

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. 日本生药学会、日本生药学会第 31 回年会(东京)讲演要旨集. 1984:54
- 4 Bonnie A. Supercritical Fluid Extraction and Chromatography Techniques and Applications. 1988
- 5 Romanuk M, et al. Coll Czech Chem Comm, 1956 21: 894
- 6 Mathar S B, et al. Tetrahedron, 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。

实验因素包括了提取温度,提取时间,提取乙醇浓度。对提取液进行有效成分含量的测定:淀粉测定参照文献方法^[1],蛋白质测定参照文献^[2,3]方法,可溶性固形物采用手持糖量计法,可溶性糖按文献方法^[1]测定,总酸测定采用滴定法^[4],总甙的测定按中华人民共和国药典^[5]方法进行即:精称60℃干燥的山萸肉粉(40目)5g,置索氏提取器中,加乙醚240mL,在水浴上回流脱脂至无色,取出回收乙醚(此时可用于测脂肪含量)。再用90%甲醇150mL在水浴上回流6h。提取液浓缩至干,残渣加少量甲醇溶解移至10mL容量瓶中,定容至刻度。精吸此液10μL,按标准曲线方法进行。

标准曲线的绘制:取人参二醇标准品5

表1 不同的温度、时间、乙醇浓度处理下提取液各成分含量

成分 (/100mL)	处理温度(℃)							处理时间(min)					处理乙醇浓度(%)					
	40	50	60	70	80	90	100	20	40	60	80	100	0	20	40	80	100	
可溶性固形物(%)	4.3	4.7	5.0	5.3	5.8	6.4	7.0	4.1	5.1	5.6	5.8	6.0	5.3	4.3	4.5	4.8	4.9	4.9
总酸(g)	0.54	0.55	0.65	0.69	0.77	0.81	0.91	0.52	0.60	0.69	0.73	0.76	0.68	0.65	0.78	0.89	0.78	0.67
可溶性淀粉(mg)	48.8	50.6	51.6	52.5	75.0	171	199	23.0	39.0	47.0	71.0	88.0	156	120	152	173	138	87
还原糖(g)	4.19	4.43	4.53	5.55	5.64	5.60	5.64	3.53	5.13	5.31	5.41	5.92	3.69	3.43	3.93	4.05	4.33	3.0
可溶性蛋白(mg)	47.9	59.0	68.1	72.2	88.5	113	147	63.2	84.7	89.2	92.4	95.5	81.6	97.9	113	106	83.3	36.3
总甙(g)	0.19	0.24	0.33	0.35	0.32	0.31	0.30	0.28	0.32	0.34	0.34	0.36	0.32	0.32	0.38	0.43	0.41	0.36

右。以上各有效成分都是随着时间的加长而含量增加,但含量增加从40min开始突然升高,后含量增加比较缓慢,为获得较高的有效成分,为节省人物力,处理的最佳时间为50min。各有效成分的含量随着乙醇浓度的升高呈现出逐渐升高、随后降低的变化规律。总甙的含量最高值出现在70%(测定结果为0.447g/100mL),而水溶性大分子物质在乙醇浓度高于60%之后迅速下降。同时对不同处理温度、时间、乙醇浓度的提取液总甙含量作F测验,其F值分别为49.07、 $P < 0.01$ (极显著),4.66、 $P < 0.05$ (显著)和5.27。说明温度、时间、乙醇浓度对有效成分影响较大,对这3种因素进行选择是非常重要的。

2.2 正交实验确定最佳工艺条件:通过正交

mg置2mL容量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。吸取0.5、10、15、20、25μL,分别至具塞试管中,用热风吹去溶剂(勿使过热),加5%香草酸-冰醋酸溶液0.2mL、高氯酸0.8mL混匀,密塞置60℃水浴中加热15min,立即用流水冷却,加冰醋酸5mL摇匀,于560nm处比色测吸光度,绘制标准曲线。实验结果进行方差和相关分析^[6]。

2 结果

2.1 不同处理温度、时间、乙醇浓度对有效成分影响:表1的结果表明:可溶性固形物、总酸、可溶性淀粉及可溶性蛋白质含量随提取温度的提高而升高。还原糖在60℃~70℃含量急增,70℃以后趋于一致,而总甙含量随温度升高呈抛物线,最高值出现在70℃左

试验直观结果分析见表2。

表2 正交试验设计方案及分析表

试验号	因素			总甙含量 (mg/20 mL)
	A 提取温度 (%)	B 提取时间 (min)	C 提取乙醇 浓度(%)	
1	A ₁ (45)	B ₁ (30)	C ₁ (0)	56.5
2	A ₁ (45)	B ₂ (50)	C ₂ (70)	68.0
3	A ₁ (45)	B ₃ (30)	C ₃ (95)	28.0
4	A ₂ (75)	B ₁ (30)	C ₂ (70)	85.5
5	A ₂ (75)	B ₂ (50)	C ₃ (95)	52.8
6	A ₂ (75)	B ₃ (70)	C ₁ (0)	77.8
7	A ₃ (95)	B ₁ (30)	C ₃ (95)	48.9
8	A ₃ (95)	B ₂ (50)	C ₁ (0)	71.1
9	A ₃ (95)	B ₃ (70)	C ₂ (70)	82.2
K ₁	149.5	190.9	205.4	ΣX=567.8
K ₂	216.1	191.9	235.7	n=9
K ₃	202.2	185.0	126.7	$\bar{x}=63.09$
K ₁	49.8	63.63	68.47	
K ₂	72.0	63.97	78.57	
K ₃	57.4	61.67	42.23	
R	22.2	2.3	36.34	
最优水平	A ₂ B ₂ C ₂			

试验因素的主次顺序为提取液乙醇浓度——提取温度——提取时间,结果得出最优水平为 A₂B₂C₂。方差分析说明提取温度、乙醇浓度差异达到显著水平, (F = 26.47 及 67.877, P < 0.05)。因此最佳的提取温度为 75℃,最佳的乙醇浓度为 70%,时间可在任意水平。

2.3 各成分与有效成分总甙的相关性分析:根据相关分析(见表 3);不同温度处理各成

分之间的相关性大部分达到显著或极显著水平,说明这些成分随温度的变化趋势基本一致。各成分与总甙的相关性为正相关但没达到显著水平。在温度一定(75℃)、不同处理时间条件下,各成分之间及与总甙的相关性大部分达到显著和极显著水平。不同乙醇浓度处理的各成分与总甙之间相关性未达到显著水平。因此在乙醇提取中不能根据某一成分的变化规律来判别其他成分的变化趋势。

表 3 不同温度、时间、乙醇浓度处理提取液各成分与总甙含量相关分析

组 分	不同温度					不同时间					不同乙醇浓度				
	可溶性 固形物 (I)	总 酸 (II)	还原 糖 (III)	可溶性 淀粉 (IV)	可溶性 蛋白 (V)	可溶性 固形物 (I)	总 酸 (II)	还原 糖 (III)	可溶性 淀粉 (IV)	可溶性 蛋白 (V)	可溶性 固形物 (I)	总 酸 (II)	还原 糖 (III)	可溶性 淀粉 (IV)	可溶性 蛋白 (V)
I	0.99 ^b					0.99 ^b					0.20				
II	0.85 ^a	0.88 ^b				0.96 ^b	0.91 ^a				0.51	0.86			
IV	0.86 ^a	0.86 ^a	0.63			0.91 ^a	0.94 ^a	0.85			0.10	0.86	0.83		
V	0.99 ^a	0.96 ^b	0.76	0.95 ^b		0.98 ^b	0.94 ^a	0.99 ^b	0.87		0.29	0.75	0.66	0.86	
总甙	0.43	0.48	0.65	0.05	0.24	0.97 ^b	0.94 ^b	0.99 ^b	0.87	0.98 ^b	0.55	0.81	0.73	0.24	0.27

表中数据中上角 a 为显著,上角 b 为极显著

3 讨论

3.1 山茱萸肉中含有丰富的营养成分和珍贵的保健成分,大部分是水溶性的(有机酸、糖、氨基酸、矿物质、维生素、甙类、可溶性蛋白等),也有一部分是脂溶性的(脂溶性维生素、甙元、熊果酸等),提取有效成分的关键是选择合适的提取溶剂及其浓度。

3.2 试验结果可知,提取采用乙醇显然优于以水为提取溶剂,最佳浓度范围为 70%~80%(W/W)之间,这样既能获得较高的水溶性成分的提取率,又能获得较高的脂溶性成分提取率,同时可排除大分子水溶性和脂溶性杂质。

3.3 山萸肉中的有效成分在提取和加工过程中还受温度和时间等工艺条件的影响,安全温度应控制在 80℃ 以下。因此,在提取、浓

缩、干燥等工艺环节中,应采用减压真空的工艺条件和设备,杀菌应采用超高温瞬时灭菌设备。在提取工艺中,可适当延长时间来提高有效成分的提取率。

参 考 文 献

- 1 荆家海,等.植物生理学实验指导.西安:陕西科技出版社,1987.42
- 2 薛刚,等.河南省首届青年学术年会论文集.北京:中国科学技术出版社,ISBN.1995.449
- 3 薛刚,等.新疆农业科学,1995(4):11
- 4 无锡轻工业学院主编.食品分析.北京:轻工业出版社,1987.104
- 5 中华人民共和国药典(一部).1990年版
- 6 薛刚,等.西北农业学报,1995(6):18
- 7 周振起.中草药,1995,16(7):15
- 8 杜尔逊.中草药,1980,11(11):515
- 9 陈明珠.中草药,1981,12(9):13

(1996-09-04 收稿)

Studies on the Extraction Process of Common *Macrocarpium* (*Macrocarpium officinalis*)

Xue Gang and Zhang Jin

Single factor and orthogonal studies for the extraction of *Macrocarpium officinalis*(Sieb. et Zucc). Nakai were carried out. Results showed that the best extraction process was to use 70%~80% ethanol as the solvent, at temperature below 80℃ for a period of 50 minutes.