

• 综 述 •

# 减压提取及其联合技术在中药挥发油中的研究进展

喻 芬, 万 娜\*, 伍振峰\*, 李远辉, 王雅琪, 杨 明

江西中医药大学 创新药物与高效节能降耗制药设备国家重点实验室, 江西 南昌 330004

**摘 要:** 随着中药挥发油应用领域的扩大, 新型提取技术和方法的研究日益增多。减压蒸馏提取作为一种新型的工艺, 通过调控真空度实现溶剂沸点降低, 可以保持溶剂处于低温沸腾状态, 使挥发油成分不易被破坏。通过文献调研和分析统计, 综述减压技术的提取原理、优缺点、应用现状及新型技术与减压提取联合在中药挥发油提取中的应用现状, 主要包括瞬时控制降压法、超声联合减压提取、微波联合减压提取和超临界二氧化碳联合减压提取。基于这些新技术和新工艺在中药挥发油中的实际应用, 对存在的问题展开分析和讨论, 为中药挥发油的提取工艺和设备升级提供新思路。

**关键词:** 减压提取; 联合技术; 挥发油; 瞬时控制降压法; 超声联合减压提取; 微波联合减压提取; 超临界二氧化碳联合减压提取

中图分类号: R284.2 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2020)13-3561-08

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2020.13.026

## Research progress of vacuum extraction and its combined technologies in volatile oil from traditional Chinese medicine

YU Fen, WAN Na, WU Zhen-feng, LI Yuan-hui, WANG Ya-qi, YANG Ming

State Key Laboratory of Innovation Drug and Efficient Energy-Saving Pharmaceutical Equipment, Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330004, China

**Abstract:** With the expansion of the application field of traditional Chinese medicine volatile oil, the research on novel extraction technology and method is increasing. Vacuum hydrodistillation extraction, a new extraction process, reduces the boiling point of the solvent by adjusting the vacuum degree. Therefore, it can keep the solvent boiling at low temperature, so that the volatile oil components are not easily destroyed. This paper has reviewed the principle, advantages and disadvantages, application status of vacuum technology in the field of traditional Chinese medicine volatile oil and the application of vacuum combined technologies including instant controlled pressure drop, ultrasonic combined vacuum extraction, microwave combined vacuum extraction and supercritical CO<sub>2</sub> combined vacuum extraction. Based on the practical application of these new technologies and processes in the field of traditional Chinese medicine volatile oil, the existing problems were analyzed and discussed, which will provides new ideas for the extraction process and equipment upgrade of traditional Chinese medicine volatile oil.

**Key words:** vacuum extraction; combined technology; volatile oil; instant controlled pressure drop; ultrasonic combined vacuum extraction; microwave combined vacuum extraction; supercritical CO<sub>2</sub> combined vacuum extraction

挥发油也称精油或者芳香油, 是植物体内的次生代谢产物, 由相对分子质量较小的简单化合物组成<sup>[1]</sup>。由于挥发油在很多方面具有较强的生物活性, 如抗炎、抗过敏、抗氧化、抗病毒等, 涉及的各方面研

收稿日期: 2020-01-04

**基金项目:** 国家自然科学基金资助项目 (81560657); 江西省重点研发计划 (20192BBG70072); 江西省教育厅项目 (GJJ180677); 江西省卫计委 (2018A318); 江西省“双一流”学科 (中药学) 建设项目 (JXSYLXK-ZHYAO085); 江西省“双一流”学科 (中药学) 建设项目 (JXSYLXK-ZHYAO010); 江西省青年科学基金 (20161BAB215211)

**作者简介:** 喻 芬 (1995—), 女, 在读硕士研究生, 研究方向为中药药剂学。Tel: 15083522882 E-mail: yu1570301314@163.com

**\*通信作者** 伍振峰, 男, 博士, 副教授, 主要从事中药新剂型与新技术/中药制药装备研究。

Tel/Fax: (0791)87118658 E-mail: zfwu527@163.com

万 娜, 讲师, 研究方向为中药新剂型与新技术/中药新药开发研究。Tel/Fax: (0791)87118658 E-mail: wanna988@163.com

究日益增多。其中,中药挥发油的提取是中药制剂研制和生产的关键步骤之一,也是一个难点。挥发油中的化学成分普遍含有双键、杂原子和手性原子,导致挥发油的化学性质活泼,在提取过程中容易被氧化、分解而失去药理作用,严重降低挥发油的得率和品质。在提取条件极端变化或提取工艺不合理的条件下,如高温环境,将进一步影响中药挥发油的提取率和有效成分。故提取中药挥发油面临的关键点和难点是探索合适的新型提取工艺及温和的工艺条件。目前,中药挥发油传统提取方法技术成熟、设备简单、应用广泛、成本低,但是也暴露出提取效率和资源利用率低、能耗大且环境污染严重等弊端。水蒸气蒸馏法是中药挥发油的传统提取方法,其原理是将水蒸气通入含挥发性成分的中药材提取罐内,相关挥发性成分在低于 100 °C 的温度下随水蒸气蒸馏出来。由此,水蒸气蒸馏法的提取条件不温和,对含有许多热不稳定成分的挥发油的提取存在较多问题。如在长时间与水共沸的情况下,挥发油中的一部分热敏性物质易于发生氧化和聚合反应,从而降低挥发油的质量。李慧等<sup>[2]</sup>在使用水蒸气蒸馏法提取川芎挥发油的研究中,发现部分热敏性成分易降解,导致挥发油的有效成分减少,药理作用减弱。

现代提取分离技术已经被广泛用于提取中药挥发油,主要包括微波辅助水蒸气蒸馏法、超声波辅助水蒸气蒸馏法和超临界 CO<sub>2</sub> 提取法,具有操作简单、提取时间短、提取效率高、能耗低等优点,可以解决传统工艺在提取过程中存在的某些问题。宋伟峰等<sup>[3]</sup>采用超临界 CO<sub>2</sub> 提取降香挥发油,结果表明与水蒸气蒸馏法相比,超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法稳定性和重现性好,挥发油的得率更高。余汉谋等<sup>[4]</sup>研究结果表明,微波萃取法具有省时、高产的优势。然而上述提取工艺在提取挥发油的过程中也暴露出某些问题。由于超声波热效应或者微波辐射,导致提取罐内温度和中药材温度升高,挥发油中的热敏性成分受热分解,故超声波和微波辅助水蒸气蒸馏法在保留热敏性成分方面没有突出贡献。Pavičević 等<sup>[5]</sup>比较微波辅助提取技术和水蒸气蒸馏法提取艾叶挥发油,研究表明 2 种方法提取的挥发油在成分上没有显著差异,且后者的挥发油产率比前者高。刘彤等<sup>[6]</sup>报道超声波辅助提取法提取中药挥发油可以缩短提取时间,但是挥发油提取率低、稳定性差、风味性成分严重损失,这可能是由于超声波的热效应、

机械效应、空化效应和搅拌作用,使药材的细胞严重破坏、有效成分降解。

减压提取工艺也是一种新型的现代提取工艺。其首先用于提取天然产物,如多糖和类黄酮。该工艺利用真空泵使提取罐内处于负压状态,条件较温和,能减少挥发油中热敏性成分的破坏,在提取中药挥发油方面的应用日益增多。王宏歌<sup>[7]</sup>通过减压蒸馏方法从核桃外皮中提取挥发油,结果表明减压蒸馏提取法在保证一定提取率的情况下保留了更多有效成分。由于减压提取工艺在提取中药挥发油过程中具备独特优势,减压提取与其他工艺联合应用的研究也在不断增多,如超声联合减压提取和微波联合减压提取。这些联合工艺具有优势互补的特点,能够改善单一减压提取可能存在提取率低的情况,达到在提高挥发油提取率的同时保证中药挥发油品质的目标。本文对减压提取技术与新技术的联合应用进行综述,旨在为中药挥发油提取新工艺及设备开发提供有益参考。

## 1 减压提取技术

### 1.1 减压提取的原理

减压提取即体系根据理想气体状态方程式  $P_1V_1T_1=P_2V_2T_2$ 、拉乌尔定律、道尔顿定律等物理学公式及原理,计算处于负压(抽真空)状态下溶剂沸腾的温度,通过调节真空度实现溶剂沸点降低,保持溶剂低温沸腾状态动态提取方法<sup>[8]</sup>。此法不仅可以有效减少热敏性成分的降解,而且能阻止一些大分子杂质(淀粉、蛋白质)融入到提取液中,有效提高药物提取的浓度梯度。作为一种新型提取工艺,减压技术已经被成功地用于提取各种化学成分。杨军宣等<sup>[9]</sup>在提取酸枣仁皂苷 A 的实验中,发现减压提取工艺在提取时间和提取率方面均优于传统提取工艺。冯进等<sup>[10]</sup>也证明采用减压提取得到的蓝莓叶多酚的抗氧化活性强于水蒸气蒸馏法所得。迷迭香<sup>[11]</sup>、蛇床子<sup>[12]</sup>和灵香草<sup>[13]</sup>中的挥发油通过减压技术也被成功提取。

### 1.2 减压提取的特点

减压提取是一种低温提取技术,适宜的低温首先可以防止有效成分的分解,其次还能降低杂质溶出量。中药挥发油的主要成分包括芳香族、脂肪族化合物及其含氧衍生物等,具有热不稳定性、易挥发等特点<sup>[14]</sup>,通过水蒸气蒸馏提取挥发油通常会导致挥发性成分的热降解。因此,减压提取技术用来提取挥发油可改善传统提取法存在的问题。程健等<sup>[15]</sup>

报导减压提取有利于提取具有热敏性、沸点高的挥发油成分。Wu 等<sup>[16]</sup>将减压萃取与传统的蒸汽蒸馏萃取进行比较,发现减压萃取得到的挥发油具有更多的活性成分和更好的抗菌活性。减压提取也是一种动态提取。一方面,沸腾产生强烈的鼓泡搅动和冲撞翻腾效应,将减小浓度差以形成浓度梯度并加速平衡,为提取提供动力并缩短提取时间。另一方面,沸腾产生溶剂蒸汽气泡可加速植物细胞膜的破裂,使细胞内的有效成分可以快速溶出。郭建峰等<sup>[17]</sup>通过减压蒸馏技术提取大蒜挥发油,研究结果表明其中的有效成分大蒜辣素含量较高。然而,减压技术在提取中药挥发油的过程中也存在一些问题。由于中药材品种的千差万别及在实际操作中设备和环境的影响,减压技术不适合所有中药材挥发油的提取<sup>[18]</sup>。此外,在减压情况下,油蒸气的分压比蒸汽的分压下降的更多,馏出物中油与水的比例小于在大气压下的比例。即与常压蒸馏法相比,减压提取工艺提取一定体积的挥发油可能需要消耗更多的时间和蒸汽<sup>[19]</sup>。李燕等<sup>[20]</sup>报道利用减压技术提取柑橘皮挥发油的得率不高。温馨等<sup>[21]</sup>发现减压提取对挥发油成分的影响显著,减压提取后的挥发油成分较少,未检测出醛类、醚类、酚类和萘类物质。郭凤生<sup>[22]</sup>的研究结果说明减压技术对提取针叶树精油不适用,因为热不稳定性成分遭受严重破坏。综上所述,减压技术在中药挥发油的提取中既有优势也有自身不足,需要结合中药材的特性及设备条件不断探索和实践。

### 1.3 压力对减压过程中提取率的影响

压力是影响减压提取过程中提取效率的一个主要因素。一定压力对应一定的溶剂沸点温度。在中药挥发油提取实验中,水是最常用的提取溶剂。水沸腾时饱和蒸汽压与真空度的关系见公式(1)<sup>[23]</sup>,表明系统真空度越高,溶液沸腾的温度越低。这意味着真空状态下溶液可以在较短时间内开始沸腾,且提取过程中温度不高,可能有利于中药挥发油的提取。张玉玲<sup>[24]</sup>报道随着提取压力的增加,提取罐内温度逐渐升高,腰果酚在提取过程中原料损失率增大,产品纯度和收率都明显降低,最合适的压力大小为 0.5 kPa。张琰等<sup>[25]</sup>报道的减压蒸馏提取的最合适压力是 87~90 kPa, Wu 等<sup>[16]</sup>采用减压蒸馏技术提取牛至挥发油,最合适的提取压力大小为 50 kPa,这说明较低的压力可能也不利于挥发油的提取。因为在压力较低的情况下,液体的黏度和密度

增加,阻碍溶剂更进一步地渗透到药材中,从而降低提取效率<sup>[26]</sup>。在提取实验中,提取压力的大小主要取决于药材本身特性,不同药材对应的最优提取压力必须通过工艺优化和反复验证才可以确定。

$$\frac{d \ln p}{dT} = \frac{\beta H_m}{RT^2} \quad (1)$$

$P$  为液体的饱和蒸汽压(Pa),  $T$  为液体的绝对温度(K),  $\beta H_m$  液体的平均摩尔汽化热(KJ/mol);  $R$  为气体常数

## 2 新技术与减压提取联合应用

近年来,绿色提取工艺倍受关注,尤其是多技术联合提取,在提高提取效率的同时还能降低能耗。基于减压提取存在的缺点,各种减压联合技术得到广泛应用。陈虹静等<sup>[27]</sup>利用水蒸气蒸馏、微波和超声波分别联合减压技术提取淫羊藿总黄酮,发现这 3 种减压联合技术均优于水蒸气蒸馏法。以上联合技术也被成功地应用于中药挥发油的提取。研究发现,除了超声联合减压提取法和微波联合减压提取法,瞬时控制压降法和超临界 CO<sub>2</sub> 联合减压提取法在中药挥发油领域也有相关研究。

### 2.1 瞬时控制压降法

瞬时控制压降法是一种热机械过程,是将原料短时间置于高饱和蒸汽压力下,然后突然降压至真空状态<sup>[28]</sup>。在这种提取过程中连续的升降压循环会使植物组织不断收缩和膨胀并赋予其多孔结构,有利于挥发性分子释放与汽化。到目前为止,该技术已被应用于不同领域,如预处理纹理<sup>[29]</sup>、提取天然植物成分和挥发性有机成分。每次实验前,首先除去整个实验装置内部空气以保持真空状态,使药材与蒸汽之间具有良好的传质效果,其次进行适当的升降压循环操作以提取挥发油,直到挥发油完全被提取。瞬时控制压降法的有效性主要取决于升降压循环的周期,在最佳条件下,使用这种方法只需要几十分钟就可以达到最大提取率,这主要是基于以下 3 种效应:一是挥发性成分的自动蒸发;二是产品瞬间冷却,可能会阻止成分的热降解;三是细胞和分泌腔壁肿胀甚至破裂<sup>[30]</sup>。综上,通过改变植物的结构,可以在质量和数量上得到更好的提取;较少的加热时间可以防止热敏性成分的降解,从而提高挥发油提取率。并且该工艺已经成功地提取了薰衣草<sup>[31]</sup>、迷迭香<sup>[32]</sup>等挥发油。瞬时控制压降法可以视为一种能耗低、操作时间短的绿色萃取技术。

### 2.2 超声联合减压提取

超声处理广泛用于从植物材料中提取各种物

质,主要是由于空化效应产生,微观气泡,在合适的超声波功率和时间条件下,气泡连续收缩与膨胀的效应破坏细胞壁的微流而产生高剪切梯度,显著加速溶剂渗透到细胞中和相关成分扩散到溶剂中,加快传质速率,使提取效率提高。应用超声波辅助提取中药挥发油亦是如此,超声波的空化效应、机械效应和热效应破坏中药材基质的细胞壁,使内容物可以较快释放到提取罐中,强化挥发油的提取过程<sup>[33]</sup>。肖娟等<sup>[34]</sup>采用超声波辅助水蒸气蒸馏法提取柠檬皮精油,由于超声波对柠檬皮细胞结构的破坏作用使柠檬精油被快速提取。但是有研究表明当超声时间太长或超声功率太高,导致更多的细胞壁破裂,使提取物中的不溶性物质和胞质溶胶等杂质悬浮在提取液中,降低溶剂进入细胞的渗透性,不利于挥发油提取<sup>[35]</sup>。再者超声波的热效应可进一步升高提取温度,导致某些热敏性成分的降解。超声波联合减压技术在提取活性成分方面非常有效<sup>[36]</sup>,可以改善单一提取工艺的不足:减压条件下的提取可以避免因长时间加热导致不稳定化合物的降解;超声波辅助能够提高挥发油的提取效率。这 2 种工艺的联合形式主要有 2 种。①超声预处理一段时间后再进行减压蒸馏提取。崔燕玲等<sup>[37]</sup>采用这种联合方法成功提取了红葱头挥发油,并发现超声功率对挥发油提取率的影响最显著,超声时间的影响最小。②将超声探针置于提取罐内,提取罐连接真空装置,达到超声和减压同时进行的效果。Pordo 等<sup>[38]</sup>采用该种联合方式提取荷兰薄荷挥发油,所得挥发油得率和氧化萜烯的含量均较高。杜惠蓉等<sup>[39]</sup>研究表明这种联合提取方法能够显著提高山苍子油的提取率和品质。综上,超声联合减压提取中药挥发油具有提取效率高、挥发油质量好、设备成本低等优点,具有广阔的应用前景。

### 2.3 微波联合减压提取

微波提取工艺已经是一种成熟的技术。在微波辅助提取过程中,中药材细胞内部含水分及其他物质的存在,能吸收更多的微波能量,而周围的非极性溶剂吸收偏少,从而在细胞内部产生热应力,药材的细胞结构因细胞内部产生的热应力而破裂,使细胞内部的物质直接与相对冷的萃取剂接触,加速目标产物由细胞内部转移到萃取剂中,强化了提取过程<sup>[40]</sup>。基于此原理,微波作为一种辅助手段同样可以发挥它的独特优势,微波辅助水蒸气蒸馏法已被广泛应用于中药挥发油提取,而微波辅助减压

提取工艺的应用在挥发油领域也有相关报道,且获得一定研究成果。微波辅助减压提取的应用可以在较温和条件下获得更高的提取率,减压提取可以减少挥发油中热敏性成分的降解,而微波辅助能加速植物细胞膨胀和细胞破裂的速率,提高挥发油提取效率。根据微波联合形式的不同,目前微波联合减压蒸汽蒸馏法、微波水扩散重力技术联合减压提取法。

**2.3.1 微波联合减压蒸汽蒸馏法** 微波联合减压蒸馏提取是将提取装置置于微波设备中,同时连接真空泵,整个过程基本实现循环利用,是一种绿色的提取工艺。在减压的同时,微波使植物细胞膨胀并导致腺体和细胞破裂。蒸汽通过样品,蒸发并携带精油,并将其导向冷凝器和收集瓶。微波联合减压蒸馏的实质还是水蒸气蒸馏。因此除了压力、微波功率和微波时间对提取有影响,水的加入量也会影响挥发油得率。水量过多会增加油的蒸出率,水量过少则会使挥发油提取不彻底。仝其根等<sup>[41]</sup>采用微波联合减压蒸馏提取胡椒油,水用量为胡椒质量的 5.5 倍时,胡椒油的提取率最高。李燕等<sup>[42]</sup>研究微波联合减压蒸馏和溶剂提取 2 种方法提取柑橘皮精油,结果表明前者提取率比后者高 4.5%。柴向华等<sup>[43]</sup>采用微波联合减压蒸馏提取肉桂精油,整个实验过程无添加任何化学试剂、节能环保、提取效率和有效成分含量高。微波联合减压提取和超声联合减压提取相似,在中药挥发油的提取中应用比较广泛,设备成本不高。

**2.3.2 微波水扩散重力技术联合减压提取法** 微波水扩散重力技术消耗能量和溶剂少,是一种高效、经济且环保的方法。但是为避免或减少化学成分的降解,迫切需改进该新技术。真空系统在微波水扩散重力技术中的应用可以开发成一种在没有任何溶剂或水的情况下提取热敏感化合物的有效方法。微波水扩散重力技术的原理是微波与生物水(即从植物材料中存在的水产生的蒸汽)直接相互作用促进植物组织细胞内捕获的挥发油的释放。由于地球引力,热的“原汁”和蒸汽(原位水)的混合物自然地向下移动到微波腔外部的冷凝器中,通过该冷凝作用收集挥发油。当与减压技术结合使用时,真空泵安装在冷凝器和收集瓶之间。细胞学研究揭示该联合方法可以增强细胞结构崩解的效率,导致细胞内容物的恢复增加<sup>[44]</sup>。Abert-Vian 等<sup>[44]</sup>采用该联合

工艺提取出的洋葱提取物具有更高的抗氧化活性。尽管这种新颖的方法在中药挥发油提取方面的报导相对较少，但在提取有价值的热敏性植物成分方面有突出的优势，在中药挥发油领域的应用会日趋增加。

## 2.4 超临界 CO<sub>2</sub> 联合减压提取

超临界 CO<sub>2</sub> 提取法 (SFE-CO<sub>2</sub>) 的原理是利用超临界 CO<sub>2</sub> 对一些植物功能性成分具有特殊的溶解作用，将目标成分从混合物中无损萃取出来。压力和温度是影响超临界 CO<sub>2</sub> 溶解能力的 2 个主要因素。在超临界状态下，通过降压或升温的方法降低超临界流体的密度，进而改变超临界流体对萃取物的溶解度，使药材中具有不同极性和不同相对分子质量的组分依次萃取出<sup>[45]</sup>。虽然已有文献报道超临界 CO<sub>2</sub> 提取法具有高效、快速、精油品质高等优点，但

是超临界 CO<sub>2</sub> 提取工艺难以同时获得高纯度和高回收率的含氧化合物。在某些情况下，提取高纯度和高回收率的含氧化合物是保证挥发油品质的关键。因为很多中药挥发油的主要成分是含氧化合物，如紫丁香挥发油<sup>[46]</sup>。且含氧化合物是引起挥发油香味的主要成分，也可能是主要的活性成分，如柑橘皮挥发油的特征风味和药理特性主要由含氧化合物提供<sup>[47]</sup>。Kondo 等<sup>[48]</sup>采用超临界 CO<sub>2</sub> 工艺提取的含氧化合物的回收率仅为 45.13%~65%。Fang 等<sup>[47]</sup>采用超临界 CO<sub>2</sub> 与减压提取相结合的工艺提取佛手柑挥发油，所得含氧成分更多，表明减压技术联合超临界 CO<sub>2</sub> 提取技术比单一方法在保留挥发油含氧成分方面具有优势。但是超临界 CO<sub>2</sub> 提取工艺使用的设备要求高，价格昂贵，导致该技术的大规模应用受到一定限制。

减压联合新工艺的特点及应用具体见表 1。

表 1 减压联合新工艺的特点及应用

Table 1 Features and applications of novel vacuum combined process

| 序号 | 减压联合新工艺                     | 特点                                                 | 应用                                                           | 结果                                                 |
|----|-----------------------------|----------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------|
| 1  | 瞬时控制降压法                     | 快速、高效、有效成分降解少、设备要求高                                | 薰衣草 <sup>[31]</sup> 、迷迭香 <sup>[32]</sup>                     | 挥发油的得率高于水蒸气蒸馏法，提取时间 (480 s) 远低于水蒸气蒸馏法 (若干小时)       |
| 2  | 超声联合减压提取法                   | 提取效率高、挥发油质量好、设备成本低、应用广                             | 红葱头 <sup>[37]</sup> 、薄荷 <sup>[38]</sup> 、山苍子 <sup>[39]</sup> | 与传统提取方法相比，红葱头挥发油的提取率高，薄荷挥发油的有效成分含量高，山苍子油的提取率和品质均较好 |
| 3  | 微波联合减压蒸汽蒸馏法                 | 挥发油提取率高、有效成分降解少、设备成本低、应用广                          | 胡椒 <sup>[42]</sup> 、肉桂 <sup>[43]</sup>                       | 所得胡椒挥发油和肉桂挥发油的含量比传统提取方法高                           |
| 4  | 微波水扩散重力技术联合减压提取法            | 有效减少热敏性成分的降解，溶剂用量少、绿色环保，在挥发油方面应用少                  | 洋葱 <sup>[44]</sup>                                           | 洋葱提取物具有较强的抗氧化活性                                    |
| 5  | 超临界 CO <sub>2</sub> 联合减压提取法 | 挥发油纯度高、含氧成分的提取率高，适合提取用于化妆品和食品行业的高质量挥发油，相关设备复杂、价格昂贵 | 佛手柑 <sup>[47]</sup>                                          | 联合方法所得挥发油的含氧成分含量比单一方法所得的高，特征风味强                    |

## 3 减压及其联合技术应用于中药挥发油提取过程中存在的问题

目前减压及其联合技术在提取中药挥发油的研究中取得了一定的进展，但由于设备自身存在的缺陷和中药材性质的复杂性，在研究和实际生产中还存在着亟待解决的问题。下面对减压及其联合技术存在的问题和一些解决措施加以探讨。

### 3.1 减压及其联合技术的装备问题

减压提取工艺从原理上看很简单。主要是气泡的膨胀效应和鼓泡搅动和冲撞的翻腾效应，使得挥发油得以较快的溶出<sup>[49]</sup>。减压提取、超声联合减压

提取和微波联合减压提取技术已经被应用于各种中药挥发油的提取，为中药行业的发展做出一定贡献。但是减压工艺装备还有待进一步完善。部分实验室的减压提取装备相对落后，多数减压装置是在现有提取设备上改造，配套性和衔接性差，仅适合于小规模实验研究，对提取的药材具有较高的选择性，且沸腾后挥发的溶媒蒸汽和挥发油被部分吸入真空系统，导致溶媒和挥发油的损耗，在提取过程中也不能形成很好的“回流”效果。制药企业生产过程中仍以传统落后的提取技术和提取设备为主导，普遍存在能耗过高、效率过低的现实问题<sup>[50]</sup>，

不符合我国推崇的智能化和绿色化理念。由此,先进的提取技术和设备需加强工程基础研究,以便加速促进装备的产业化转化升级。瞬时控制压降法和超临界 CO<sub>2</sub> 联合减压提取技术对真空度的要求高,需要实现样品与蒸汽之间良好的传质效果,并且相关技术和装备的起点高、设备复杂、价格偏高,实现工业生产比较困难。

### 3.2 对提取过程中的传质动力学模型研究不足

从中药材提取挥发油的过程可以归属于化学工程领域的传递过程。由于中药材结构、几何形状以及化学成分的复杂性等因素,导致对该过程的数学描述存在很大的难度<sup>[51]</sup>。目前,中药生产工艺主要凭经验或实验数据确定,未形成相对完善的理论基础,专门以中药材为研究对象进行药物提取过程的机制模型研究更少<sup>[51]</sup>。特别是对挥发油有效成分提取过程的机制和动力学特性缺乏深入的研究。通过调研发现,以人体 iv 给药肾脏的消除模型<sup>[52]</sup>和颗粒扩散和气膜扩散<sup>[53]</sup>为基础模型都可以成功地模拟挥发油提取量与提取时间的关系。而且发现以菲克的第一、第二定律为基础,可以推导出萃取、水蒸气蒸馏、超临界 CO<sub>2</sub> 萃取、微波辅助蒸汽蒸馏和超声辅助蒸汽蒸馏这些方法提取中药有效成分的过程动力学模型。减压及其联合技术提取中药挥发油的动力学模型研究比较少,大部分提取实验仅停留在考察工艺参数、比较挥发油得率及分析挥发油成分这 3 个方面。通过借鉴以上模型或者其他模型对减压及其联合技术提取中药挥发油的动力学过程进行模拟,以期为中药材生产和挥发油提取工艺参数的优化提供有价值的理论参考。

### 3.3 对减压及其联合技术提取方法通用性的研究不足

减压提取法的优势是比较明显的,尤其是近年来对减压提取工艺的不断优化与研究,更是为其后续的推广与使用提供了必要的基础。笔者通过对相关文献调研分析,减压提取法对部分热敏性成分的提取并不适用。李文珠等<sup>[54]</sup>采用不同提取工艺提取杉木挥发油,发现减压蒸馏所得杉木精油中基本不含低沸点的萜烯类成分,而其他传统方法提取的精油中均含有该成分。朱旗等<sup>[55]</sup>比较不同方法提取绿茶挥发油,研究表明减压提取所得挥发油的各种成分的含量均低于传统提取的方法。郭凤生<sup>[22]</sup>对有机溶剂提取法与减压蒸馏提取法所得针叶树挥发油进行成分分析,在溶剂和提取条件统一的条件下,发

现减压蒸馏提取法所得挥发油中的热敏性成分发生严重降解。由此,应继续加深减压提取法的通用性和对热敏性成分适用性的研究。通过挥发油成分提取动力学的研究,分析不同时间段的挥发油成分,可以了解减压及其联合技术对热敏性成分的适用性,以提高减压提取技术在中药挥发油领域应用的适宜性。

## 4 结语与展望

中药挥发油在医药、保健品、美容等领域具有良好的应用和发展前景。新型提取分离工艺的发展将更好地帮助挥发油产业的可持续发展。目前,中药挥发油传统提取方法存在提取率低、受热时间长、热敏性成分易破坏、选择性差等不足。尽管已经出现各种新型提取工艺,但是仍存在一些亟待解决的问题。减压及其联合技术组合将会发挥单一技术的优势的同时弥补其不足,该组合技术的应用具有提取时间短、效率高、条件温和、活性组分破坏少、能耗低等优点,这将会是中药挥发油提取工艺和装备发展的新方向。目前,部分联合技术需要依靠复杂的设备工艺,如超临界 CO<sub>2</sub> 联合减压提取存在技术要求高、仪器设备昂贵、成本相对较高等缺点,实现广泛应用还比较困难。同时应继续加大减压及其联合技术提取中药挥发油的传质动力学和通用性等相关基础研究。不断借鉴、引进、发展新技术,充分吸收国内外在提取技术方面获得的先进的研究成果,有助于加快提高中药挥发油提取技术和装备水平,使减压及其联合技术在中药挥发油的提取中得到广泛应用。以力求实现中药制药过程的低碳和环境友好,保证中药制剂安全、有效及质量稳定。

## 参考文献

- [1] 李 欧, 金 尧, 蔡小燕, 等. 中药挥发油提取技术研究概况 [J]. 中兽医医药杂志, 2017, 36(2): 30-32.
- [2] 李 慧, 王一涛. 不同方法提取川芎挥发油的比较分析 [J]. 中国中药杂志, 2003, 28(4): 379-380.
- [3] 宋伟峰, 廖美金, 罗淑媛. 超临界二氧化碳萃取及水蒸气蒸馏法提取降香挥发油及其 GC-MS 分析 [J]. 中药材, 2011, 34(11): 1725-1727.
- [4] 余汉谋, 肖海鸿, 姜兴涛, 等. 千年健挥发油微波辅助提取研究 [J]. 精细化工, 2011, 28(12): 1183-1187.
- [5] Pavićević V P, Marković M S, Milojević S Ž, et al. Microwave-assisted hydrodistillation of juniper berry essential oil: Kinetic modeling and chemical composition [J]. *J Chem Technol Biotechnol*, 2016, 91(4): 883-891.
- [6] 刘 彤, 付 彬. 肉桂油五种提取工艺的比较研究 [J].

- 天津药学, 2018, 30(1): 28-30.
- [7] 王宏歌. 核桃楸外果皮活性成分的研究 [D]. 哈尔滨: 东北林业大学, 2013.
- [8] 王赛君, 伍振峰, 杨 明, 等. 中药提取新技术及其在国内的转化应用研究 [J]. 中国中药杂志, 2014, 39(8): 1360-1367.
- [9] 杨军宣, 张建刚, 周年华. 减压提取与常规提取酸枣仁的比较研究 [J]. 中国现代应用药学, 2013, 30(7): 733-737.
- [10] 冯 进, 曾晓雄, 李春阳. 蓝莓叶多酚减压提取工艺优化 [J]. 食品工业科技, 2012, 33(16): 315-318.
- [11] 肖 香. 迷迭香精油及抗氧化剂的提取纯化研究 [D]. 无锡: 江南大学, 2006.
- [12] 魏玉磊. 烟用蛇床子精油的提取工艺研究 [J]. 食品工业, 2010, 31(4): 78-80.
- [13] 潘文亮, 张祥伟, 鲍峰伟. 灵香草精油提取及在卷烟芯线加香中的应用 [J]. 食品工业, 2016, 37(12): 84-87.
- [14] 伍振峰, 王赛君, 杨 明, 等. 中药挥发油提取工艺与装备现状及问题分析 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2014, 20(14): 224-228.
- [15] 程 健, 曾 韬, 杨彦春. 杉木根干馏油提取杉木精油及化学成分分析 [J]. 林产化学与工业, 2007, 27(S1): 65-68.
- [16] Wu Z F, Xie L Z, Li Y H, *et al.* A novel application of the vacuum distillation technology in extracting *Origanum vulgare* L. essential oils [J]. *Ind Crops Pro*, 2019, 139: 111-116.
- [17] 郭建峰, 张正国, 雷青娟. 大蒜油提取工艺的研究 [J]. 化学工程与装备, 2008(11): 39-41.
- [18] 陈晓东, 肖 莹. 中药减压提取的实验方法 [J]. 机电信息, 2006(17): 29-31.
- [19] Babu K G D, Kaul V K. Variations in quantitative and qualitative characteristics of wild marigold (*Tagetes minuta* L.) oils distilled under vacuum and at NTP [J]. *Ind Crop Pro*, 2007, 26(3): 241-251.
- [20] 李 燕, 黄萧逸. 超临界 CO<sub>2</sub> 萃取与水蒸气减压蒸馏萃取柑桔皮精油比较 [J]. 广州化工, 2012, 40(5): 118-119.
- [21] 温 馨, 武冬梅, 李锦莲, 等. 不同产地雪菊挥发油化学成分比较 [J]. 北方园艺, 2018, 42(16): 160-166.
- [22] 郭凤生. 针叶树精油的萃取法 [J]. 林产化工通讯, 1989(4): 42-43.
- [23] 黄 娟. 中药减压提取技术工程学原理与栀子减压提取工艺研究 [D]. 成都: 成都中医药大学, 2013.
- [24] 张玉玲. 腰果油中腰果酚的提取及其抗氧化性研究 [D]. 郑州: 郑州大学, 2009.
- [25] 张 琰, 刘 梅, 程建峰, 等. 归辛颗粒挥发油提取工艺研究 [J]. 解放军药学学报, 2009, 25(3): 214-216.
- [26] Chen W, Huang Y, Qi J, *et al.* Optimization of ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from *Areca Husk* [J]. *J Food Process Pres*, 2012, 38(1): 90-96.
- [27] 陈虹静, 黄元红, 李 容, 等. 淫羊藿总黄酮的 3 种减压回流提取工艺优选 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2013, 19(11): 47-50.
- [28] Asbahani A E, Miladi K, Badri W, *et al.* Essential oils: From extraction to encapsulation [J]. *Int J Pharm*, 2015, 483(1/2): 220-243.
- [29] Amor B B, Allaf K. Impact of texturing using instant pressure drop treatment prior to solvent extraction of anthocyanins from *Malaysian Roselle (Hibiscus sabdariffa)* [J]. *Food Chem*, 2009, 115(3): 820-825.
- [30] Feyzi E, Eikani M H, Golmohammad F, *et al.* Extraction of essential oil from *Bunium persicum* (Boiss.) by instant controlled pressure drop [J]. *J Chromatogr A*, 2017, 1530: 59-67.
- [31] Besombes C, Berka-Zougali B, Allaf K. Instant controlled pressure drop extraction of lavandin essential oils: fundamentals and experimental studies [J]. *J Chromatogr A*, 2010, 1217(44): 6807-6815.
- [32] Rezzoug S A, Boutekedjiret C, Allaf K. Optimization of operating conditions of rosemary essential oil extraction by a fast controlled pressure drop process using response surface methodology [J]. *J Food Eng*, 2005, 71(1): 9-17.
- [33] Chemat F, Khan M K. Applications of ultrasound in food technology: Processing, preservation and extraction [J]. *Ultrason Sonochem*, 2011, 18(4): 813-835.
- [34] 肖 娟, 周 康, 胡 滨, 等. 超声波辅助水蒸气提取柠檬精油工艺优化及成分分析 [J]. 食品与机械, 2018, 34(9): 172-178.
- [35] Tian Y, Xu Z, Zheng B, *et al.* Optimization of ultrasonic-assisted extraction of pomegranate (*Punica granatum* L.) seed oil [J]. *Ultrason Sonochem*, 2013, 20(1): 202-208.
- [36] Xie P J, Huang L X, Zhang C H, *et al.* Reduced pressure extraction of oleuropein from olive leaves (*Olea europaea* L.) with ultrasound assistance [J]. *Food Bioprod Process*, 2015, 93: 29-38.
- [37] 崔燕玲, 曾瑞君, 曾庆祝, 等. 红葱头香味精油提取工艺研究 [J]. 食品工业科技, 2016, 37(20): 285-289.
- [38] Porto C D, Decorti D. Ultrasound-assisted extraction coupled with under vacuum distillation of flavour compounds from spearmint (carvone-rich) plants: Comparison with conventional hydrodistillation [J]. *Ultrason Sonochem*, 2009, 16(6): 795-799.
- [39] 杜惠蓉, 朱 辉, 陈安银. 超声辅助减压蒸馏技术提取

- 山苍子油的研究 [J]. 山东农业科学, 2018, 50(2): 133-138.
- [40] 杨 君, 张献忠, 高宏建, 等. 天然植物精油提取方法研究进展 [J]. 中国食物与营养, 2012, 18(9): 31-35.
- [41] 仝其根, 黄少婷, 周 敏. 提取分离胡椒油及胡椒碱的研究 [J]. 农产品加工, 2008(7): 219-221.
- [42] 李 燕, 雷云周. 溶剂、微波萃取法提取柑橘皮精油 [J]. 应用化工, 2013, 42(10): 1851-1853.
- [43] 柴向华, 张 浩, 吴克刚, 等. 肉桂精油的微波减压提取及组成分析 [J]. 粮食与油脂, 2018, 31(1): 19-22.
- [44] Abert-Vian M, Elmaataoui M, Chemat F, *et al.* A novel idea in food extraction field: Study of vacuum microwave hydrodiffusion technique for by-products extraction [J]. *J Food Eng*, 2011, 105(2): 351-360.
- [45] 舒 展. 超临界流体萃取油品的工艺研究进展 [J]. 广东化工, 2019, 46(5): 144-145.
- [46] 刘文盈. 紫丁香精油的开发及其评价 [J]. 北方农业学报, 2004(5): 32-34.
- [47] Fang T, Goto M, Sasaki M, *et al.* Combination of supercritical CO<sub>2</sub> and vacuum distillation for the fractionation of bergamot oil [J]. *J Agric Food Chem*, 2004, 52(16): 5162-5167.
- [48] Kondo M, Goto M, Kodama A, *et al.* Fractional extraction by supercritical carbon dioxide for the deterpenation of bergamot oil [J]. *Ind Eng Chem Res*, 2000, 39(12): 4745-4748.
- [49] 伍振峰, 罗 晶, 万 娜, 等. 中药减压提取沸点与饱和蒸气压关系影响因素研究 [J]. 中草药, 2016, 47(23): 4166-4172.
- [50] 杨 明, 伍振峰, 王雅琪, 等. 中药制药装备技术升级的政策、现状与途径分析 [J]. 中草药, 2013, 44(3): 247-252.
- [51] Huang K, Li J, Liu S. Kinetic model for ultrasonic enhancement of extraction process of Chinese traditional medicine [J]. *J Ind Eng Chem*, 2004, 55(4): 646-646.
- [52] 何 兵, 田 吉. 挥发油提取过程动力学模型及其参数的确定 [J]. 泸州医学院学报, 2003, 26(6): 478-481.
- [53] 吴明一, 赵金华, 梁 慧, 等. 中药材挥发油提取过程的传质动力学模型 [J]. 化工学报, 2008, 59(12): 2990-2995.
- [54] 李文珠, 吴青思, 哈力克, 等. 不同工艺提取的杉木精油组分含量研究 [J]. 浙江林业科技, 2014, 34(1): 28-32.
- [55] 朱 旗, 施兆鹏, 任春梅. 绿茶香气不同提取方法的研究 [J]. 茶叶科学, 2001, 21(1): 38-43.