

五味子种子挥发油提取工艺优选

何华, 李先宽, 徐保利, 李慧, 管慧洁, 王冰*
(辽宁中医药大学药学院, 辽宁大连 116600)

[摘要] 目的:通过单因素和正交试验法研究五味子种子挥发油最优提取工艺。方法:采用水蒸气蒸馏法,以挥发油得率为指标,以药材粉碎度、料液比、蒸馏时间、浸泡时间 4 个因素进行正交试验。结果:影响挥发油得率的主要因素为粉碎度,其次为蒸馏时间和料液比,最后为浸泡时间。最佳提取工艺为五味子种子粉碎度 60~80 目,料液比 1:5,提取 8 h,浸泡 2 h。结论:该方法提取率高,简单易行,最佳工艺条件下提取率可达到 2.72%。

[关键词] 五味子;挥发油;水蒸气蒸馏法;提取工艺;正交试验

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)17-0026-03

Optimum Extraction Technology for Volatile Oil from Seeds of *Schisandra chinensis*

HE Hua, LI Xian-kuan, XU Bao-li, LI Hui, GUAN Hui-jie, WANG Bing*

(College of Pharmacy, Liaoning University of Traditional Chinese Medicine, Dalian 116600, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize the extraction condition of volatile oil from seeds of *Schisandra chinensis* by single factor test and orthogonal test. **Method:** The experiment was performed with steam distillation, take extraction rate of volatile oil as the index, orthogonal test with the grinding degree of seeds of *Schisandra chinensis*, solid-liquid ratio, time of distillation and soaking time as affecting factors. **Result:** The primary factor which influenced the extraction rate was grinding degree, then it was time of distillation, solid-liquid ratio and soaking time. The optimal condition of extraction was as follows: 60-80 mesh powder of the grinding degree of seeds of *Schisandra chinensis*, 1:5 of solid-liquid ratio, 8 h of distillation time, 2h of soaking time. **Conclusion:** The method is efficient, simple and practicable. the extraction rate of volatile oil was 2.72% under the optimal condition.

[Key words] *Schisandra chinensis*; volatile oil; steam distillation; extraction technology; orthogonal test

五味子为木兰科植物五味子 *Schisandra chinensis* (Turcz.) Baill. 的干燥成熟果实,习称“北五味子”。其具有敛肺滋肾,生津敛汗,涩精止泻,宁心安神的功效^[1]。五味子的化学成分主要含有挥发油和木脂素类,已有多篇文献进行报道^[2-4]。药理研

究表明五味子挥发油具有抗氧化,保护胰岛 B 细胞,降低血糖等作用^[5-6]。本实验采用水蒸气蒸馏法,结合单因素及正交试验来研究五味子种子挥发油提取工艺,为进一步开发五味子挥发油提供依据。

1 材料

五味子(购于辽宁省大连市金州区杏树屯街道姚家村五味子基地),经辽宁中医药大学药学院药用植物教研室王冰教授鉴定为木兰科植物五味子 *Schisandra chinensis* 的干燥成熟果实。药材剥离果肉,种子经流水漂洗干净,自然晾干,备用。氯化钠、无水硫酸钠、乙醚均为分析纯。

JD60-4 型 1/万电子分析天平(沈阳龙腾电子有限公司)。

[收稿日期] 20101208(008)

[基金项目] 辽宁省教育厅项目(LT2010067)

[第一作者] 何华,硕士研究生,从事药用植物种质资源及质量评价研究, Tel: 15140394437, E-mail: hehua19861224@163.com

[通讯作者] *王冰,教授,博士生导师,从事药用植物种质资源及质量评价研究, Tel: 0411-87586003, E-mail: YZBwang@lnutcm.edu.cn

2 方法与结果

2.1 五味子种子挥发油的提取 精密称取一定粉碎度的五味子种子粉末 30.000 g,置1 000 mL 圆底烧瓶中,参照 2010 年版《中国药典》一部附录 XD 挥发油测定法甲法^[7]。加一定比例的水与碎瓷片数片,振摇,混合后连接挥发油测定器与回流冷凝管。自冷凝管上端加入饱和氯化钠溶液使充满挥发油测定器的刻度部分,并溢流入烧瓶为止。置电子调温电热套上浸泡一定时间,之后缓缓加热至沸,并保持微沸至挥发油提取完全。提取完毕后,停止加热,放置片刻,开启测定器下端的活塞,将氯化钠溶液缓缓放出,至油层上端到达刻度零线上面 5 mm 处为止。放置 1 h 以上,再开启活塞使油层下降至其下端恰与刻度 0 线平齐,读取挥发油量,收集挥发油于 2 mL EP 管中,加适量无水硫酸钠脱水,振摇,至烘箱中 45 ℃ 静置 5 h。加 2 mL 乙醚于挥发油提取器中,缓缓振摇,使粘附于壁上的挥发油溶于乙醚中,收集乙醚萃取液于 2 mL EP 管中,加少量无水硫酸钠脱水,常温挥干乙醚。待两管挥发油变成澄清的淡黄色后,精密称重,合并,计算提取率。

$$\text{挥发油提取率} = \frac{\text{五味子种子挥发油质量}}{\text{五味子种子质量}} \times 100\%$$

2.2 单因素试验

2.2.1 粉碎度对挥发油提取率的影响 精密称取 5 份 30 g 粉碎度为 0~20 目、20~40 目、40~60 目、60~80 目、过 80 目的五味子种子粉末,按照 2.1 项下所述方法,分别在料液比为 1:6、提取 5 h、浸泡 1 h 的条件下进行蒸馏提取,称重,计算挥发油的提取率。结果挥发油提取率分别为 1.49%,1.50%,1.61%,1.92%,1.74%,随着粉碎度的增加而增加,但粉碎度达到过 80 目时,提取率反而下降,究其原因可能是因为粉碎度过高,挥发油损失越大^[8]。且粉末越细,在提取过程中焦化越严重,容易使挥发油氧化变质。因此选择 60~80 目作为最佳粉碎度。

2.2.2 料液比对挥发油提取率的影响 精密称取 5 份 30 g 过 40 目筛的五味子种子粉末,按照 2.1 项下所述方法,分别在料液比为 1:4,1:6,1:8,1:10,1:12(g:mL),蒸馏 5 h,浸泡 1 h 的条件下进行蒸馏提取,称重,计算挥发油的提取率。结果分别为 1.43%,1.53%,1.39%,1.29%,1.29%,挥发油提取率在料液比为 1:6 时最高。观察发现料液比越高,挥发油乳化程度越低,物料不容易焦化。因此综合考虑,选择料液比 1:6。

2.2.3 蒸馏时间对挥发油提取率的影响 精密称取 5 份 30 g 过 40 目筛的五味子种子粉末,按照 2.1 项下所述方法,在料液比为 1 g:6 mL、浸泡时间为 1 h 的条件下,分别蒸馏 1,3,5,7,9 h,称重,计算挥发油的提取率。结果挥发油提取率分别为 0.90%,1.47%,1.63%,1.89%,1.89%,在 1~3 h 增加较快,3~5 h 增加较慢,5~7 h 又有显著增加,7 h 以后趋于平稳,挥发油量增加很少。因此为节约时间和成本,选择蒸馏时间为 7 h。

2.2.4 浸泡时间对挥发油提取率的影响 精密称取 5 份 30 g 过 40 目筛的五味子种子粉末,按照 2.1 项下所述方法,分别在浸泡时间为 0,2,4,6,8 h,料液比为 1 g:6 mL,蒸馏时间为 5 h 的条件下进行蒸馏提取,称重,计算挥发油的提取率。结果挥发油提取率分别为 1.68%,1.78%,1.80%,1.82%,1.83%,在 0~2 h 增加明显。而在 2~8 h 增加不明显。究其原因可能为 2 h 浸泡时间已经使五味子种子粉末充分溶胀,组织间的间隙增大,有利于细胞内外液体流动,从而使挥发油容易逸出^[9]。为节约时间,故选择 2 h 作为最佳浸泡时间。

2.3 正交试验 根据单因素试验结果,选择粉碎度(A)、料液比(B)、蒸馏时间(C)、浸泡时间(D)4 个因素按 $L_9(3^4)$ 正交设计表进行试验,其因素水平见表 1。

表 1 五味子种子挥发油提取工艺正交试验因素水平

水平	A 粉碎度 /目	B 料液比 /g·mL ⁻¹	C 提取时间 /h	D 浸泡时间 /h
1	20~40	1:5	6	1
2	40~60	1:6	7	2
3	60~80	1:7	8	3

由表 2 极差分析结果可知,对挥发油提取率影响的主次因素顺序为 $A > C > B > D$,即粉碎度 > 蒸馏时间 > 料液比 > 浸泡时间,通过极差分析,挥发油提取率最佳工艺水平为 $A_3B_1C_3D_2$ 。由表 3 方差分析结果可知,A,B,C 3 个因素对挥发油提取率具有极显著意义。综合考虑单因素试验结果及节约成本, $A_3B_1C_3D_2$ 可作为最佳提取条件,即粉碎度为 60~80 目,料液比为 1:5,蒸馏时间为 8 h,浸泡时间为 2 h。

2.4 验证试验 为进一步验证正交结果的可靠性和重现性,在最佳提取条件下进行 3 次重复试验,挥发油提取率分别为 2.71%,2.73%,2.74%,平均提取率为 2.72%。

表 2 五味子种子挥发油提取工艺正交试验安排及结果

No.	A	B	C	D	提取率/%			均值/%
1	1	1	1	1	1.457 7	1.462 6	1.454 7	1.458 3
2	1	2	2	2	1.476 8	1.474 8	1.480 3	1.477 3
3	1	3	3	3	1.524 3	1.526 3	1.523 4	1.524 7
4	2	1	2	3	2.247 1	2.250 0	2.245 0	2.247 4
5	2	2	3	1	2.273 5	2.276 9	2.271 1	2.273 8
6	2	3	1	2	2.173 5	2.172 2	2.177 4	2.174 4
7	3	1	3	2	2.751 7	2.754 7	2.748 9	2.751 8
8	3	2	1	3	2.627 2	2.623 5	2.629 2	2.626 6
9	3	3	2	1	2.700 1	2.702 7	2.665 6	2.689 5
K_1	1.486 8	2.152 5	2.086 4	2.140 5				
K_2	2.231 4	2.125 9	2.138 0	2.134 5				
K_3	2.693 0	2.129 5	2.183 4	2.132 9				
R	1.206 2	0.026 6	0.097 0	0.007 7				

表 3 方差分析

变异来源	SS	f	MS	F	P
A	6.631 400	2	3.315 694	62 585.076	< 0.01
B	0.003 741	2	0.001 871	35.309	< 0.01
C	0.042 379	2	0.021 190	399.962	< 0.01
D	0.000 294	2	0.000 147	2.773	
误差	0.000 848	16	5.30E-005		

注: $F_{0.05}(2, 16) = 3.55$, $F_{0.01}(2, 16) = 6.01$ 。

3 讨论

对于五味子挥发油的提取工艺,少有报道。明延波^[10]等采用水蒸气蒸馏法,以挥发油体积作为指标考察五味子挥发油提取工艺,得出最佳提取工艺为加水量 5 倍,浸泡时间 1 h,提取时间 5 h,提取率可达到 2%。在试验过程中发现,水蒸气蒸馏法提取挥发油容易出现乳化现象,单靠体积不能充分表明提取效果。因此对提取工艺稍加改进,在挥发油提取器中加饱和的氯化钠溶液,对乳化的挥发油加乙醚萃取,并通过称重计算挥发油提取率。单因素结合正交试验表明五味子种子挥发油最佳提取工艺为粉碎度为 60~80 目,料液比为 1:5,蒸馏时间为 8 h,浸泡时间为 2 h,提取率可达 2.72%。此条件稳定,可靠,简单易行,适合工业化生产。

[参考文献]

- [1] 黄兆胜. 中药学[M]. 北京:人民卫生出版社, 2002:479.
- [2] 陈业高,秦国伟,谢毓元. 五味子科植物的木脂素成分[J]. 武汉植物究,2001,19(2):158.
- [3] Yan Lu, Dao-Feng Chen. Analysis of *Schisandra chinensis* and *Schisandra sphenanthera* [J]. J Chromato-gra A,2009,1216:1980.
- [4] 王炎,王进福,尤宏,等. 北五味子种子挥发油的 GC-MS 分析[J]. 中国药学杂志, 2001,36(2):91.
- [5] 柴可夫,覃志成,王亚丽. 北五味子油对糖尿病小鼠抗氧化及葡萄糖转运蛋 4mRNA 表达的影响[J]. 中医药学刊,2006,24(7):1199.
- [6] 柴可夫,覃志成,王亚丽. 北五味子油对糖尿病小鼠胰岛细胞形态及功能的影响[J]. 中国中医药科技, 2007,14.(3):177.
- [7] 中国药典. 一部[S]. 2010:附录 57.
- [8] 陈有根,王汉章,黄敏,等. 关于《中国药典》挥发油测定方法的商榷[J]. 时珍国医国药, 1998, 9(4):344.
- [9] 郑勇,张志兰. 正交实验法优选豆蔻挥发油提取工艺[J]. 时珍国医国药,2006,17(4):596.
- [10] 明延波,刘志梅,宋雁雁. 正交试验法优选五味子挥发油提取工艺[J]. 中国中医药杂志,2007,5(6):41.

[责任编辑 全燕]