

doi:10.3969/j.issn.0253-2417.2013.04.021

超临界 CO₂ 流体萃取麦冬挥发油工艺研究



GONG Yun-yun

贡云芸, 金建忠*

(浙江树人大学 生物与环境工程学院, 浙江 杭州 310015)

摘要: 采用单因素试验和正交试验, 考察了压力、温度、流量和时间 4 个萃取条件对超临界 CO₂ 萃取麦冬挥发油的影响。结果显示较佳工艺为 100 g 麦冬粉末萃取压力 30 MPa、萃取温度 55 °C、CO₂ 流量 14 kg/h 和萃取时间 1.5 h, 此条件下麦冬挥发油得率达 0.31 %。

关键词: 麦冬; 超临界 CO₂ 萃取; 挥发油

中图分类号: TQ351; R284.2

文献标识码: A

文章编号: 0253-2417(2013)04-0113-04

Extraction of Volatile Oil from *Radix ophiopogonis* by Supercritical CO₂

GONG Yun-yun, JIN Jian-zhong

(College of Biological and Environmental Engineering, Zhejiang Shuren University, Hangzhou 310015, China)

Abstract: The volatile oil of *Radix ophiopogonis* was extracted by supercritical carbon dioxide. Single factor experiment and orthogonal design were used to study the influences of extraction conditions on the yield of volatile oil. The optimum extraction parameters of 100 g *R. ophiopogonis* were established with extraction pressure of 30 MPa, extraction temperature of 55 °C, flow rate of CO₂ at 14 kg/h, and the extraction time of 1.5 h. The optimum technology for supercritical CO₂ extraction of volatile oil from *Radix ophiopogonis* was high efficient, and the yield of volatile oil was up to 0.31 %.

Key words: *Radix ophiopogonis*; supercritical CO₂ extraction; volatile oil

麦冬(*ophiopogon japonicus* (L. f.) Ker-Gawl) 主产于浙江慈溪、杭州等地, 是浙江著名药材“浙八味”之一^[1], 还产于四川绵阳三台、湖北襄樊等地。现代医学研究证实麦冬具有抗心肌缺血^[2]、免疫调节^[3-4]、降血糖^[5-6]、抗疲劳和抗衰老作用^[7-8]。麦冬主要含有甾体皂苷^[9-11]、多糖^[12-13]、高异黄酮^[14]、挥发油^[15-18]、微量元素以及氨基酸类化合物等^[19]。其中挥发油是麦冬的一种生理活性成分, 麦冬挥发油及其化学成分研究已有多篇文献报道, 主要是采用溶剂萃取法^[15-17]和水蒸气蒸馏法^[18], 且均未提到挥发油的含量。然而溶剂萃取法会残留少量溶剂, 从而使挥发油的品质下降; 而水蒸气蒸馏时麦冬有效成分中某些低沸点、易氧化物物质会发生变化和损失, 且麦冬中含有大量皂苷, 采用水蒸气蒸馏时会产生大量泡沫, 从而干扰挥发油的提取, 因而迫切需要一种新的麦冬挥发油的提取技术。超临界 CO₂ 流体萃取技术具有操作温度低、简便、环保、效率高等优点, 作为一种环保型的绿色分离技术现已在天然产物提取研究中得到广泛应用^[20-22]。本研究采用超临界 CO₂ 流体萃取技术对麦冬挥发油进行萃取, 考察了压力、温度、流量和时间 4 个萃取条件对挥发油得率的影响, 确定了麦冬挥发油的超临界 CO₂ 流体萃取最佳工艺条件。

1 实验

1.1 材料与仪器

麦冬, 购自华东医药有限公司杭州中药饮片厂; HL-0.5/50MPa III A 型超临界流体 (CO₂) 萃取装置,

收稿日期: 2012-07-20

基金项目: 浙江省大学生科技成果推广项目 (2011R420026)

作者简介: 贡云芸 (1990-), 女, 浙江金华人, 从事天然产物研究

* 通讯作者: 金建忠, 教授, 硕士生导师, 从事天然产物化学研究; E-mail: hzjjz@163.com。

CO₂ 气体,纯度≥99.0 %。

1.2 实验方法

称取 100 g 经冷冻干燥并粉碎的麦冬粉末装入萃取釜,设定各超临界 CO₂ 流体萃取的工艺参数,打开制冷装置及各釜加热装置。温度达到所设定值后,开主泵进行加压,调节 CO₂ 流量,循环萃取固定时间后出料。分离条件固定为压力 5.0 MPa、温度 40 °C。

2 结果与讨论

2.1 超临界 CO₂ 流体萃取麦冬挥发油的单因素试验

2.1.1 萃取压力的影响 固定萃取温度 50 °C、CO₂ 流量 10 kg/h、萃取时间 2 h,分别在 15、20、25 和 30 MPa 压力条件下进行萃取,结果见图 1。结果显示,在 15~25 MPa 时得率随压力的增大而提高;但超过 25 MPa 后,挥发油得率略有下降,故选择 25 MPa 为最佳萃取压力。

2.1.2 萃取温度的影响 固定萃取压力 25 MPa、CO₂ 流量 10 kg/h、萃取时间 2 h,分别在 40、45、50 和 55 °C 温度条件下进行萃取,结果见图 2。由图 2 可见,麦冬挥发油的得率开始时随温度的升高逐渐增大,50 °C 时得率达最大值,高于 50 °C 后,挥发油得率有所下降。

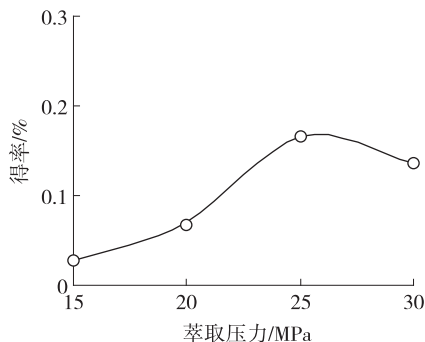


图 1 萃取压力对挥发油得率的影响

Fig.1 Effects of extraction pressure on yield of volatile oil

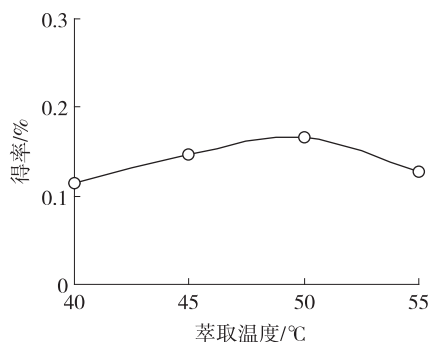


图 2 萃取温度对挥发油得率的影响

Fig.2 Effect of extraction temperature on yield of volatile oil

2.1.3 CO₂ 流量的影响 固定萃取温度 50 °C、压力 25 MPa、萃取时间 2 h,分别在 8、10、12 和 14 kg/h CO₂ 流量条件下进行萃取,结果见图 3。由图可见,随着 CO₂ 流量的增加挥发油得率先增大,12 kg/h 时达最大值,而后略有下降。

2.1.4 萃取时间的影响 固定 CO₂ 流量 12 kg/h、萃取温度 50 °C、萃取压力 25 MPa,分别在 0.5、1.0、1.5、2.0 h 进行萃取,结果见图 4。结果表明,挥发油的得率随着时间的增加逐渐增加,超过 1.5 h 后挥发油萃取基本完全,得率基本保持不变。因此,为提高效率,节约能源,适宜时间为 1.5 h。

2.2 超临界 CO₂ 流体萃取麦冬挥发油的正交试验

为了系统考察超临界 CO₂ 流体萃取各因素的影响,分离条件固定为压力 5.0 MPa、温度 40 °C,选择压力、温度、CO₂ 流量和时间 4 个因素作 L₉(3⁴) 正交试验,考察 4 个萃取条件对麦冬挥发油得率的影响。正交试验因素水平及结果分析见表 1 和表 2。

表 1 数据表明,影响超临界 CO₂ 流体萃取麦冬挥发油得率的大小顺序为:萃取压力 > 萃取时间 > CO₂ 流量 > 萃取温度, A₃B₃C₂D₃ 为最佳值,最佳条件为:压力 30 MPa、温度 55 °C、时间 1.5 h、流量 14 kg/h。

由表 2 可知,压力的 *F* 值大于 *F*_{0.05}(2, 2) = 19,说明压力对挥发油得率的影响显著,方差分析的 *F* 值大小表明各因素对麦冬挥发油得率影响程度的大小顺序与极差分析结果基本一致。

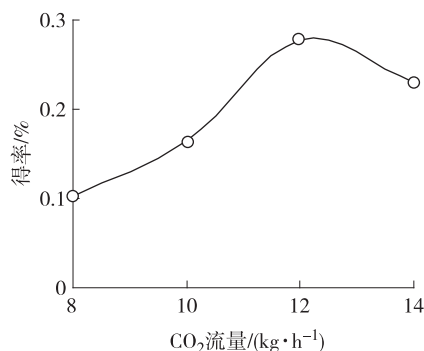
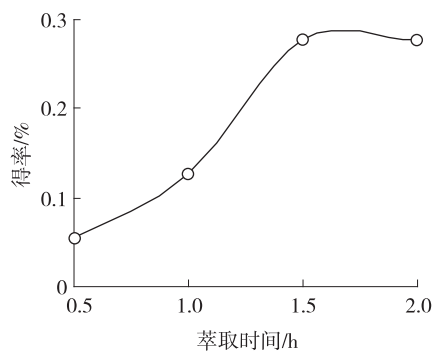
图3 CO₂ 流量对挥发油得率的影响

图4 萃取时间对挥发油得率的影响

Fig. 3 Effect of flow rate on yield of volatile oil

Fig. 4 Effect of extraction time on yield of volatile oil

表1 正交试验结果及分析

Table 1 Results of orthogonal test and analysis

序号 No.	A 萃取压力/MPa extraction pressure	B 萃取温度/°C extraction temperature	C 萃取时间/h extraction time	D 流量/(kg·h ⁻¹) flow rate	得率/% yield
1	20	45	1.0	10	0.0913
2	20	50	1.5	12	0.1395
3	20	55	2.0	14	0.1654
4	25	45	1.5	14	0.2902
5	25	50	2.0	10	0.2702
6	25	55	1.0	12	0.2398
7	30	45	2.0	12	0.2925
8	30	50	1.0	14	0.2583
9	30	55	1.5	10	0.3011
<i>k</i> ₁	0.132	0.225	0.196	0.221	
<i>k</i> ₂	0.267	0.223	0.244	0.224	
<i>k</i> ₃	0.284	0.235	0.243	0.238	
<i>R</i>	0.152	0.012	0.048	0.017	

表2 方差分析

Table 2 Analysis of variance

方差来源 source	偏差平方和 SS	自由度 <i>df</i>	均方差 <i>MS</i>	<i>F</i> 值 <i>F</i> value	<i>P</i>
A	0.042	2	0.021	42.0	*
B	0.000	2	0	0	
C	0.001	2	0.002	4.0	
D	0.001	2	0.005	1.0	
误差 error	0.001	2	0.005		

2.3 重复性实验

分离条件固定为压力 5.0 MPa、温度 40 °C,用最佳条件重复萃取 3 次 100 g 麦冬中的挥发油,得率分别为 0.30 %、0.31 % 和 0.31 %,平均为 0.31 %。此结果与任意组正交试验对比,提取得率最大,验证为最佳工艺条件。

3 结论

对超临界 CO₂ 流体萃取麦冬挥发油的工艺进行了研究。对各萃取条件进行了单因素试验和正交试验,从而确定了麦冬中挥发油超临界 CO₂ 流体萃取的最佳工艺条件:100 g 麦冬粉末,萃取压力 30 MPa,萃取温度 55 °C,CO₂ 流量 14 kg/h,萃取时间 1.5 h,此条件下挥发油得率达 0.31 %。

参考文献:

- [1]何伯伟,潘慧锋,罗仁宏.浙江省中药材产业发展现状和对策[J].浙江农业科学,2006(1):6-10.
- [2]程金波,卫洪昌,章枕,等.麦冬提取物抗犬心肌缺血的药效学实验研究[J].中国病理生理杂志,2001,17(8):810.
- [3]余伯阳,殷霞,张春江,等.麦冬多糖的免疫活性研究[J].中国药科大学学报,1991,22(5):286-288.
- [4]汤军,钱华,黄琦,等.麦冬多糖平喘和抗过敏作用研究[J].中国现代应用药学,1999,16(2):16-19.
- [5]张卫星,王乃华.麦冬多糖对四氧嘧啶糖尿病小鼠高血糖的降低作用[J].中草药,1993,24(1):30-31.
- [6]黄琦,许家鸾.麦冬多糖对2型糖尿病血糖及胰岛素抵抗的影响[J].浙江中西医结合杂志,1992,12(2):81-82.
- [7]莫正纪,江光池,冉兰,等.麦冬有效成分的药理研究[J].华西药理学杂志,1991,6(1):13-15.
- [8]TADA A,SHOJI J. Studies on the constituents of ophiopogonis tuber. II. On the structure of ophiopogonin B[J]. Chemical and Pharmaceutical Bulletin,1972,20(8):1729-1734.
- [9]TADA A,KOBAYASHI M,SHOJI J. Studies on the constituents of ophiopogonis tuber. III. On the structure of ophiopogonin D[J]. Chemical and Pharmaceutical Bulletin,1973,21(2):308-311.
- [10]WATANABE Y,SABADA S,TADA A, et al. Studies on the constituents of ophiopogonis tuber. IV. On the structures of ophiopogonin A, B', C, C', and D' [J]. Chemical and Pharmaceutical Bulletin,1977,25(11):3049-3055.
- [11]杨志,肖蓉,肖倬殷.川产麦冬化学成分的研究(I)[J].华西药理学杂志,1987,2(2):57-60.
- [12]刘成基,曾途,马蓓.麦冬化学成分的研究[J].中草药,1988,19(4):10-11.
- [13]朱永新,刘林喆,凌大奎,等.麦冬的化学成分研究[J].中国中药杂志,1989,14(6):359-360.
- [14]朱永新,严克东,涂国士.麦冬中高异黄酮的分离与鉴定[J].药学报,1987,22(9):679-684.
- [15]沈宏林,向能军,许永,等.GC-MS分析麦冬中脂溶性成分[J].光谱实验室,2008,25(4):669-672.
- [16]沈宏林,向能军,许永,等.顶空固相微萃取-气相色谱-质谱联用分析麦冬中有挥发物[J].分析实验室,2009,28(4):88-92.
- [17]张小燕,张志杰,武露凌,等.麦冬脂溶性成分的GC-MS研究[J].中国新药杂志,2006,15(15):1281-1282,1306.
- [18]张存兰.麦冬挥发油成分的提取与GC-MS分析[J].食品工业科技,2010,31(1):149-150,154.
- [19]余伯阳,徐国钧,金蓉鸾,等.麦冬中28种元素的分析[J].南京药学院学报,1986,17(4):286-288.
- [20]刘瑞源,谢杨,游文玮.超临界二氧化碳萃取中草药有效成分的研究进展[J].广东化工,2002,29(4):4-6.
- [21]李巧玲,王亚昆.超临界流体萃取技术的研究进展[J].华北工学院学报,1998,19(3):238-240.
- [22]金建忠,哈成勇.超临界CO₂萃取落叶松木材挥发油的工艺研究[J].林产化学与工业,2009,29(5):91-94.

欢迎订阅 2014 年《化学推进剂与高分子材料》

《化学推进剂与高分子材料》是由黎明化工研究设计院有限责任公司主办,中国聚氨酯工业协会、全国化学推进剂信息站协办的国内外公开发行的化工科技期刊,是《中国期刊网》、《中国学术期刊(光盘版)》全文收录期刊,《万方数据-数字化期刊群》全文收录期刊,《中国核心期刊(遴选)数据库》来源期刊,《中国学术期刊综合评价数据库》统计源期刊,也是美国化学文摘(CA)收录期刊。

主要报道聚氨酯、胶黏剂、涂料、工程塑料等高分子材料,化学推进剂原材料以及精细化工其他相应专业研究论文、专论与综述、生产实践经验总结、新产品和新知识介绍、国内外科技信息及市场动态等。该刊内容新颖,信息量大,印刷质量好,在全国化工系统中有一定影响。

双月刊。国内刊号为CN 41-1354/TQ,国际刊号为ISSN 1672-2191,广告经营许可证号为4103002000011。国际标准大16开。彩色封面印刷,设计装潢精美,正文内容及插页广告均用铜版纸。内地:每期定价15元,全年定价90元;港澳台:50美元/年(400港元/年);国外:60美元/年,皆含邮资。国内读者可在全国各地邮局订阅(邮发代号36-399),也可通过银行或邮局汇款至编辑部订阅,同时参加了全国非邮发报刊联合发行等。

地址:471000 河南省洛阳市王城大道69号;联系人:徐梅青,王喜荣;电话:(0379)62301694,62301691;传真:(0379)62307056;E-mail:hxtjbjb@yeah.net;户名:黎明化工研究设计院有限责任公司;开户行:中国工商银行股份有限公司洛阳分行九都支行;账号:1705024019200032815。