204	0.62	1.14
7	10.058	松油烯	C ₁₀ H ₁₆	136	0.30	0.18	39	17.264	杜松-1-(10)-4-二烯	C ₁₅ H ₂₄	204	0.59	0.85
8	10.326	顺-β-松油醇	C ₁₀ H ₁₈ O	154	0.56	0.18	40	17.312	β-倍半水芹烯	C ₁₅ H ₂₄	204	1.03	1.11
9	10.955	3-崖柏酮	C ₁₀ H ₁₆ O	152	0.26	0.19	41	17.516	α-杜松醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222	0.30	0.38
		反-1-甲基-4-(1-甲基乙基)-2-环己烯							1,7-二甲基-4-(1-异丙基)-螺[4.5]癸-8-酮				
10	11.324	-1-醇	C ₁₀ H ₁₈ O	154	0.35	0.21	42	17.799	C ₁₅ H ₂₄ O	220	0.79	0.98	
11	11.786	樟脑	C ₁₀ H ₁₆ O	152	11.51	7.46	43	18.094	姜黄酮	C ₁₅ H ₂₂ O	218	0.47	-
12	11.980	松香芹酮	C ₁₀ H ₁₄ O	150	1.41	1.16	44	18.214	(-)斯巴醇	C ₁₅ H ₂₄ O	220	3.06	2.92
13	12.108	月桂烯醇	C ₁₀ H ₁₈ O	154	0.93	0.35	45	18.293	石竹烯氧化物	C ₁₅ H ₂₄ O	220	4.80	4.03
14	12.191	内冰片	C ₁₀ H ₁₈ O	154	0.98	0.40	46	18.439	绿花白千层醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222	0.69	0.98
15	12.279	1-松油烯-4-醇	C ₁₀ H ₁₈ O	154	2.50	1.82	47	18.575	喇叭茶醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222	0.42	0.64
		1,5,5,8-四甲基-12-氧杂二环[9.1,0]十二-3,7-二烯					48	18.643	C ₁₅ H ₂₄ O	220	0.90	1.00	
16	12.349	对-伞花-8-醇	C ₁₀ H ₁₄ O	150	0.52	-	49	18.907	蓝桉醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222	0.82	1.09
17	12.508	α-松油醇	C ₁₀ H ₁₈ O	154	2.13	-	50	18.975	Z,E-3,13-十八碳二烯醇醋酸酯	C ₂₀ H ₃₆ O ₂	308	1.02	0.60
18	12.516	桃金娘烯醛	C ₁₀ H ₁₄ O	150	-	1.33	51	19.036	γ-依兰油醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222	-	0.89
19	12.732	1-马鞭草烯酮	C ₁₀ H ₁₄ O	150	0.99	0.23	52	19.356	桉叶-7(11)-烯-4-醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222	2.50	4.88
20	12.941	L-(-)-薄荷醇	C ₁₀ H ₂₀ O	156	0.16	-	53	19.583	α-红没药醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222	0.15	-
21	13.275	(+)-香芹酮	C ₁₀ H ₁₄ O	150	0.39	0.31	54	19.899	桃醛	C ₁₄ H ₂₈ O	212	0.49	1.34
22	13.697	(+)-对-薄荷-1,8-二烯-3-酮	C ₁₀ H ₁₄ O	150	0.19	0.06	55	20.074	香橙烯氧化物	C ₁₅ H ₂₄ O	220	0.13	0.51
23	13.804	紫苏醛	C ₁₀ H ₁₄ O	150	0.15	0.15	56	20.623	十四烷酸	C ₁₅ H ₃₀ O ₂	242	0.10	0.35
24	13.873	乙酸冰片酯	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	196	0.14	0.17			2,2,6-三甲基-1-(3-甲基-1,3-丁二烯基)-5-亚甲基-7-氧杂二环[4.1.0]庚烷				
25	14.017	D-马鞭烯酮	C ₁₀ H ₁₄ O	150	0.20	0.10	57	20.724	C ₁₅ H ₂₂ O	218	0.10	0.73	
		4-乙烯基-4-甲基-3-异丙烯基-1-异丙基环己烯					58	22.249	六氢金合欢基丙酮	C ₁₈ H ₃₆ O	268	0.17	0.26
26	14.654	α-松油醇酯	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	196	0.11	0.10	59	22.667	(2E)-3,7,11,15-四甲基-2-十六烯-1-醇	C ₂₀ H ₄₀ O	296	0.17	0.33
27	14.782	可巴烯	C ₁₅ H ₂₄	204	0.36	0.39	60	24.818	邻苯二甲酸丁基-2-乙基己基酯	C ₂₀ H ₃₀ O ₄	334	0.60	0.77
		2,4-二异丙烯基-1-甲基-1-乙烯基环己烷					61	24.931	棕榈酸	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256	0.59	1.20
29	15.364	α-芹子烯	C ₁₅ H ₂₄	204	3.47	3.31	62	27.793	(Z,Z)-9,12-十八碳二烯酸	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	280	0.15	0.41
30	15.489	愈创木-3,9-二烯	C ₁₅ H ₂₄	204	0.22	0.24	63	27.875	顺-13-二十碳酸	C ₂₀ H ₃₈ O ₂	310	0.16	0.37
31	15.795	石竹烯	C ₁₅ H ₂₄	204	13.85	14.78	64	28.250	叶绿醇	C ₂₀ H ₄₀ O	296	-	0.14

注：表中为样品中相对含量不低于0.1%的成分；“-”代表未检出

Note: relative contents≥0.1%; “-”undetected

3 结论

通过单因素实验和正交试验优化了 MAE-HD 萃取红足蒿挥发油的条件: 微波功率 480 W、料液比 1:10、浸泡时间 4 h。结果 MAE-HD 萃取红足蒿挥发油只需要 29 min, 挥发油收率达到 0.29%, 优于水蒸气蒸馏 3 h 的挥发油收率(0.23%)。GC-MS 分析结果表明, 2 个样品中绝大多数化合物和其相对含量基本一致, 但也在少量化合物或含量上存在差异。MAE-HD 时间短、效率高, 适合红足蒿挥发油的提取。

REFERENCES

- [1] LIN Y R. The Chinese *Artemisia linn* [J]. Bull Botanic Res(植物研究), 1988, 8(4): 1-6.
- [2] ZHOU F, QIN L P, LIAN J F, et al. The chemical composition, biological activity and plant resources of the Folium *Artemisiae Argyi* [J]. J Pharm Pract(药学实践杂志), 2000, 18(2): 96-98, 103.
- [3] KHANINA M A, SERYKH E A, BEREZOVSAYA T P, et al. Essential oil of *Artemisia rubripes* [J]. Chem Nat Compd, 1991, 27(6): 759-760.
- [4] LAO A, FUJIMOTO Y, TATSUNO T. Studies on the constituents of *Artemisia argyi* Levl. et Vant [J]. Chem Pharm Bull, 1984, 32(2): 723-727.
- [5] LEE K H, MIN Y D, CHOI S Z, et al. A new sesquiterpene lact one from *Artemisia rubripes* Nakai [J]. Arch Pharm Res, 2004, 27(10): 1016-1019.
- [6] KOSHIHARA Y, NEICHI T, MUROTA S, et al. Selective inhibition of 5-lipoxygenase by natural compounds isolated from Chinese plants, *Artemisia rubripes* Nakai [J]. Febs Letters, 1983, 158(1): 41-44.
- [7] PARK K Y, HA J O, YU Y B, et al. Antimutagenic effects of some *Artemisia rubripes* [J]. Kor J Pharmacogn, 1996, 27(2): 96-100.
- [8] DAI X Y, XIE M, LI X, et al. The screening of the bacteriostatic activities of *Artemisia rubripes* Nakai extractives [J]. J Anhui Agricul Sci(安徽农业科学), 2012, 40(10): 5886-5890.
- [9] DAI X Y, DONG X R. Chemical constituents of fresh *Artemisia rubripes* Nakai leaves [J]. Acta Bot Boreal-Occident Sin(西北植物学报), 2010, 30(6): 1259-1263.
- [10] ZHANG S F, YU X R, QIN K, et al. Analysis of the chemical composition of volatile oil extracted from wild *Artemisia annua* L. in Shijiazhuang [J]. Hunan J Tradit Chin Med(湖南中医杂志), 2012, 28(3): 131-132.
- [11] WANG H R, WEI F X, GUI J Y. Extraction of aroma components in chestnut flower and its application [J]. J Hebei Univ Sci Technol(河北科技大学学报), 2011, 32(4): 384-390.
- [12] QIN J, CHEN T, LÜ Q. Simultaneous distillation and solvent extraction and GC/MS analysis of volatile oils of *Zanthoxylum bungeanum* Maxim [J]. J Guizhou Univ Technol(贵州工业大学学报), 2001, 30(6): 4-6.
- [13] ZENG H Y, LI J L. Technology study on the volatile oils from the leaves of *Artemisia argyi* extracted by supercritical CO₂ or microwave [J]. Food Sci(食品科学), 2004, 25(4): 124-128.
- [14] ZHANG L Y, SHEN S C, LIU Z M, et al. Microwave-assisted extraction and GC-MS analysis of volatile oil from *Tagetes erecta* L. Flowers [J]. Food Sci(食品科学), 2011, 32(16): 326-329.
- [15] FAN Q, LI Y D, ZHAO L, et al. Chemical constituents of essential oil of *Angelica sinensis* in Min county with different extraction [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2012, 29(4): 333-336.
- [16] MA W F, ZHU X Y, CAI Y, et al. Extraction of the volatile compounds from *Folium glycosmis parviflorae* by steam distillation and supercritical fluid extraction [J]. Chin J Hosp Pharm(中国医院药学杂志), 2013, 33(15): 1244-1246.
- [17] ZOU X B, TAO J Z, XIA Z N, et al. Progress research on microwave-assisted extraction of volatile oil [J]. Chin Tradit Pat Med(中成药), 2010, 32(6): 1014-1020.
- [18] Ch.P(2010)Vol I (中国药典 2010 年版. 一部) [S]. 2010: Appendix XD.
- [19] MA J Y, ZHANG J, WEI X L, et al. Study on β-Cyclodextrin inclusion technology of volatile oil from *Thymus mongolicus* Ronn [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2012, 29(5): 422-427.
- [20] GOLMAKANI M T, REZAEI K. Comparison of microwave-assisted hydrodistillation with the traditional hydrodistillation method in the extraction of essential oils from *Thymus vulgaris* L. [J]. Food Chem, 2008, 109(4): 925-930.
- [21] CHEMAT F, LUCCHESI M E, SMADJA J, et al. Microwave accelerated steam distillation of essential oil from lavender: a rapid, clean and environmentally friendly approach [J]. Anal Chim Acta, 2006, 555(1): 157-160.
- [22] VIANA M A, FERNANDEZ X, VISINONI F, et al. Microwave hydrodiffusion and gravity, a new technique for extraction of essential oils [J]. J Chromatogr A, 2008, 1190(1/2): 14-17.
- [23] CHO J Y, CHANG H J, LEE S K, et al. Amelioration of dextran sulfate sodium-induced colitis in mice by oral administration of β-caryophyllene, a sesquiterpene [J]. Life Sci, 2007, 80(10): 932-939.
- [24] DING Y G, MA H M, ZHANG B L. Research on pharmacology, toxicology and safety of camphor: review and prospect [J]. Chin J Pharmacovigilance(中国药物警戒), 2012, 9(1): 38-42.
- [25] FANG X S, WANG C, MA W Z, et al. analysis of volatile oil composition of Pricklyash Peel(*Zanthoxylum bungeanum*) by microwave assisted steam distillation coupled with gas chromatography-mass spectrometry [J]. Food Sci(食品科学), 2011, 32(8): 262-266.
- [26] MENG X, WANG Z Y, LÜ H. The volatile constituents analysis of *Scindapsus aureum* and *Hedera nepalensis* var. *sinensis* and their inhibition against five fungi [J]. Acta Horticul Sin(园艺学报), 2010, 37(6): 971-976.
- [27] LIU X Y, CHEN X B, CHEN G Y. Research progress in bioactivity and synthesis of β-caryophyllene and its derivatives [J]. Chem Ind Forest Prod(林产化学与工业), 2010, 32(1): 104-110.

收稿日期: 2013-04-24