

以天然植物有效成分为主体的饲料 添加剂的制备工艺研究^{*}

葛长荣^{1 **}, 韩剑众², 高士争¹, 田允波³, 黄启超¹, 张铁英¹

(1. 云南农业大学食品科学技术学院, 云南 昆明 650201;
2. 杭州商学院食品科学与工程系, 浙江 杭州 310035;
3. 佛山科学技术学院动物科学系, 广东 佛山 528231)

摘要: 以水为溶媒通过正交试验得到不同沸点下的最佳提取工艺, 结合饲养试验最终确定以天然植物有效成分为主体的饲料添加剂的制备工艺, 药材加 10 倍量水, 室温浸泡 12 h 后减压煮沸(75 ℃)提取 1 h, 滤过残渣再分别加 6 倍量水煎煮 2 次, 每次 1 h, 滤过合并浓缩, 真空喷雾干燥得纯品, 每 1 g 抽提物纯品相当于原药材仔猪 8.08 g(得率 12.38%), 中猪 8.56 g(得率 11.67), 大猪 7.56 g(得率 13.21%)。

关键词: 中草药; 浸提; 制备工艺

中图分类号: S 828.5 文献标识码: A 文章编号: 1004-390X(2002)01-0051-05

根据中兽医的基本理论, 结合当前养猪生产的实际, 课题组研制了作为猪用天然植物中草药组方, 并用粉剂直接添加在饲料中, 取得了较好的促生长、防下痢效果^[1]。由于生药粉碎后直接添加, 质量难以控制, 而且做为饲料添加剂在实际生产中多有不便, 因此我们进行了有效成分(药效成分)提取浓缩的制备工艺研究。

传统的中药制剂方法很多, 且已有完备的理论, 即所谓“炮制”。而针对中草药有效成分的分离提取技术, 近年来发展较快, 用 CO₂ 超临界流体萃取技术对那些已明确化学结构的活性成分分离取得了长足的发展^[2,3], 这对研究中药处方中所含有有效化学成分做了极大的贡献。然而, 对复方中草药中的某些有效成分进行分离提取, 并以提取物为基础研制药新药, 复方已完全失去其真正的有机配伍特征^[3], 事实上复方制剂对机体的作用很难以某一种或几种成分的功效来描述; 又作为饲料添加剂的制剂有其自身的特点, 如必须使用方便、成本低廉。因此, 本研究采用传统的水煎煮工艺。

1 抽提设备的研制

常压下用水煮沸一定时间提取药效成分是我国传统中药制剂的特点。中药用水提取的设备很多, 但绝大多数无温度、压力控制装置。大量的研究报道表明, 用水煎煮, 温度对中药的药效成分有较大的影响^[4,5,6]。因此, 提取设备必须具有减压及温度控制装置, 我们和有关厂家一起研制了新型自控多功能中药提取器, 包括常压煎煮和浓缩、减压煎煮浓缩、热回流提取、冷循环回流、渗透循环回流等装置, 为课题组在不同温度(减压)下提取药效成分提供了条件(详见机器说明书)。提取设备见图 1。

沸点温度和压力的关系见图 2。

2 试验方法

2.1 材料

使用处方药材各味由云南省昆明中药饮片厂提供。

* 收稿日期: 2001-12-18 ** 通讯作者

基金项目: 云南省“九五”科技攻关重点项目资助(95A3-4)。

作者简介: 葛长荣(1962-), 男, 江苏盐城人, 教授, 主要从事动物营养与肉品质调控, 安全绿色畜产品的研究与开发。

2.2 方法

2.2.1 根据有关资料,选定 3 个沸点温度即 97 ℃(昆明常压下的沸点温度),75 ℃(-0.08×10^3 Pa),55 ℃(-7.09×10^3 Pa),在每一个确定的沸点温度下,用加水量、提取时间、提取次数 3 个试验因素,每个因素设 3 个水平的试验方案,共进行了 3 次正交试验,27 个抽提试验。见表 1。

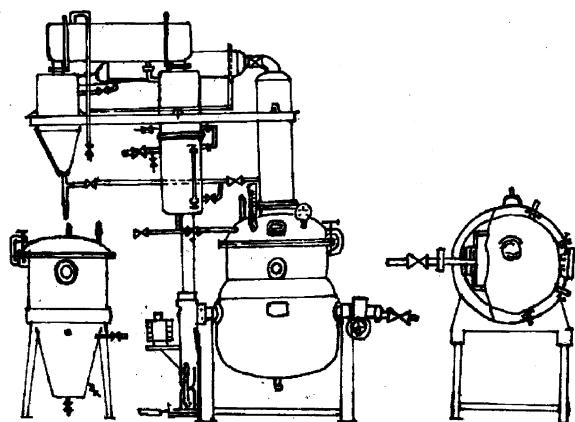


图 1 提取设备

Fig. 1 The equipment of extraction

表 1 因素水平表
Tab. 1 The alphabet of all factors' level

每次提取次数 (C)/次	因素水平	每次加水量 (A)/倍	每次提取时间 (B)/min
1	6	40	1
2	8	60	2
3	10	90	3

表 2 沸点温度 97 ℃时提取工艺的 $L_g(3^4)$ 正交试验结果
Tab. 2 The perpendicular experimental fruitage of extraction technology $L_g(3^4)$ (when boiling point is 97 ℃)

试验号	A 加水量 (倍)	B 提取时间 /min	抽提次数	浸出率 /%
1	A1:6	B1:40	C1:1	4.65
2	A1:6	B2:60	C2:2	9.87
3	A1:6	B3:90	C3:3	11.13
4	A2:8	B1:40	C2:2	10.21
5	A2:8	B2:60	C3:3	11.62
6	A2:8	B3:90	C1:1	5.64
7	A3:10	B1:40	C3:3	11.38
8	A3:10	B2:60	C1:1	5.04
9	A3:10	B3:90	C2:2	9.43

以水溶性固形物为考察指标,选用 $L_g(3^4)$ 正交表试验共进行了 3 次正交试验,计 27 个抽提试验。取药材 5 kg,加水抽提至规定时间,各次提取液粗滤后离心(3 000 r/min)10 min,取上清液 20 mL 水溶蒸干,105 ℃干燥 3 h 后移至干燥器中,冷却 30 min,迅速称重,计算水溶性固形物浸出率,结果见表 2,3,4.

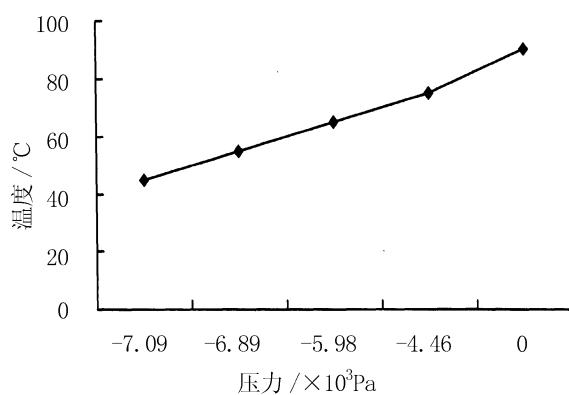


图 2 真空度和温度(沸点)的关系

Fig. 2 The relation between vacuum degree and temperature (boiling point)

从表 2 的结果分析(直观分析及方差分析)可以看出,97 ℃时最佳的工艺条件为 A2B2C3,即 8 倍水添加,60 min,3 次抽取。

表 3 沸点温度 75 ℃时提取工艺的 $L_g(3^4)$ 正交试验结果

Tab. 3 The perpendicular experimental fruitage of extraction technology $L_g(3^4)$ (when boiling point is 75 ℃)

试验号	A 加水量 /倍	B 提取时间 /min	抽提次数	浸出率 /%
1	A1:6	B1:40	C1:1	3.88
2	A1:6	B2:60	C2:2	9.55
3	A1:6	B3:90	C3:3	11.16
4	A2:8	B1:40	C2:2	5.17
5	A2:8	B2:60	C3:3	11.42
6	A2:8	B3:90	C1:1	4.21
7	A3:10	B1:40	C3:3	10.08
8	A3:10	B2:60	C1:1	5.57
9	A3:10	B3:90	C2:2	9.86

表 3 的结果表明,75 ℃时最佳的工艺条件为 A3B2C3,即 10 倍水添加,60 min,3 次抽取。

表4 数据表明,55℃时最佳的工艺条件为A3B3C3,即10倍水添加,90min,3次抽取。根据表2,表3,表4的结果得出3个沸点温度下的最佳抽提工艺。再取药材5kg,按上述试验加水抽提至规定时间,每一温度下3次合并,滤液浓缩,喷雾干燥,各得纯品为:I(97℃)=607g(得率12.14%),II(75℃)=619g(得率12.38%),III(55℃)=593g(得率11.86%)。

表4 沸点温度55℃时提取工艺的 $L_g(3^4)$ 正交试验结果

Tab. 4 The perpendicular experimental fruitage of extraction technology $L_g(3^4)$ (when boiling point is 75℃)

试验号	A 加水量 /倍	B 提取时间 /min	抽提次数 /次	浸出率 /%
1	A1:6	B1:40	C1:1	3.02
2	A1:6	B2:60	C2:2	5.98
3	A1:6	B3:90	C3:3	9.64
4	A2:8	B1:40	C2:2	6.13
5	A2:8	B2:60	C3:3	9.95
6	A2:8	B3:90	C1:1	5.36
7	A3:10	B1:40	C3:3	9.12
8	A3:10	B2:60	C1:1	4.45
9	A3:10	B3:90	C2:2	9.44



2.2.2 干燥设备及流程图(见图3)

其中干燥工艺参数为:

LPG-5型高速离心喷雾干燥机的喷雾压力为0.3 MPa,雾化器的转速为2500 r/min,喷雾盘直径为50 mm,干粉回收率≥90%,它的水分最大蒸发量为5 kg/h. 热空气入口温度为140~350℃(自控),出口温度为80~90℃,加热蒸汽压力为0.8 MPa.

2.2.3 饲养试验

把不同温度下的抽取物纯品进行实际的饲养试验,以常规市售饲料为对照组1,生药粉碎直接添加为对照组2,见表5.

表5的结果表明,无论是直接添加还是抽提后再添加,对仔猪的饲养效果均优于市售常规饲料组,日增重分别提高5.1%,12.9%,24.1%和6.6%。抽提物亦优于直接添加,但以II(75℃)为最好,比直接添加提高18.1%(P<0.05).

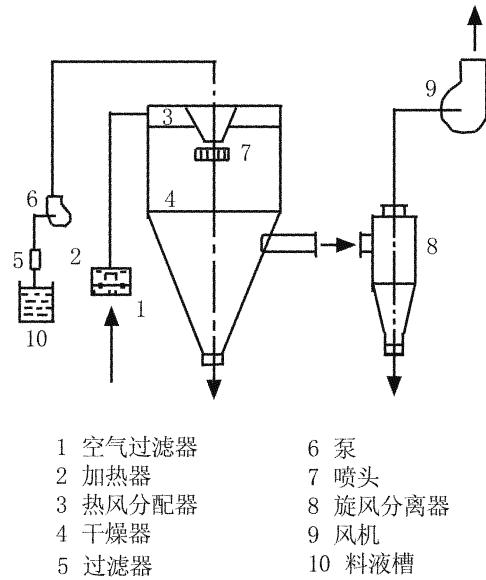


图3 干燥设备及流程图

Fig. 3 The equipment of desiccation and the flow chart

2.2.4 药效成分的定性和定量分析

2.2.4.1 定性分析

用高效液相色谱法对黄芪甲甙,大黄酚,大黄

素和黄莲进行定性分析,能检测到。

2.2.4.2 定量分析

对抽提物中蒽醌和黄酮作定量分析,结果分别为:

黄酮含量(mg/s):仔猪 ≥ 1.0 ,中猪 ≥ 2.0 ,大猪 ≥ 2.0 ;
蒽醌含量(mg/s):仔猪 ≥ 0.60 ,中猪 ≥ 0.50 ,大猪 ≥ 0.45 .

3 分析和讨论

基于温度对中药药效成分的影响,我们确定了3个沸点温度,通过正交试验得出了不同温度下的抽提工艺,对抽提物进行的仔猪饲养试验则表明,不同温度下的抽提物虽然其得率相差不大,但对仔猪的作用效果有明显差异,这再次证明温度对药效

成分有影响,和文献报道的一致。限于经费、时间,本研究只选取了3个沸点温度,而且对煎煮药物粒径的大小对浸出率的影响等未能作深入全面的试验研究。实验结果表明,同一温度下,抽提次数对浸出率有极显著的影响,而加水量及抽提时间影响较少,可在实验范围内综合分析后选一水平。第2次,第3次提取液的体积大,含固量低,不但减少浓缩时的工时及能耗,也为避免有效成分因长时间加热浓缩被破坏,所以在实际生产操作中第2次、3次减少加水量,即6倍量加水为佳。

表 5 不同温度下的抽提物对仔猪的饲养试验

Tab. 5 The experiment of the extraction of different temperature fed piglet

项 目	常规市售饲料组 (对照 1)	生药直接添加组 (对照 2)	试验 I (97 ℃)	试验 II (75 ℃)	试验 III (55 ℃)
	(20)	(20)	(20)	(20)	(20)
头数(n)	60(20) (20)	60(20) (20)	60(20) (20)	60(20) (20)	60(20) (20)
平均始重	20.25 ± 0.46	20.75 ± 0.13	21.00 ± 0.33	20.25 ± 1.37	21.28 ± 1.29
平均末重	45.56 ± 2.24 ^c	47.34 ± 2.12 ^c	49.56 ± 2.67 ^b	51.64 ± 2.13 ^a	48.25 ± 2.24 ^{bc}
日增重	632 ± 51 ^c	664 ± 43 ^c	714 ± 38 ^b	784 ± 47 ^a	674 ± 54 ^{bc}
料肉比	2.32	2.25	2.18	2.04	2.21
腹泻发生率	6.30 ± 0.26 ^b	0.55 ± 0.42 ^a	0 ^a	0 ^a	0.38 ± 0.18 ^a
试验时间(天)	40	40	40	40	40

注:字母不同者为差异显著($P < 0.05$)。

4 结论

根据正交试验、饲养试验及上述分析,确定抽取工艺为药材加10倍量水,室温浸泡12 h后减压煮沸(75 ℃)提取1 h,滤过,残渣再分别加6倍量水煎煮2次,每次1 h,滤过合并浓缩,真空喷雾干燥,得纯品,其中每1 g抽提物相当于原药材仔猪8.08 g(得率12.38%),中猪8.56 g(得率11.67%),大猪7.56 g(得率13.21%)。

[参 考 文 献]

[1] 葛长荣,韩剑众,田允波,等.作为饲料添加剂的猪用

天然植物中草药组方研究[J]. 云南农业大学学报, 2002;17(1):45 - 50.

- [2] 马海东.生物资源的超临界流体萃取[M].合肥:安徽科学技术出版社,2000.
- [3] 丁侃,方积. 中药走向世界的障碍剖析与思路[J]. 中草药, 1998, 29(8):571 - 573.
- [4] 储茂泉,古宏晨,刘国杰. 中草药浸提温度对有效成分浸出浓度的影响[J]. 中草药, 2001, 32(1):22 - 23.
- [5] 李十中,陈炜,李振花. 不同制备工艺对中药有效成分的影响及药物成分分析[J]. 中草药, 2000, 31(9): 668 - 669.
- [6] 林亚平,卢维伦. 非溶型药物体系的释放动力学模型[J]. 药学学报, 1997, 32(11):869 - 874.

Research on the Preparation Techniques of Feed Additives with Natural Plant Effective Compound

GE Chang-rong¹, HAN Jian-zhong², GAO Shi-zheng¹,
TIAN Yun-bo³, HUANG Qi-chao¹, ZHANG Tie-ying¹

(1. College of Food Science and Technical, Y A U, Kunming 650201, China;
2. Department of Food Science and Engineering Hangzhou University of Commerce, Hangzhou 310035, China
3. Department of Animal Science, Foshan University, Foshan 528231, China)

Abstract: The optimal preparation techniques of Chinese herb Feed additives, combined with the optimal abstracting techniques of effective compound in different boiling point and feeding trial to determine the effective compounds of Chinese herbs has been established through experiment designed with the method of perpendicular trial. Dip herbs into water (ten times of herb' weight) and keep 12 h under room temperature, then boil (75 °C) them at low pressure for one hour, filter and collect liquid, the residue will dip in water (six times of residue) and boil for one hour, repeat twice, collect all liquid, then spray dry under vacuum condition. The solid materials is the pure compounds of abstractive. The 1.0 gram of pure product is equivalent to 8.08 gram of original addictive for piglet, 8.56 gram for hogget swine, 7.56 gram for adult swine repectively.

Key words: chinese herbs abstractive; preparation techniques

=====

本刊加入《中国学术期刊(光盘版)》和“中国期刊网”的声明

为了适应我国信息化建设需要,扩大作者学术交流渠道,本刊已加入《中国学术期刊(光盘版)》和“中国期刊网”。作者著作权使用费与本刊稿酬一次性给付。如作者不同意将文章编入该数据库,请在来稿时声明,本刊将做适当处理。

本刊加入“万方数据——数字期刊群”的声明

为了实现科技期刊编辑、出版发行工作的电子化,推进科技信息交流的网络化进程,我刊现已入网“万方数据——数字化期刊群”,所以,向本刊投稿并录用的稿件文章,将一律由编辑部统一纳入“万方数据——数字化期刊群”,进入因特网提供信息服务。凡有不同意者,请在投稿时声明,本刊将做适当处理,本刊所付稿酬包含刊物内容上网服务报酬,不再另付。“万方数据——数字化期刊群”是国家“九五”重点科技攻关项目。本刊全文内容按照统一格式制作,读者可上网查询浏览本刊内容,并征订本刊。

《云南农业大学学报》编辑部

2002年3月