

• 论 著 •

党参脂溶性成分提取与分析研究^{*}

韩 磊¹, 陈前峰¹, 祝慧凤^{1,2△}

(1. 西南大学药学院/中医药学院中药学教研室, 重庆 400715; 2. 西南大学医院内科, 重庆 400715)

[摘要] 目的 探讨党参脂溶性成分提取工艺, 分析党参脂溶性成分。方法 采用单因素分析和均匀设计实验优化党参脂溶性成分提取温度、液料比、提取时间和超声功率 4 个参数后, 利用乙醚超声辅助提取法对党参脂溶性成分进行提取, 比较不同产地党参脂溶性成分含量, 并分析巫山庙宇党参(简称庙党)脂溶性成分的变化。结果 (1)在提取时间为 10~50 min 时, 随着时间的增加, 脂溶性成分提取率呈升高趋势; 当提取时间超过 50 min 后, 提取率开始下降。(2)在提取温度为 15~45 ℃ 时, 随着提取温度的升高, 脂溶性成分提取率呈升高趋势; 当提取温度超过 45 ℃ 后, 提取率开始下降。(3)在料液比为 1:5~1:10 时, 脂溶性成分提取率呈升高趋势; 当料液比超过 1:10 后, 提取率开始降低。(4)在超声功率为 80~120 W 时, 脂溶性成分提取率呈升高趋势; 当超声功率达到 120 W 时, 提取率达到最大值 2.072 6%, 随后提取率开始降低。10 个不同产地党参脂溶性成分含量存在较大差异。在低温下(4 ℃)贮存 1 个月后, 庙党脂溶性成分从原来的 90 种减少至 29 种, 且成分种类发生了较大变化。**结论** 采用乙醚超声辅助提取法提取党参脂溶性成分具有工艺稳定、高效、可靠的特点, 不同产地党参脂溶性成分含量差异明显, 以庙党含量最高, 部分解释了庙党气味浓烈的原因, 同时应重视庙党脂溶性成分的储存条件和时间。

[关键词] 党参; 脂溶性成分; 乙醚超声辅助提取法

DOI:10.3969/j.issn.1009-5519.2023.13.002 中图法分类号:R914.1

文章编号:1009-5519(2023)13-2166-08 文献标识码:A

Extraction and analysis of liposoluble constituents from Codonopsis pilosula^{*}

HAN Lei¹, CHEN Qianfeng¹, ZHU Huifeng^{1,2△}

(1. School of Pharmacy/School of Chinese Medicine, Southwest University, Chongqing 400715, China; 2. Department of Internal Medicine, Southwest University Hospital, Chongqing 400715, China)

[Abstract] **Objective** To explore the extraction process of liposoluble constituents of Codonopsis pilosula and analyze the liposoluble constituents of Codonopsis pilosula. **Methods** After using single factor analysis and uniform design experimentation to optimize the four parameters of extraction temperature, liquid to material ratio, extraction time, and ultrasound power for the liposoluble constituents of Codonopsis pilosula, the ether ultrasound assisted extraction method was used to extract the liposoluble constituents of Codonopsis pilosula. The content of liposoluble constituents of Codonopsis pilosula from different producing regions was compared, and the changes in liposoluble constituents of Wushan Miaoyu Codonopsis pilosula (referred to as Miao Dang) were analyzed. **Results** (1) Within the extraction time range of 10—50 minutes, the extraction rate of liposoluble constituents showed an increasing trend with the increase of time. When the extraction time exceeds 50 minutes, the extraction rate began to decrease. (2) Within the extraction temperature range of 15—45 ℃, the extraction rate of liposoluble constituents showed an increasing trend with the increase of extraction temperature. When the extraction temperature exceeds 45 ℃, the extraction rate began to decrease. (3) Within the material liquid ratio range of 1:5—1:10, the extraction rate of liposoluble constituents showed an increasing trend. When the material liquid ratio exceeds 1:10, the extraction rate began to decrease. (4) Within the ultrasound power range of 80—120 W, the extraction rate of liposoluble constituents showed an increasing trend. When the ultrasound power reached 120 W, the extraction rate reached the maximum value of

* 基金项目:重庆市科卫联合中医药科技项目-重点项目(ZY201801002);重庆市中医药重点建设学科西南大学康复学项目(2021-4322190044);重庆市农委特色农业-产业链技术支撑项目(40802017)。

作者简介:韩磊(1995—),硕士研究生在读,主要从事药食同源中药研究与开发工作。 △ 通信作者,E-mail:zhfbsci@126.com。

2.072 6%, and then the extraction rate began to decrease. There were significantly differences in the content of liposoluble constituents in Codonopsis pilosula from 10 different places of production. After being stored at low temperature(4 °C) for one month, the liposoluble constituents of Miao Dang decreased from 90 to 29, and the types of components underwent great changes. **Conclusion** The use of ether ultrasound assisted extraction method to extract the liposoluble constituents of Codonopsis pilosula has the characteristics of stable, efficient, and reliable process. There are significant differences in the content of liposoluble constituents of Codonopsis pilosula from different places of production, with the highest content being found in the Miao Dang. This partially explains the strong odor of Miao Dang. At the same time, attention should be paid to the storage conditions and time for the liposoluble constituents of Miao Dang.

[Key words] Codonopsis pilosula; Liposoluble constituents; Ether ultrasound assisted extraction method

巫山庙宇党参为川党参的一种,因明清时期重庆市巫山县庙宇镇成为党参市场集散地而以“庙党”著称,后简称为庙党,其在东南亚市场有极好声誉^[1-4]。庙党性平、味甘,具有健脾益肺、养血生津之功效,临幊上主要用于脾肺气虚、食少倦怠、气血不足等症^[1-2]。有上百年历史的庙党具有菊花心、入口化渣的特点^[3-4]。本课题组前期研究表明,庙党含有 17 种氨基酸^[3-4],营养价值极高^[3]。庙党气味浓烈,可能与其脂溶性成分和部分味觉氨基酸有关,但目前关于庙党脂溶性部位及其成分研究的文献报道较少见。

目前,脂溶性成分提取与鉴定方法^[5-7]包括:乙醚冷浸法、索氏提取法、水蒸气蒸馏法、超临界 CO₂ 萃取法、石油醚萃取法、硅胶柱色谱法、薄层色谱法、一维和二维核磁共振波谱法、质谱法(MS)、紫外光谱法、红外光谱法及圆二色光谱法等,但这些方法需要较为先进和复杂的设备,且程序繁杂。本研究采用乙醚超声辅助提取法^[3-6]对党参脂溶性成分进行提取,比较包括重庆巫山产地在内的 10 个产地党参脂溶性成分的差异,并采用气相色谱(GC)-MS 对庙党脂溶性成分及储存时间进行了研究^[7-9],以期为庙党脂溶性成分的后续开发提供实验依据。

1 材料与方法

1.1 主要仪器和材料 超声波清洗器(KQ 5200DB 型,昆山超声仪器有限公司)、FA2004B 电子天平、旋转蒸发仪和真空抽滤机(RE-52A 23183 和 SHZ-111 型,上海亚荣生化仪器公司)、烘箱(DHG-9070A 型,上海齐欣科学仪器公司)和粉碎机(天津市泰斯特仪器公司)。乙醚为分析纯购自成都科隆化学品公司。党参产地分别为重庆巫山红椿、重庆巫山笃坪、云南昭通、山西长治、四川凉山、湖北恩施、贵州威宁、吉林白山、山西晋城和甘肃文县。以上党参均经过西南大学教授鉴定。

1.2 方法

1.2.1 党参脂溶性成分提取 实验方法参考叶雅沁

等^[10]研究进行,分别考察温度、料液比、时间、超声功率因素对党参脂溶性成分提取率的影响。脂溶性成分提取率=提取物质量/党参粉质量×100%。党参脂溶性成分提取单因素实验条件见表 1。根据单因素实验结果,确定均匀设计实验条件,见表 2、3。筛选党脂溶性成分提取的最佳条件。精密称取党参 5 g,按表 3 进行提取,减压过滤,滤液减压蒸干,通过旋蒸前后圆底烧瓶的质量差测算脂溶性成分质量,每个实验重复 3 次,计算党参脂溶性成分提取率。

表 1 单因素实验条件

水平	因素 A(℃)	因素 B(g/mL)	因素 C(min)	因素 D(W)
1	15	5	10	80
2	30	10	30	120
3	45	20	50	160
4	60	30	70	180
5	72	40	90	200

注:因素 A 为提取温度,因素 B 为料液比,因素 C 为提取时间,因素 D 为提取功率。

表 2 均匀设计实验条件(1)

水平	因素 A(℃)	因素 B(g/mL)	因素 C(min)	因素 D(W)
1	35	5	35	100
2	40	8	40	120
3	45	10	45	140
4	50	12	50	—
5	55	15	55	—
6	60	18	60	—

注:—表示无此项。

1.2.2 不同产地党参脂溶性成分含量对比 分别精密称取云南昭通、山西长治、四川凉山、湖北恩施、贵州威宁、吉林白山、山西晋城、甘肃文县、重庆巫山笃坪等产地党参 1 g,以均匀设计实验结果得到的最佳实验条件作为提取条件,测定并比较不同产地党参脂溶性成分含量和差异。

1.2.3 庙党脂溶性成分分析 采用 GC-MS 法测

定^[11-13]庙党脂溶性成分,比较 4 ℃冷藏条件储存 1 个月与储存前脂溶性成分变化情况,观测储存时间对其成分和含量的影响。

表 3 均匀设计实验条件(2)

水平	因素 A(℃)	因素 B(g/mL)	因素 C(min)	因素 D(W)
1	35	8	45	140
2	40	12	60	140
3	45	18	40	120
4	50	5	55	120
5	55	10	35	100
6	60	15	50	100

2 结 果

2.1 党参脂溶性成分提取单因素实验结果 (1)时间因素对党参脂溶性成分提取率的影响。在提取时间为 10~50 min 时,随着时间的增加,脂溶性成分提取率呈升高趋势;当提取时间超过 50 min 后,提取率开始下降。见图 1。(2)温度因素对党参脂溶性成分提取率的影响。在提取温度为 15~45 ℃ 时,随着提取温度的升高,脂溶性成分提取率呈升高趋势;当提取温度超过 45 ℃ 后,提取率开始下降。见图 2。(3)料液比对党参脂溶性成分提取率的影响。在料液比为 1:5~1:10 时,脂溶性成分提取率呈升高趋势;而在实验室允许条件下,当料液比超过 1:10 后,提取率开始降低。见图 3。(4)超声功率对党参脂溶性成分提取率的影响。在超声功率为 80~120 W 时,脂溶性成分提取率呈升高趋势;当超声功率达到 120 W 时,提取率达到最大值(2.072 6%),随后提取率开始降低。见图 4。

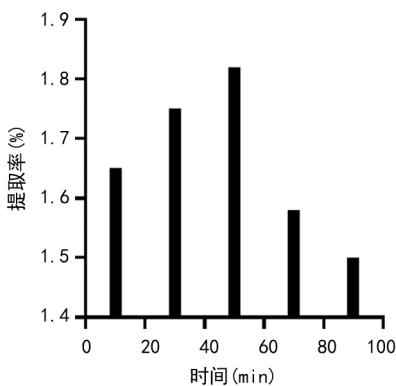


图 1 时间因素对党参脂溶性成分提取率的影响

2.2 党参脂溶性成分提取均匀设计实验结果 根据单因素实验结果选定均匀设计表,得到多元回归方程: $Y=1.996 \times X_1 + 0.043 \times X_2 + 0.029 \times X_3 - 0.019 \times X_4$, X_1 为提取温度, X_2 为液料比, X_3 为提取时间, X_4 为提取功率。见表 4、5。

由回归方程可以看出温度对党参脂溶性成分含

量影响不显著,考虑到实验成本与节约能源,故温度设定为 35 ℃。由标准回归系数可知,3 个因素对提取率的影响从大到小依次为料液比(0.043)、提取时间(0.029)、提取功率(0.019)。回归方程中因素 2 与因素 3 对实验结果具有正向影响,故拟确定党参脂溶性成分的最佳提取条件为:提取温度 35 ℃,料液比 18:1,提取时间 60 min,提取功率 100 W。

依据最佳提取条件,重复实验 3 次,测得党参脂溶性成分提取率为 2.53%,而带入回归方程中得出的理论值为 2.61%,二者接近,表明上述均匀设计可靠。

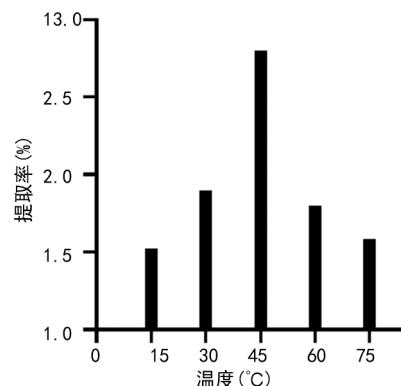


图 2 温度因素对党参脂溶性成分提取率的影响

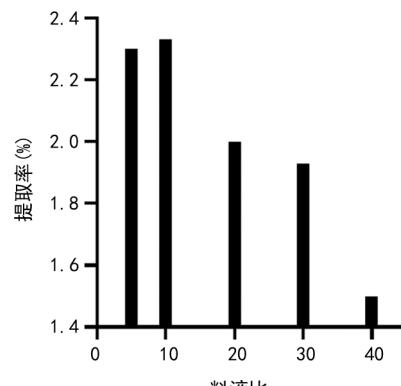


图 3 料液比因素对党参脂溶性成分提取率的影响

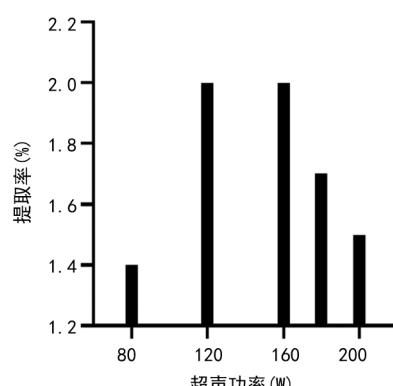


图 4 超声功率因素对党参脂溶性成分提取率的影响

2.3 不同产地党参脂溶性成分含量比较 10 个不同产地党参脂溶性成分含量存在较大差异,见表 6。产生差异的原因可能与地理位置、湿度、温度、土壤条件、光照等有关。

表 4 党参脂溶性成分提取均匀设计实验结果

序号	温度 (℃)	料液比 (g/mL)	提取时间 (min)	提取功率 (W)	脂溶性成分 提取率(%)
1	35	8	45	140	1.322 8
2	40	12	60	140	1.622 8
3	45	18	40	120	1.430 2
4	50	5	55	120	1.305 4
5	55	10	35	100	1.557 4
6	60	15	50	100	2.515 4

表 5 党参脂溶性成分提取均匀设计实验方差分析

模型	平方和	自由度	均方	F	P
回归	0.723	3	0.241	1.580	0.410
残差	0.305	2	0.153	—	1.623
总计	1.029	2	—	—	—

注:—表示无此项。

2.4 庙党脂溶性成分分析 庙党脂溶性成分总离子流图见图 5,共 90 个峰。通过基于 Xcalibur 的工作站对总离子流图进行处理,采用峰面积归一化法确定各个成分的百分含量,在 NIST08 谱库中自动检索并结

合文献调研,初步鉴定出 90 种成分,各成分的保留时间名称和相对含量见表 7。

在低温下(4 ℃)贮存 1 个月后,庙党脂溶性成分从原来的 90 种减少至 29 种,且成分种类发生了较大变化。各成分的保留时间名称和相对含量见图 6、表 8。庙党脂溶性成分虽然在低温下短时间贮存较为稳定,但随着贮存时间的延长,其成分变化较大,因此需要考虑挥发油成分的及时使用和合理的保存条件。

表 6 不同产地党参脂溶性成分含量

序号	产地	提取率($\bar{x} \pm s$)
1	云南昭通	1.818 ± 0.280
2	山西长治	1.416 ± 0.150
3	四川凉山	1.828 ± 0.110
4	湖北恩施	1.323 ± 0.120
5	贵州威宁	1.500 ± 0.240
6	吉林白山	1.717 ± 0.270
7	山西晋城	2.824 ± 0.300
8	甘肃文县	2.224 ± 0.340
9	重庆巫山红椿	2.610 ± 0.120
10	重庆巫山笃坪	4.210 ± 0.350

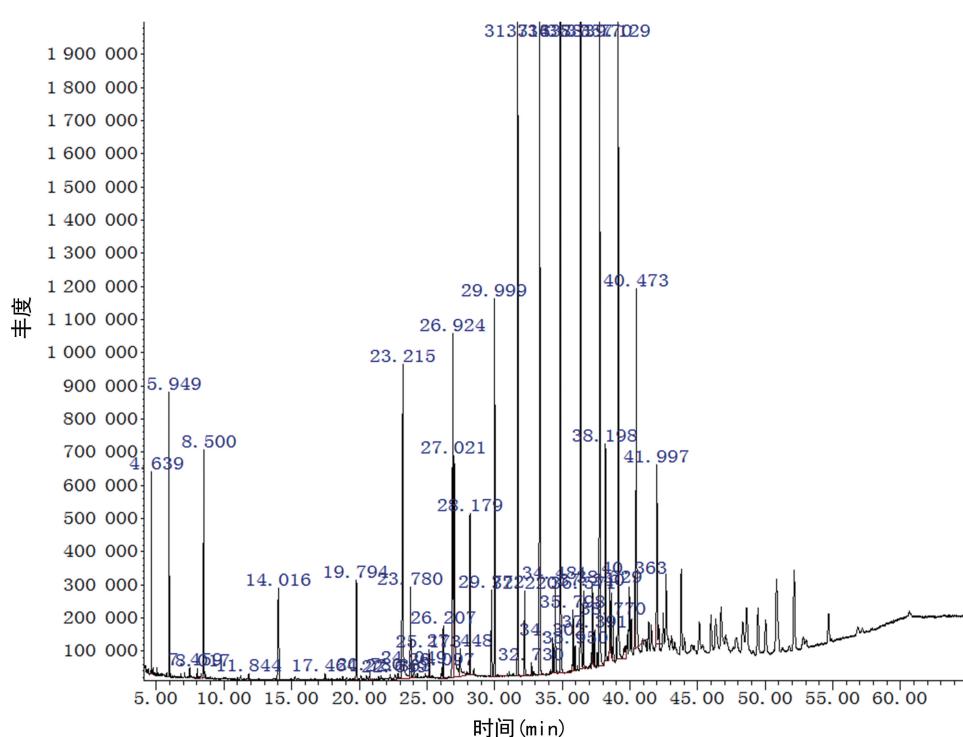


图 5 庙党脂溶性成分总离子流图

表 7 庙党脂溶性成分分析鉴定结果

序列号	相对保留时间 (min)	相对丰度	数据库/预测结构
1	4.411 0	0.060 6	N,N-Dimethyl-O-(1-methyl-butyl)-hydroxylamine
2	4.638 6	0.706 2	Cyclopentasiloxane, decamethyl-
3	4.748 9	0.104 6	Octanoic Acid

续表 7 庙党脂溶性成分分析鉴定结果

序列号	相对保留时间 (min)	相对丰度	数据库/预测结构
4	5.059 2	0.041 7	N-Aminopyrrolidine
5	5.948 7	1.196 5	Cyclohexasiloxane,dodecamethyl-
6	6.017 6	0.042 9	Cyclohexane,1,3-dichloro-,cis-
7	7.079 5	0.038 4	Vanillin
8	7.458 7	0.061 9	Spiro[2.4]heptane,1,2,4,5-tetramethyl-6-methylene-
9	7.527 7	0.037 9	9,12-Octadecadiynoic acid,methyl ester
10	8.017 3	0.072 8	3-Cyclopentene-1-acetaldehyde,2,2,3-trimethyl-
11	8.306 9	0.053 2	1H-3a,7-Methanoazulene,2,3,4,7,8,8a-hexahydro-3,6,8,8-tetramethyl-, [3R-(3. alpha., 3a. beta., 7. beta., 8a. alpha.)]-
12	8.499 9	1.588 7	Cycloheptasiloxane,tetradecamethyl-
13	8.603 4	0.048 5	6S-2,3,8,8-Tetramethyltricyclo[5.2.2.0(1,6)]undec-2-ene
14	11.244 2	0.060 9	Oxalic acid,6-ethyloct-3-yl hexyl ester
15	11.844 2	0.073 0	1,2-Benzenediamine,N,N,N'-trimethyl-
16	14.016 2	1.240 6	Cyclooctasiloxane,hexamethyl-
17	15.243 5	0.049 2	Quinuclidine
18	15.471 1	0.035 8	cis-4-Hydroxytricyclo[3.1.0.0(2,6)]hexane-3-carbonitrile
19	17.463 8	0.085 4	Tetradecanoic acid
20	18.773 9	0.040 4	Piperidine,3-methyl-
21	19.794 4	0.929 0	Cyclononasiloxane,octadecamethyl-
22	20.132 3	0.042 8	Pyrrolidine,1-(1-propenyl)-
23	20.539 1	0.046 3	Propanenitrile,3-chloro-2,3-dihydroximino-
24	20.780 5	0.072 7	Phthalic acid,isobutyl nonyl ester
25	21.614 8	0.035 8	Undecane,3,7-dimethyl-
26	22.297 4	0.055 7	Tetradecanoic acid,10,13-dimethyl-,methyl ester
27	22.656 0	0.077 5	3-Azabicyclo[3.2.2]nonane
28	22.856 0	0.068 4	cis-5-Methyl-2-isopropyl-2-hexen-1-al
29	23.214 5	4.226 2	n-Hexadecanoic acid
30	23.779 9	0.748 5	Cyclononasiloxane,octadecamethyl-
31	24.041 9	0.126 9	Disulfide,di-tert-dodecyl
32	24.290 2	0.053 5	2-Amino-3-cyano-5,6-dimethoxy-1H-indenone
33	24.890 1	0.048 2	3-Azabicyclo[3.2.2]nonane
34	25.172 8	0.216 1	Hexadecanoic acid,trimethylsilyl ester
35	25.400 3	0.050 5	Butanamide,N-hexyl-
36	26.096 7	0.115 3	Cyclobuta[1,2;3,4]dicyclooctene,1,2,3,4,5,6,6a. alpha.,6b. alpha.,7,8,9,10,11,12,12a. alfa.,12b. beta.-hexadecahydro-
37	26.207 1	0.398 3	Heneicosane
38	26.924 2	3.817 0	9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-
39	27.020 7	2.477 6	N-(Trifluoroacetyl)-N,O,O',O''-tetrakis(trimethylsilyl)norepinephrine
40	27.448 2	0.398 5	Octadecanoic acid
41	28.179 1	1.197 8	Octacosane
42	28.468 7	0.169 6	9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-,trimethylsilyl ester
43	29.765 0	0.676 1	Cyclononasiloxane,octadecamethyl-
44	30.006 4	2.832 5	Tricosane

续表 7 庙党脂溶性成分分析鉴定结果

序号	相对保留时间 (min)	相对丰度	数据库/预测结构
45	31.082 0	0.049 0	Sulfurous acid, butyl undecyl ester
46	31.716 4	5.256 4	Tetracosane
47	32.219 8	0.745 3	Cyclononasiloxane, octadecamethyl-
48	32.730 0	0.096 7	Hentriacontane
49	32.881 7	0.070 5	4-Fluorohistamine
50	33.336 8	7.866 4	Nonadecane
51	34.122 9	0.056 2	2,4(1H,3H)-Pyrimidinedione, 6-chloro-5-nitro-
52	34.302 1	0.314 1	Tricosane
53	34.474 5	0.820 5	Cyclononasiloxane, octadecamethyl-
54	34.881 3	9.456 5	Nonadecane
55	35.798 4	0.527 1	Tetracosane
56	35.950 1	0.178 4	Pentacosane
57	36.356 9	9.346 0	Nonadecane
58	36.570 7	0.643 2	Cyclononasiloxane, octadecamethyl-
59	37.239 6	0.746 4	Octacosane
60	37.384 3	0.308 0	Eicosane
61	37.584 3	0.113 8	Cyclopentane, heneicosyl-
62	37.770 5	7.711 6	Eicosane
63	38.198 0	1.783 1	2,6,10,14,18,22-Tetracosahexaene, 2,6,10,15,19,23-hexamethyl-, (all-E)-
64	38.529 0	0.817 4	Hexasiloxane, tetradecamethyl-
65	38.625 5	0.533 1	Tetratetracontane
66	38.770 3	0.357 6	Heptacosane
67	38.997 9	0.180 5	Cyclopentane, decyl-
68	39.135 8	5.515 6	Eicosane
69	39.797 7	0.144 0	Oxalic acid, 6-ethyloct-3-yl ethyl ester
70	39.956 3	0.701 0	Sulfurous acid, butyl heptadecyl ester
71	40.101 1	0.326 4	Cyclooctacosane
72	40.363 1	0.701 9	Hexasiloxane, tetradecamethyl-
73	40.473 5	3.539 9	Heptadecane, 9-octyl-
74	40.942 3	0.462 7	Docosyl heptafluorobutyrate
75	41.397 4	0.218 8	Octadecane
76	41.583 6	0.314 8	Eicosane
77	41.990 4	1.989 4	Eicosane
78	42.459 3	0.435 3	Heptasiloxane, hexadecamethyl-
79	42.679 9	1.797 3	Vitamin E
80	43.810 8	1.148 6	Eicosane
81	45.141 6	0.687 5	Cyclononasiloxane, octadecamethyl-
82	45.989 7	0.578 1	Octadecane
83	46.348 3	0.758 0	Chondrillasterol
84	46.734 4	1.475 6	Naphthalene, 1,2,3,5,6,7,8,8a-octahydro-1,8a-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [1R-(1. alpha., 7. beta., 8a. alpha.)]-
85	48.361 7	0.605 2	. alpha.-Amyrin
86	48.630 6	1.016 0	Pentasiloxane, dodecamethyl-

续表 7 庙党脂溶性成分分析鉴定结果

序列号	相对保留时间 (min)	相对丰度	数据库/预测结构
87	49.464 9	0.640 1	Naphthalene, 1,2,3,5,6,7,8,8a-octahydro-1,8a-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-,[1R-(1, alpha., 7, beta., 8a, alpha.)]-
88	50.037 2	0.169 3	Cycloisolangifolene,7-bromo-
89	50.844 0	1.516 7	Bi-1,3,5,7-cyclooctatetraene-1-yl
90	52.147 2	2.759 8	Friedelan-3-one

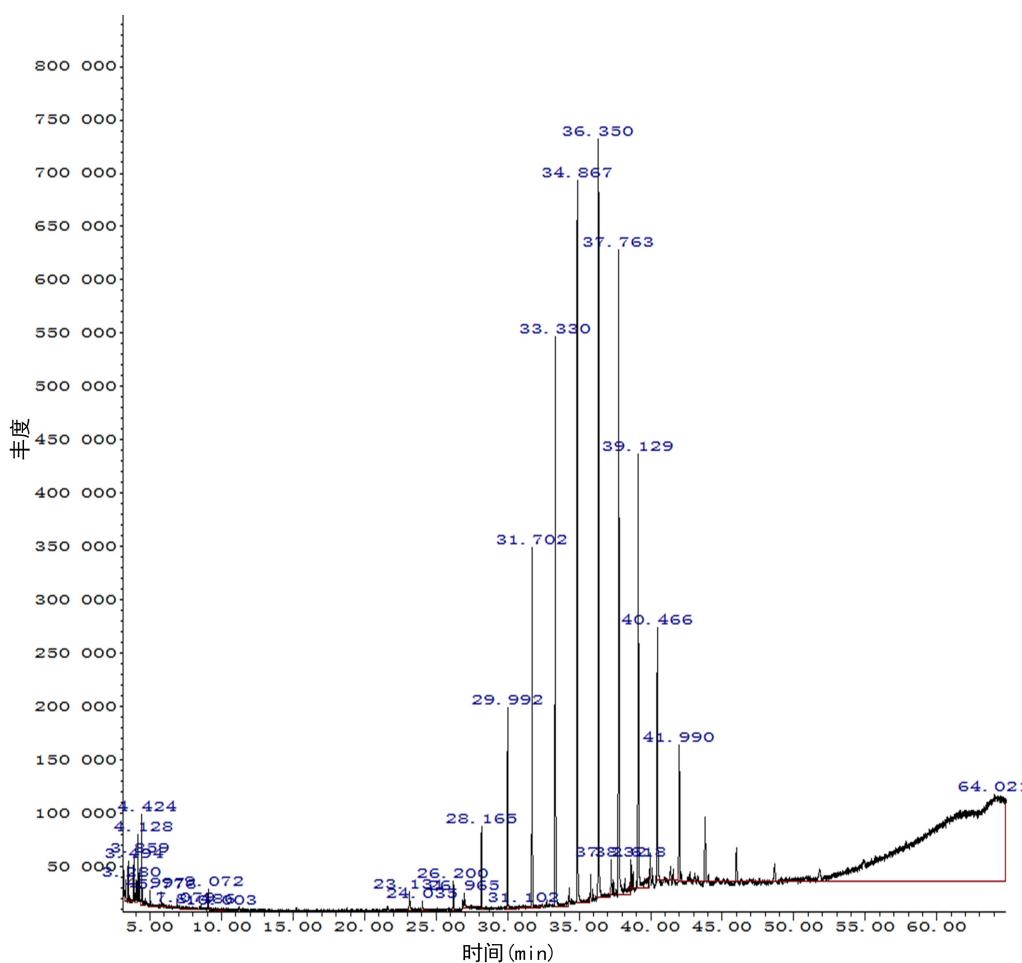


图 6 庙党脂溶性成分总离子流图(4 °C 贮存 1 个月后)

表 8 庙党脂溶性成分分析鉴定结果

序列号	相对保留时间 (min)	相对 丰度	数据库/预测结构	峰面积	CAS 序列号	匹配度
1	3.279 9	0.094 7	Styrene	4 832	000100-42-5	90
2	3.493 6	0.155 6	2-(2-Hydroxyethoxy)ethyl acetate	22 650	1000351-92-4	56
3	3.859 0	0.108 2	1,3-Dioxolane,2,2,4,5-tetramethyl-,trans-	13 415	017226-66-3	25
4	4.128 0	0.131 1	3(2H)-Furanone,dihydro-2-methyl-	3 703	003188-00-9	25
5	4.424 5	0.300 6	O-Butylisourea	7 918	057536-14-8	38
6	4.996 8	0.151 5	Oxalic acid,isobutyl nonyl ester	114 998	1000309-37-4	35
7	5.775 9	0.108 5	Oxalic acid,isobutyl nonyl ester	114 998	1000309-37-4	35
8	7.079 2	0.185 0	18-Nonadecen-1-amine	122 022	1000221-52-8	9
9	8.485 8	0.125 6	2-Aminononadecane	123 646	031604-55-4	53

续表 8 庙党脂溶性成分分析鉴定结果

序列号	相对保留时间 (min)	相对 丰度	数据库/预测结构	峰面积	CAS 序列号	匹配度
10	9.071 9	0.124 1	1,2,4-Triazol-3-amine,5-(3-nitrophenyl)-	63 341	059301-20-1	42
11	10.002 8	0.110 0	1-Pentanol,4-amino-	4 561	000927-55-9	9
12	23.131 4	0.183 8	1,2,3,4-Butanetetrol,[S-(R*,R*)]-	9 585	002319-57-5	36
13	24.034 7	0.131 6	Piperazine,2-methyl-	3 601	000109-07-9	38
14	26.199 8	0.193 3	Tridecane	47 621	000629-50-5	46
15	26.965 2	0.178 8	Di(pent-4-enyl)amine	25 740	1000190-99-0	36
16	28.165 0	0.513 2	Heptacosane	187 749	000593-49-7	62
17	29.992 2	1.167 9	Octacosane	193 569	000630-02-4	91
18	31.102 4	0.149 9	1,3-Cyclohexanediol	8 003	000504-01-8	33
19	31.702 3	2.172 4	Docosane,11-butyl-	180 768	013475-76-8	87
20	33.329 6	3.626 0	Hentriacontane	204 900	000630-04-6	91
21	34.867 2	4.574 2	Sulfurous acid,butyl undecyl ester	130 367	1000309-17-8	90
22	36.349 7	4.901 6	Heptacosane	187 749	000593-49-7	96
23	37.232 3	0.188 4	Sulfurous acid,butyl hexadecyl ester	178 468	1000309-18-3	43
24	37.763 3	4.406 8	Sulfurous acid,butyl dodecyl ester	141 028	1000309-17-9	91
25	38.618 3	0.224 9	Tetracontane,3,5,24-trimethyl-	217 985	055162-61-3	46
26	39.128 5	3.295 8	Heptadecane,9-octyl-	172 982	007225-64-1	91
27	40.466 2	1.700 3	Sulfurous acid,butyl dodecyl ester	141 028	1000309-17-9	91
28	41.990 1	1.330 6	Hentriacontane	204 901	000630-04-6	90
29	64.020 6	69.465 4	1-Heptadecanamine	101 849	004200-95-7	47

3 讨 论

党参脂溶性成分具有一定的药理活性^[6,12],开发党参的脂溶性成分具有一定前景,但是既往研究采用的提取和鉴定方法^[5-7]需要较为先进和复杂的设备^[7,12-15]。本研究通过均匀设计,采用简便、实用的超声乙醚提取方法,得出了最优提取条件(提取温度 35 °C,料液比 18 : 1,提取时间 60 min,提取功率 100 W),并在最优提取条件下提取、比较了 10 个产地的党参脂溶性成分含量,同时采用 GC-MS 在提取的庙党脂溶性成分中分离鉴定出 90 种物质,表明本研究设计的提取方法实用、高效,有利于后期转化运用。

本研究结果显示,党参脂溶性成分提取率受提取时间、提取温度、料液比及提取功率影响,具体原因如下:(1)原料党参经过粉碎后,随着时间的延长,其产物可能被吸附。虽然可对提取装置进行回流操作,但仍然存在乙醚损失情况,进而影响目标产物的提取。(2)在提取过程中,温度升高会导致分子运动速度加快,但当温度达到 45 °C 后,温度的进一步升高可能引起某些成分结构破坏,造成提取率降低。(3)料液比在 1 : 5~1 : 10 范围内时,随着乙醚比例的增加,溶液黏度降低,同时随着固液比增大,两相间浓度差增大,固、液相主体之间的传质推动力增大,分子扩散速度增加,从而导致提取率增加。而当料液比达到 1 : 10 后,提取率开始降低,这可能是由于超声条件有

限,不能在实验过程中充分搅拌,只能依靠有机溶剂在加热沸腾时的鼓泡进行混合所致。(4)党参脂溶性成分提取率达到最大值后开始下降,可能与提取功率过大对某些化合物的结构产生破坏有关。

由于实验室条件的限制,本研究没有考虑影响实验结果的部分因素,如原料粒度大小。按照原理而言,粉碎后可增加药物的表面积,使药物溶解与吸收扩大约 30%;但是粉碎的粒度过小,又可能造成吸附作用增强,反而影响扩散结果^[14]。另外,本研究比较了 10 个产地党参脂溶性成分提取率的差异,结果显示,庙党脂溶性成分含量最高,为 4.21%。同时,本研究结果显示,庙党脂溶性成分在低温下(4 °C)贮存 1 个月后,其化学成分从原来的 90 种减少至 29 种,且化合物差异较大,提示党参脂溶性成分随着贮存时间的延长,其成分含量和种类都在变化,因此生产过程中必须考虑党参脂溶性成分的存储条件和时间。

综上所述,采用乙醚超声辅助提取法提取党参脂溶性成分具有工艺稳定、高效、可靠的特点,不同产地党参脂溶性成分含量差异明显,以庙党含量最高,部分解释了庙党气味浓烈的原因。庙党脂溶性成分经 GC-MS 检测后发现其含有 90 种化学成分,即便在低温条件下也会造成脂溶性成分的大量流失,因此应重视庙党脂溶性成分的储存条件和时间。

(下转第 2180 页)

- tions between CXCR4 and CXCL12 promote cell migration and invasion of canine hemangiosarcoma[J]. Vet Comp Oncol, 2017, 15 (2): 315-327.
- [15] JIANG Q, SUN Y, LIU X. CXCR4 as a prognostic biomarker in gastrointestinal cancer: A meta-analysis[J]. Biomarkers, 2019, 24 (6): 510-516.
- [16] LV X, ZHAO F, HUO X, et al. Neuropeptide Y1 receptor inhibits cell growth through inactivating mitogen-activated protein kinase signal pathway in human hepatocellular carcinoma [J]. Med Oncol, 2016, 33(7):70.
- [17] KIM H J, KANG T W, HAAM K, et al. Whole genome MBD-seq and RRBS analyses reveal that hypermethylation of gastrointestinal hormone receptors is associated with gastric carcinogenesis[J]. Exp Mol Med, 2018, 50 (12): 1-14.
- [18] HUANG P, LIU Y, JIA B. The expression, prognostic value, and immunological correlation of MCEMP1 and its potential role in gastric cancer[J]. J Oncol, 2022, 2022:8167496.
- [19] WANG T, LIAN Y. The relationship between fas and fas ligand gene polymorphism and pre-eclampsia risk[J]. Biosci Rep, 2019, 39 (2): 20181901.
- [20] PASINI F S, ZILBERSTEIN B, SNITCOVSKY I, et al. A gene expression profile related to immune dampening in the tumor microenvironment is associated with poor prognosis in gastric adenocarcinoma[J]. J Gastroenterol, 2014, 49(11):1453-1466.
- [21] HSIEH Y Y, SHEN C H, HUANG W S, et al. Resistin-induced stromal cell-derived factor-1 expression through Toll-like receptor 4 and activation of p38 MAPK/NF κ B signaling pathway in gastric cancer cells[J]. J Biomed Sci, 2014, 21(1):59.
- [22] MOHAMMADI M, ZARGHAMI N, HEDAYATI M, et al. Synergistic effects of resistin and visfatin as adipocyte derived hormones on telomerase gene expression in AGS gastric cancer cell line[J]. Acta Med Iran, 2017, 55 (10):621-627.

(收稿日期:2022-01-24 修回日期:2023-01-10)

(上接第 2173 页)

参考文献

- [1] 徐晓玉. 中药药理与应用[M]. 北京: 人民卫生出版社, 2005; 68-70.
- [2] 国家药典委员会. 中国药典[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020; 293-294.
- [3] 杨鲜, 祝慧凤, 王涛, 等. 重庆巫山等多地党参氨基酸及营养价值比较与分析[J]. 食品科学, 2014, 35(15):251-257.
- [4] 陈前峰, 林智斌, 陶则梯, 等. 庙宇产川党参挥发油稳定性的研究[J]. 西南大学学报(自然科学版), 2014, 36(8):206-210.
- [5] 张俊卿. 潞党参脂溶性化学成分及其抗炎活性研究[D]. 山西: 山西医科大学, 2020.
- [6] 顾永祚, 谢君, 张义正. 党参挥发油及脂溶性化学成分的研究[J]. 中国药学杂志, 2000, 35(9): 7-10.
- [7] 陈建伟, 李祥, 许益民, 等. 明党参挥发油的 GC-MS 初步分析[J]. 南京中医药学院学报, 1992, 8 (4):223-263.
- [8] 杜清, 秦民坚, 吴刚. 明党参挥发油成分 GC-MS 指纹图谱[J]. 中成药, 2019, 41(8):1995-1998.
- [9] 李聪, 张红, 彭莉, 等. 党参中挥发性化学成分的研究[J]. 云南大学学报(自然科学版), 1993, 15 (增 2):86-90.
- [10] 叶雅沁, 李泳宁, 李小芬, 等. 响应面法优化南非叶总黄酮的超声提取工艺[J]. 贵州农业科学, 2020, 48(8):119-122.
- [11] 范强, 周先礼, 阿萍, 等. 脉花党参地上部分挥发油化学成分的研究[J]. 陕西农业科学, 2009, 55 (5):56-57.
- [12] 刘同举, 闵江, 李淑芬. 超临界 CO₂ 萃取党参中脂溶性成分的工艺研究[J]. 食品科学, 2010, 31 (14):145-147.
- [13] 杨荣平, 王宾豪, 励娜, 等. GC-MS 法分析大宁党参挥发油化学成分[J]. 中国实用医药, 2007, 30 (25):33-34.
- [14] 任桂林, 韩丽, 王小平, 等. 地龙低温超微粉碎特性考察[J]. 中国实验方剂学杂志, 2014, 20(3): 6-9.
- [15] 陈敏, 李晓瑾, 姜林, 等. 新疆党参挥发油成分的研究[J]. 中草药, 2000, 31(4):16.

(收稿日期:2022-12-29 修回日期:2023-03-30)