

sults showed that the enzyme activity varied with cultural time of CMGC. The enzyme activity per gram of fresh CMGC increased rapidly from day of 10 to day 21, to reach a maximum value of 188 U/mg CMGC at day 21.

木香挥发油的超临界 CO₂ 萃取及质量研究

四川轻化工学院化工系(自贡 643033) 陈 虹*
华东理工大学化学工程研究所 邓 修

摘 要 用超临界 CO₂ 流体萃取法代替传统水蒸汽蒸馏法对木香挥发油的提取及其中主要活性成分之一去氢木香内酯的相对含量进行了研究。结果表明超临界萃取法不仅挥发油的收率高,而且活性成分含量也高。
关键词 木香 去氢木香内酯 超临界萃取

木香系菊科植物木香 *Aucklandia lappa* Decne. 的干燥根,具有行气止痛、消食健脾之功效。木香主含挥发油,其活性成分主要为倍半萜内酯^[1],其中主要成分之一去氢木香内酯(dehydrocostuslactone)具有松弛平滑肌、解痉、抑制由 KCl 诱导的主动脉收缩作用^[2,3]及中度降低血压作用^[1]。

超临界流体萃取是近年来广泛应用的一种新型分离、提取技术^[4]。超临界流体具有和液体相近的密度,其粘度虽高于气体但明显低于液体,扩散系数为液体的 10~100 倍。因此,对物料有较好的渗透性和较强的溶解能力。CO₂ 由于临界温度较低(T_c=31.3℃)、无毒、不易燃、化学惰性、价廉等优点而成为药用有效成分超临界提取的首选介质。我们对木香挥发油的超临界 CO₂ 萃取进行了研究,并用 GC 分析了其中主要活性成分去氢木香内酯的相对含量。结果表明,无论是挥发油的收率还是去氢木香内酯的含量均优于水蒸汽蒸馏法。超临界流体萃取可成为药用有效成分提取及质量研究的有效方法。

1 实验部分

1.1 材料:木香:云南省宜良县 1994 年产云木香切片,购于四川省自贡市药材公司,粉碎后过 20 目筛备用。CO₂ 上海市西比欧气体有限公司产 CO₂ 气。去氢木香内酯:将木香挥发油用重结晶方法提取其中去氢木香内酯晶体,熔点(59℃~60℃);MS、¹HNMR 与文献值一致^[5,6]。所用试剂均为分析纯。

1.2 仪器:超临界萃取装置为瑞士 NOVA 公司小型超临界萃取装置。气相色谱为日本岛津 GC-3A 型气相色谱,C-R3A 数据处理机。

1.3 实验方法:超临界萃取:称取 100 g 木香粉于萃取器中,用 CO₂ 排除萃取器中空气,调节萃取器、分离器压力、温度、CO₂ 流量至实验值。连续萃取 2 h 后从分离器中取出产物,除去其中水分,称量得木香挥发油,收率按下式计算。

$$\text{挥发油收率 } \eta = \frac{\text{木香油质量}}{\text{木香粉质量}} \times 100\%$$

水蒸汽蒸馏:称取木香粉 100 g 于圆底

* Address: Chenhong, Sichuan Institute of Light Industry and Chemical Technology, Zigong
陈虹,1983 年 7 月毕业于成都科技大学化学工程系化学工程专业,现在化学工程系化工原理教研室从事教学工作,讲师。研究方向:传质与分离。

烧瓶中,加适量水,连续蒸馏至 12 h 后无油再继续蒸出。自挥发油测定器⁽⁷⁾中取出产物,用乙醚萃取,干燥待乙醚去尽后称量得收率。

去氢木香内酯含量测定:色谱柱 OV-1, 0.25 mm×50 m,柱温 80℃ $\xrightarrow{5^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 280℃,汽化温度 280℃,载气 Na₂;柱前压 68 kPa,进样量 0.1 μL;检测器 FID,面积归一法。

2 结果与讨论

表 1 压力温度对木香挥发油收率的影响

萃取压力 (kPa)	萃取温度 (℃)	萃取时间 (h)	挥发油收率 (%)
1000	25	2	2.48
1000	35	2	2.02
1000	40	2	1.80
1500	25	2	2.77
1500	35	2	2.52
1500	40	2	2.40
2000	25	2	2.89
2000	35	2	2.76
2000	40	2	2.56
2500	25	2	3.00
2500	35	2	2.87
2500	40	2	2.80

2.1 压力、温度对木香挥发油的影响:由表 1 可见,一定温度下,压力升高,挥发油收率增大;一定压力下,温度升高挥发油收率下降。因为受温度、压力控制,影响挥发油在 CO₂ 中溶解性的因素主要有 CO₂ 密度、挥发油在 CO₂ 中的扩散系数以及挥发油的蒸汽压。由于考虑到药用有效成分中热敏性物质的有效提出,实验采用的温度较低。在该条件下,挥发油的扩散系数及蒸汽压的影响则显得较小,而 CO₂ 的密度的影响成为控制挥发油溶解性的主要因素。低温、高压时 CO₂ 密度大,故挥发油的溶解性好,收率高。

2.2 温度、压力对去氢木香内酯相对含的影响:由于去氢木香内酯为低挥发性的饱和内酯,控制其溶解性的主要因素在实验条件下仍为 CO₂ 密度。由去氢木香内酯的相对含量对温度(图 1)、压力(图 2)的关系可见,温度、压力的影响与挥发油收率的影响一致。综合考虑挥发油的收率及去氢木香内酯的提取两

方面因素。适宜的萃取操作压力为 1 500~2 000 kPa,温度为 25℃~35℃。

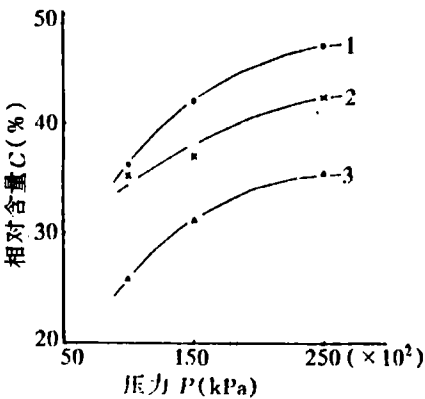


图 1 压力的影响

1-25℃ 2-35℃ 3-40℃

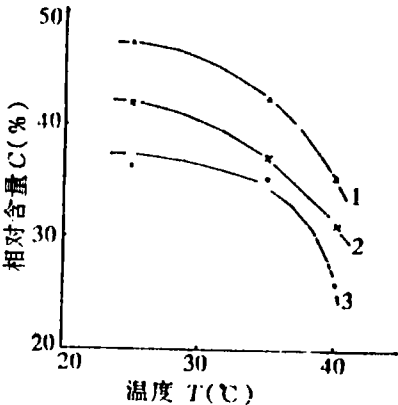


图 2 温度的影响

1-2 500 kPa 2-1 500 kPa 3-1 000 kPa

2.3 超临界流体萃取与水蒸汽蒸馏的比较:由表 2 可见,超临界 CO₂ 流体萃取(SFECO₂)较水蒸汽蒸馏(SD)不仅挥发油的收率有较大提高,而且去氢木香内酯含量也高。由于水蒸汽蒸馏操作温度较高,热敏性物质易氧化逸散,而高沸点物质不易完全提出,使得收率下降,而且超临界萃取时间也较水

表 2 超临界流体萃取与水蒸汽蒸馏比较

	挥发油收率 (%)	去氢木香内酯 相对含量(%)	提取时 间(h)
SFE(35℃,1 500 kPa)	2.52	37.0	2
SD(n=3)	0.53	11.5	12

蒸汽蒸馏时间大大缩短,效率提高。综上所述

述,超临界流体萃取在中药有效成分的提取及研究方面有着较大的优越性。

3 结论

- 3.1 超临界 CO₂ 流体萃取在较高压力、较低温度下操作对木香挥发油及其中活性成分去氢木香内酯的提取是有利的。适宜的操作条件为 1 500~2 000 kPa,25℃~35℃。
- 3.2 超临界 CO₂ 流体萃取较传统水蒸汽蒸馏效率高,活性组分含量高。该方法在中药有效成分的提取及质量研究方面以其独特的优点将会得到更广泛地应用。

参 考 文 献

1 阴 键,等. 中药现代研究与临床应用. 北京:学苑出版社,1993:145
2 Gupta OP,et al. Indan J Med Pes,1967,55(10):1078
3 庄子升,等. 日本生薬学会、日本生薬学会第 31 回年会(东京)講演要旨集. 1984:54
4 Bonnie A. Supercritical Fluid Extraction and Chromatography Technigues and Applications. 1988
5 Romanuk M,et al. Coll Ciech Chem Comm,1956 21: 894
6 Mathar S B,et al. Tetraherdron,1965,21:3575
7 中国药典(一部)1990 年版. 48

(1996-08-14 收稿)

Study on Supercritical CO₂ Extraction and Quality of
Essential Oil from Common Aucklandia (*Aucklandia lappa*)

Chen Hong and Deng Xiu

Supercritical CO₂ extraction of essential oil from *Aucklandia lappa* Dence. was studied. Results indicated that both the yield of essential oil and the content of active principle,dehydrocostuslactone were higher than that obtained by the conventional steam distillation process.

山茱萸果实有效成分提取工艺条件的选择

南阳理工学院生物与化学工程系(473066) 薛 刚* 臧 晋 刘凤霞

摘 要 经正交实验和单因素实验结果分析得出:山茱萸有效成分提取采用乙醇溶液明显优于以水为溶剂提取,最佳的浓度为 70%~80%,处理的最佳温度为 80℃以下,一定范围处理时间对有效成分的影响较小,最佳时间为 50 min。
关键词 山茱萸 有效成分 提取工艺

山茱萸果实中含有蛋白质、脂肪、维生素、有机酸、单宁、各种氨基酸、环烯醚萜甙类、皂甙和熊果酸以及矿质元素等药用及保健成分。为了充分利用我国名贵中草药资源,开发出新产品,我们利用正交实验和单因素实验对山茱萸果实有效成分提取工艺条件的

选择进行了实验。

1 材料与方法

山茱萸 *Cornus officinalis* Sieb. et Zuce. 取自河南省西峡县当年采收干制的山茱萸肉,品种为石滚枣。单因素实验进行了不同乙醇浓度,不同温度,不同处理时间实验。正交

* Address: Xue Gang, Department of Biology and Chemistry Engineering, Nanyang Physics and Engineering College, Nanyang
薛刚 男,生化与化学工程系副教授,1982年毕业于塔里木农垦大学,1993年毕业于西北农业大学获硕士学位,被市团委评为“跨世纪人才”。研究论文有《渗透胁迫下 PM 蛋白质及 ATPase 的变化》等 30 余篇发表在全国各种权威性专业期刊上,教研论文 3 篇,并获得两项研究成果奖。