

响应曲面优化超声辅助提取山茱萸籽油工艺及其成分分析

刘瑞林, 詹汉英, 陈 钿, 牟朝丽, 贾晓萌, 张志琪*

(陕西师范大学化学化工学院, 药用资源与天然药物化学教育部重点实验室, 陕西 西安 710062)

摘要: 研究以正己烷为溶剂超声辅助提取山茱萸籽油的工艺, 并对其成分进行分析。采用响应曲面优化法(RSM)优化山茱萸籽油的提取工艺, 确定最佳提取工艺参数为提取温度 40 ℃、提取时间 40min、液料比 10:1(mL/g), 在此条件下, 山茱萸籽油的一次提取率为 97.08%(出油率 7.90%)。利用 GC-MS 对山茱萸籽油中脂肪酸成分进行分析, 结果表明: 山茱萸籽油的主要脂肪酸成分为油酸(61.89%)、硬脂酸(19.99%)、棕榈酸(7.63%)和亚油酸(6.33%)等, 不饱和脂肪酸占脂肪酸总量的 69.45%; 采用高效液相色谱法测定, 山茱萸籽油中 VE 含量为 76.0mg/100g。
关键词: 超声辅助提取; 山茱萸籽油; 响应曲面法(RSM); 成分分析

Optimization of Ultrasound-Assisted Extraction of *Cornus officinalis* Seed Oil by Response Surface Methodology and Chemical Composition Analysis

LIU Rui-lin, ZHAN Han-ying, CHEN Tian, MOU Zhao-li, JIA Xiao-meng, ZHANG Zhi-qi*

(Key Laboratory of Medicinal Resource and Natural Pharmaceutical Chemistry, Ministry of Education, School of Chemistry and Chemical Engineering, Shaanxi Normal University, Xi 'an 710062, China)

Abstract: Response surface methodology was employed to optimize the ultrasound-assisted extraction of *Cornus officinalis* seed oil. Meanwhile, its chemical composition was analyzed by GC-MS. The optimal extraction conditions were determined as 40 ℃ of extraction temperature, 40 min of extraction time, and 10:1 of liquid-to-solid ratio (mL/g). Under these conditions, the extraction yield of *Cornus officinalis* seed oil based on the dry weight of *Cornus officinalis* kernels was 7.90%, accounting for 97.08% of that obtained from Soxhlet extraction. The predominant fatty acids in *Cornus officinalis* seed oil were oleic acid (61.89%), stearic acid (19.99%), palmitic acid (7.63%), linoleic acids (6.33%), and so on. The percentage of unsaturated fatty acids relative to total fatty acids was 69.45%. In addition, the vitamin E content in *Cornus officinalis* seed oil, as determined by HPLC, was 76.0 mg/100 g.

Key words: *Cornus officinalis* seed oil; ultrasound-assisted extraction; chemical composition analysis; response surface methodology (RSM)

中图分类号: TS224.4

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2012)12-0001-07

山茱萸(*Cornus officinalis* Sieb. et Zucc.)为山茱萸科落叶灌木或小乔木, 是一种常用的名贵中草药。山茱萸性味酸、涩、微温, 归肝肾经, 具补益肝肾, 涩精固脱之功效^[1]。有关山茱萸药用部位的讨论由来已久^[2], 大多认为山茱萸果肉是其药用部位, 但也有不少学者认为药用部位应该包含山茱萸果肉和山茱萸籽^[3]。目前, 较多研究发现山茱萸肉中含有环烯醚萜苷、有

机酸、鞣质、以及维生素、氨基酸和挥发油等多种药用及营养保健成分^[4-6], 但与山茱萸籽相关的研究报道较少, 化学成分也不很清楚, 山茱萸籽被大量废弃, 亟待研究开发。

超声波辅助提取油是利用超声波产生的强烈振动、空化、搅拌等超声效应的协同作用, 提高物质分子的运动频率和速度, 加速相互渗透溶解, 提高油脂在溶

收稿日期: 2011-06-09

基金项目: 国家自然科学基金面上项目(20875060); 陕西师范大学 2012 年学生暑期社会实践项目

作者简介: 刘瑞林(1987—), 男, 博士研究生, 主要从事天然药物有效成分研究。E-mail: liuruilin2009@stu.snnu.edu.cn

* 通信作者: 张志琪(1958—), 男, 教授, 博士, 主要从事天然药物活性成分筛选及其新分析方法建立研究。

E-mail: zqzhang@snnu.edu.cn

剂中的溶解度, 进而提高出油率^[7]。超声波辅助提取法与传统溶剂浸提法、机械压榨法相比, 具有收率高、生产周期短、有效成分不被破坏等优点^[8-10]。目前, 尚未见山茱萸籽油超声辅助提取的报道。

响应曲面分析法(response surface methodology, RSM)以较少试验次数和较短时间对所选试验参数进行全面研究, 在天然药物有效成分提取等领域有广泛应用^[11-14]。本研究利用响应曲面法对超声辅助提取山茱萸籽油的工艺条件进行研究, 同时利用气相色谱质谱联用(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)技术对山茱萸籽油进行脂肪酸成分分析, 采用高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)对其VE含量进行测定, 为开发利用山茱萸籽这一丰富的天然药物资源提供参考依据。

1 材料与方 法

1.1 材料与试剂

山茱萸果核(水分含量 0.3%)购于河南。

VE 标准品(含量 98%, 批号 100062-201009) 中国药品生物制品检定所; 甲醇(色谱纯) 美国 Honeywell 公司; 正己烷、无水乙醚、无水乙醇、氢氧化钾、抗坏血酸、无水硫酸钠均为分析纯 国药集团化学试剂有限公司。

1.2 仪器与设备

FW 400A 高速万能粉碎机 北京科伟永兴仪器有限公司; 超声波清洗仪器 江苏省昆山市超声仪器有限公司; RE-52A 旋转蒸发器 上海亚荣生化仪器厂; ZK-82A 电热真空干燥箱 上海试验仪器厂有限公司; QP2010 气相色谱-质谱联用仪、LC-10A 高效液相色谱仪 日本岛津公司; TGL-16C 高速台式离心机 上海安亭科学仪器厂; 超纯水系统 美国 Millipore 公司。

1.3 方 法

1.3.1 超声辅助提取山茱萸籽油

精密称取过 40 目筛的山茱萸籽粉末约 5.0g, 置于圆底烧瓶中, 加入一定比例的正己烷提取溶剂密封, 按所设定的超声条件提取山茱萸籽油, 用旋转蒸发器蒸发溶剂, 得到亮黄色具特殊气味的清亮油状液体, 并将其在真空干燥箱干燥, 待冷却后称油质量, 计算其出油率。

1.3.2 索氏法提取山茱萸籽油

称取 5.0g 预处理的 山茱萸籽粉末, 用滤纸包裹后放入索氏提取器中, 向提取瓶中加入约 150mL 正己烷, 控制水温在 50~55℃, 约 15min 虹吸 1 次, 连续提取 6h 取下蒸馏瓶后用旋转蒸发器蒸发提取液中的正己烷, 待正己烷基本挥发完后, 将含油部分放在 60℃ 烘箱中干燥

30min, 即得山茱萸籽油, 称取其质量。因索氏提取法可以将油提取较彻底, 因此以索氏法为参照, 比较超声波法的提油效果, 以提取率表示。

$$\text{出油率} / \% = \frac{\text{超声提取油脂质量}}{\text{原料质量}} \times 100$$

$$\text{提取率} / \% = \frac{\text{超声提取油脂质量}}{\text{索氏提取油脂质量}} \times 100$$

1.4 超声波辅助提取试验优化

1.4.1 单因素试验

按照 1.3 节方法提取山茱萸籽油, 研究不同液料比(6:1、8:1、10:1、12:1、14:1(mL/g))、提取温度(30、40、50、60、70、80℃)和提取时间(15、25、35、45、55min)对山茱萸籽油出油率的影响。

1.4.2 响应曲面试验

根据单因素试验结果, 选取液料比(X_1)、提取温度(X_2)以及提取时间(X_3) 3 个主要影响山茱萸籽油提取率的因素, 每个因素选取高、中、低三个水平, 各试验组的编码与取值见表 1, 共 15 个试验点, 其中 12 个为析因点, 3 个为零点, 零点试验进行 3 次, 作误差估计。按照响应曲面法中的 Box-Behnken 设计方案(表 2), 依次进行试验, 以山茱萸籽油提取率(Y)为响应值, 对试验结果进行分析, 建立二次多项式数学模型:

$$Y = \mu_0 + \sum_{i=1}^3 \mu_i X_i + \sum_{i=1}^3 \mu_{ii} X_i^2 + \sum_{i=1}^2 \sum_{j=i+1}^3 \mu_{ij} X_i X_j$$

式中: Y 为山茱萸籽油提取率预测响应值; X_i 和 X_j 为自变量; μ_0 为常数项; μ_i 为线性系数; μ_{ij} 为交互项系数; μ_{ii} 为二次项系数。

表 1 响应曲面试验设计因素水平表
Table 1 Variables and levels of Box-Behnken design

编码水平	X_1 液料比(mL/g)	X_2 提取温度/℃	X_3 提取时间/min
- 1	4	30	30
0	8	40	45
1	12	50	60

1.5 脂肪酸分析

1.5.1 甲酯化反应

采用改进的氢氧化钾-甲醇直接酯化法^[15]。取山茱萸籽油 0.5mL, 置于具塞试管中, 加入 2mL 正己烷, 振荡使油脂全部溶解后, 再加 0.5mol/L KOH 甲醇溶液 1~2mL, 振荡混匀后室温静置 15~20min, 然后加入 2mol/L 盐酸溶液 10mL, 振荡、离心、静置。取上层清液, 待 GC-MS 分析使用。

1.5.2 气质联用分析

色谱柱：RTX-5 MS 5% diphenyl-95% dimethyl polysiloxane (30m × 0.25mm, 0.25 μm)弹性石英毛细管柱；柱前压 99.8kPa；载气为高纯度氦气(99.999%)；柱内载气流量 1.46mL/min；分流比为 20:1；升温程序：从 200 开始，先以 1 /min 升至 220 ，保留 2min 后，以 10 /min 升至 280 ；汽化室温度 250 ；进样量 1 μL。

离子源：电子轰击(electron impact, EI)源；离子源温度：200 ；接口温度：250 ；电子能量：70eV；倍增器电压：0.9kV；溶剂延时：4min；扫描范围：40 ~ 600u。

对总离子流图中的各峰经质谱扫描后得到质谱图，经人工解析及LCsolution工作站标准质谱NISTNIST27和NIST147检索定性，用峰面积归一化法测出各种脂肪酸的相对百分含量。

1.6 VE含量的测定

1.6.1 样品处理

精密称取约 5.0g 山茱萸籽油样品置于皂化瓶中，加无水乙醇 70mL，抗坏血酸 6g，沸水浴加热至沸腾，同时加入 60% KOH 乙醇溶液 15mL，沸水浴中加热回流 30min，取出后迅速冷却。将溶液移入分液漏斗中，加 30mL 超纯水，分别用 100、100、50、50mL 乙醚洗涤 4 次，合并乙醚提取液。水洗提取液至中性，加入适量无水 Na₂SO₄ 过滤。滤液在 55 水浴上加热蒸干，残渣用无水乙醇溶解，置于 25mL 容量瓶中，定容至刻度，待 HPLC 分析使用。

1.6.2 高效液相色谱分析

色谱柱：Agilent HC-C₁₈ 柱(4.6mm × 250mm, 5 μm)；流动相：甲醇:水(98:2, V/V)；流速：0.8mL/min；进样量：10 μL；柱温：室温；紫外检测波长 295nm。

2 结果与分析

2.1 单因素试验结果

2.1.1 液料比对山茱萸籽油出油率的影响

据文献报道，一般情况下超声功率低于 200W 时，随着超声功率增大提取率也不断增大^[16-17]，由于本实验所用仪器的最大超声功率为 200W，故固定超声功率 200W 进行试验。按照超声功率 200W、提取时间 30min、提取温度 40 ，考察不同液料比对出油率的影响。由图 1 可知，山茱萸籽出油率随着溶剂的增加都迅速增加，当液料比达到 10:1(mL/g)时，出油率基本达到最大值，说明此时山茱萸籽中的油脂已基本被提出，继续增加液料比到 12:1(mL/g)时，出油率有明显下降的趋势。此过程中主要是随着液料比的增大，提取剂增加，超声功率一定的情况下，溶剂吸收超声波致使到达萃取

物的空化作用减弱的缘故。由实验结果可知，液料比选择 10:1mL/g 时最佳。

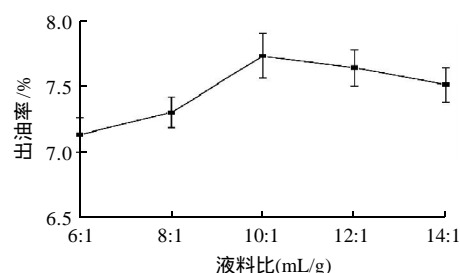


图 1 液料比对山茱萸籽油出油率的影响

Fig.1 Effect of ratio of liquid to solid on *Cornus officinalis* seed oil yield

2.1.2 提取温度对山茱萸籽油出油率的影响

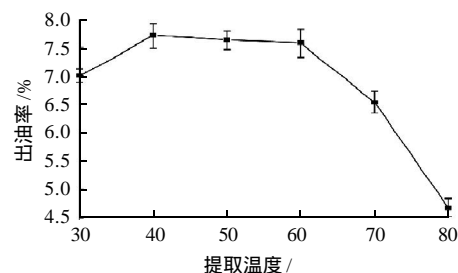


图 2 提取温度对山茱萸籽油出油率的影响

Fig.2 Effect of extraction temperature on *Cornus officinalis* seed oil yield

液料比 10:1mL/g、其他条件同 2.1.1 节，考察不同温度对山茱萸籽油提取率的影响。从图 2 可知，随着提取温度的升高，山茱萸籽的出油率都明显地提高，到温度约 40 时，出油率已经接近最大值，继续提高超声波作用温度，山茱萸籽出油率明显下降，这是由于随着温度的升高，达到提取剂正己烷的沸点挥发所致，但考虑到实际操作的方便，实际提取仍以 40 为好，可以适当增加提取剂以弥补正己烷挥发的缺陷。

2.1.3 提取时间对山茱萸籽油出油率的影响

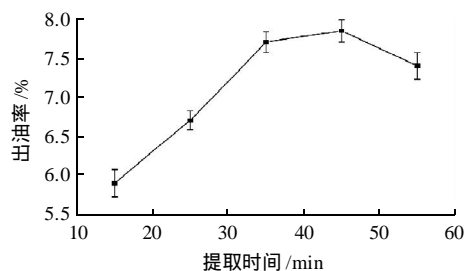


图 3 提取时间对山茱萸籽油出油率的影响

Fig.3 Effect of extraction time on *Cornus officinalis* seed oil yield

提取温度 40、其他条件同 2.1.2 节,考察不同提取时间对山茱萸籽出油率的影响。从图 3 可知,随着提取时间的增加,提取率呈线性增加,到超声波作用时间大约 45min 时,出油率几乎达到峰值,再延长超声波作用时间,出油率不再提高,说明 45min 是理想的超声波作用时间。

2.2 响应面试验结果

2.2.1 回归模型方程的建立及显著性检验

根据响应曲面法 Box-Behnken 设计(BBD),共 15 个试验点进行试验,山茱萸籽油的提取率、出油率见表 2。使用 Design-Expert software 7.1.3 Trial (State-Ease Inc., Minneapolis, MN, USA)软件进行数据分析,以山茱萸籽油的提取率为响应值,得到的多元二次回归模型方程为:

$$Y = -134.738 + 16.251X_1 + 5.245X_2 + 2.233X_3 - 8.125 \times 10^{-3}X_1X_2 + 6.667 \times 10^{-3}X_1X_3 - 0.015X_2X_3 - 0.842X_1^2 - 0.055X_2^2 - 0.020X_3^2$$

表 2 山茱萸籽油提取工艺优化 BBD 试验设计及结果
Table 2 Box-Behnken design arrangement and corresponding seed oil yield

试验号	X_1 液料比 (mL/g)	X_2 提取温度/	X_3 提取时间/min	Y 提取率/%		出油率/%
				试验值	预测值	
1	- 1(4)	- 1(30)	0(45)	61.6	63.40	5.05
2	1(12)	- 1	0	84.0	86.03	6.89
3	- 1	1(50)	0	68.2	66.18	5.59
4	1	1	0	89.3	87.50	7.32
5	- 1	0(40)	- 1(30)	68.8	68.59	5.64
6	1	0	- 1	90.2	89.76	7.40
7	- 1	0	1(60)	62.3	62.74	5.10
8	1	0	1	85.3	85.51	6.99
9	0(8)	- 1	- 1	85.4	83.81	7.00
10	0	1	- 1	88.3	90.54	7.24
11	0	- 1	1	85.6	83.36	7.02
12	0	1	1	79.3	80.89	6.50
13	0	0	0	95.9	94.73	7.86
14	0	0	0	94.4	94.73	7.74
15	0	0	0	93.9	94.73	7.70

该模型的回归分析见表 3。根据模型的 $P = 0.0007 < 0.05$, $F_{\text{模型}} = 31.43 > F_{0.05(9,2)} = 19.38$,说明试验所选用的二次多项模型具有高度的显著性,提取率 $F_{\text{失拟}} = 9.29 < F_{0.05(9,2)} = 8.81$,失拟项 $P = 0.0987 > 0.05$,表明失拟不显著。由此可见,该模型能够较好地描述各因素与响应值之间的真实关系,可以利用该回归方程确定最佳提取工艺条件。该回归模型的调整确定系数为 $R^2_{\text{Adj}} = 0.9514$,即该模型能解释 95.14% 响应值的变化,模型拟合程度良好,试验误差小,说明应用响应曲面法优化山茱萸籽油的提取模型条件可行。此外,还可以明显看出, X_3

和 X_3^2 有显著影响($P < 0.05$), X_1 、 X_1^2 、 X_2^2 有极显著影响($P < 0.01$)。

表 3 RSM 分析拟合回归方程的方差分析结果
Table 3 Analysis of variance (ANOVA) for the fitted quadratic polynomial model

方差来源	自由度	平方和	均方	F 值	P 值
回归模型	9	1831.64	203.52	31.43	0.0007 **
X_1	1	965.80	965.80	149.16	< 0.0001 **
X_2	1	9.03	9.03	1.39	0.2907
X_3	1	51.01	51.01	7.88	0.0377 *
X_1X_2	1	0.42	0.42	0.065	0.8086
X_1X_3	1	0.64	0.64	0.099	0.7659
X_2X_3	1	21.16	21.16	3.27	0.1304
X_1^2	1	670.85	670.85	103.61	0.0002 **
X_2^2	1	110.85	110.85	17.12	0.0090 **
X_3^2	1	78.27	78.27	12.09	0.0177 *
失拟项	3	30.21	10.07	9.29	0.0987
纯误差	2	2.17	1.08		
总和	14	1864.01			

注: *、 $P < 0.05$, 差异显著; **、 $P < 0.01$, 差异极显著。标准偏差 = 2.54%; 确定系数 $R^2 = 0.9826$; 调整确定系数 $R^2_{\text{Adj}} = 0.9514$; 变异系数(CV) = 3.10%。

2.2.2 响应曲面分析与优化

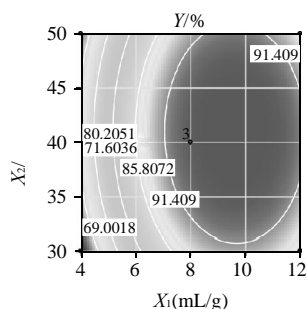
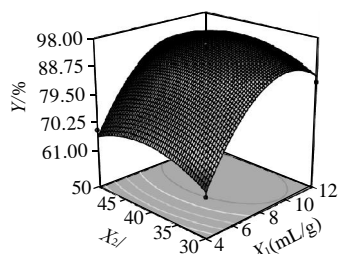
根据模型方程绘制响应曲面图、等高线图及标准残差图,结果见图 4。提取温度和液料比对山茱萸籽油提取率的影响见图 4A,当提取时间 30min 时,液料比对山茱萸籽油提取率的影响比较显著,其曲线呈上升趋势,且变化幅度较大,但在液料比为 10:1(mL/g)处时,提取率开始缓慢下降。提取温度的曲线较平缓,表明其对提取率影响较小。从等高线图中可以看出,提取温度与液料比的交互作用对山茱萸籽油提取率的影响不显著。由图 4A 可确定最佳水平范围为温度 35 ~ 45,液料比 8:1 ~ 10:1(mL/g)。

提取温度 40 时,液料比和提取时间对山茱萸籽油提取率的影响见图 4B。从图 4B 可知,液料比对山茱萸籽油提取率的影响比较显著,其曲线呈现先增大后减小的趋势。提取时间的曲线较平缓,表明其对提取率影响较小。由此可确定最佳的水平范围液料比为 8:1 ~ 10:1(mL/g),提取时间 37.5 ~ 52.5min。液料比为 8:1(mL/g)时,提取温度和提取时间对山茱萸籽油提取率的影响见图 4C,提取时间、提取温度的二次项对山茱萸籽油的提取率的影响十分显著,从图 4C 中可确定最佳提取温度 35 ~ 45,提取时间 37.5 ~ 52.5min。

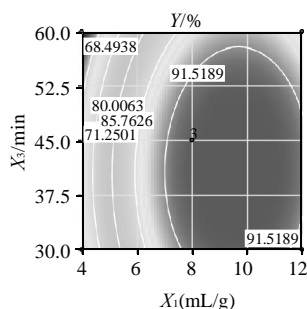
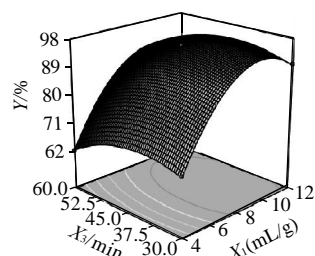
从图 5A 可看出,响应值与实验值拟合较好。从响应曲面模型预测值/实验值拟合曲线图(图 5B)可以看出,实验值与预测值几乎在一条直线上,表明模型能够较好地描述各因素与响应值之间的真实关系,可以利用该模型确定最佳提取工艺条件。

通过对模型方程求导计算,得到山茱萸籽油提取的

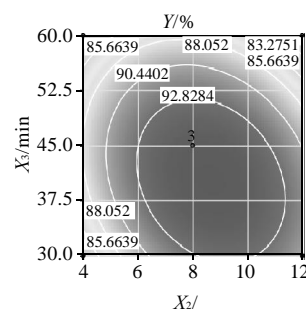
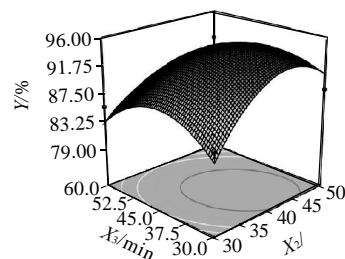
最佳条件为提取温度 41.47 、提取时间 40.61min、液料比 9.61:1(mL/g)。在此最佳条件下,山茱萸籽油的一次提取率为 97.39%。考虑到实际操作的便利,将提取工艺参数修正为提取温度 40 、提取时间 40min、液料比 10:1(mL/g),3 次平行实验得到的实际平均提取率为 97.08% (出油率 7.90%),其相对标准偏差小于 1%。



A. 提取温度与液料比



B. 提取时间与液料比



C. 提取时间与提取温度

图 4 各因素交互作用的响应曲面及等高线图

Fig.4 Response surface and contour plots for the interactive effects of three extraction parameters on *Cornus officinalis* seed oil yield

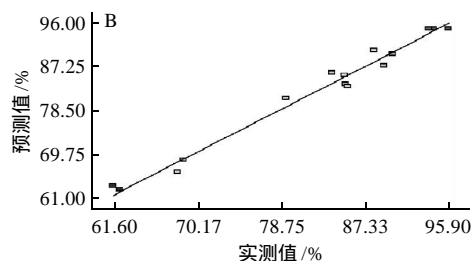
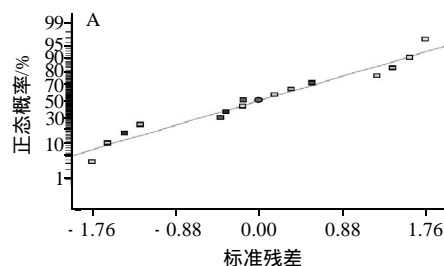


图 5 响应曲面标准残差图(A)与模型预测值/实测值拟合曲线图(B)

Fig.5 Standardized residual plot (A) and fitted curve for predicted versus experimental values (B) of *Cornus officinalis* seed oil yield

2.3 山茱萸籽脂肪酸成分分析

根据上述 GC-MS 条件进行测定分析(总离子流图见图 6),并按峰面积归一化法得到各脂肪酸成分相对含量

值(分析结果分别表4)。由表4可知,山茱萸籽油中含16种脂肪酸,其中8种不饱和脂肪酸占脂肪酸总量的69.45%,以油酸(61.89%)和亚油酸(6.33%)为主;8种饱和脂肪酸占脂肪酸总量的30.25%,主要以硬脂酸(19.99%)和棕榈酸(7.63%)为主。近年研究表明,油酸和亚油酸是人体必需脂肪酸,对于合成磷脂、形成细胞结构、维持一切组织的正常功能及合成前列腺素都是必需的,山茱萸籽油中油酸和亚油酸含量较高,说明其具有较好的保健作用。

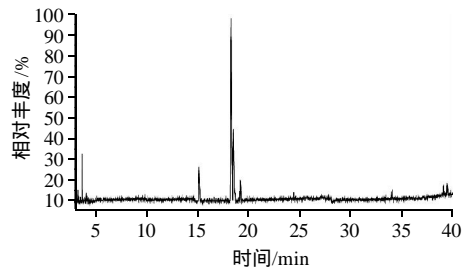


图6 山茱萸籽油脂肪酸甲酯 GC-MS 总离子流色谱图

Fig.6 GC-MS total ion chromatogram of fatty acid methyl esters of *Cornus officinalis* seed oil

表4 超声辅助萃取山茱萸籽油脂肪酸成分分析
Table 4 Fatty acid composition of *Cornus officinalis* seed oil

保留时间/min	化合物名称	分子式	相对含量/%	相似度/%
10.27	十二烷酸	C ₁₂ H ₂₄ O ₂	0.01	95
12.09	十四烷酸	C ₁₄ H ₂₈ O ₂	0.03	95
14.45	顺-9-十六烯酸	C ₁₆ H ₃₀ O ₂	0.05	94
15.39	十六烷酸	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	7.63	95
16.17	顺-7-十六烯酸	C ₁₆ H ₃₀ O ₂	0.02	90
16.61	十七烷酸	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	0.07	95
18.48	顺-9-十八碳烯酸	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	61.89	96
18.96	十八烷酸	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	19.99	96
19.25	顺-9,顺-12-十八二烯酸	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	6.33	97
24.12	5,8,11,14-二十碳四烯酸	C ₂₀ H ₃₈ O ₂	0.07	93
24.31	11-二十碳烯酸	C ₂₀ H ₃₈ O ₂	0.148	95
24.45	8,11-二十碳二烯酸	C ₂₀ H ₃₆ O ₂	0.10	94
25.29	二十烷酸	C ₂₀ H ₄₀ O ₂	0.494	92
34.11	二十二烷酸	C ₂₀ H ₄₄ O ₂	0.820	96
39.16	15-二十四烯酸	C ₂₄ H ₄₆ O ₂	0.837	77
39.56	二十四烷酸	C ₂₄ H ₄₈ O ₂	1.21	93

2.4 VE含量测定

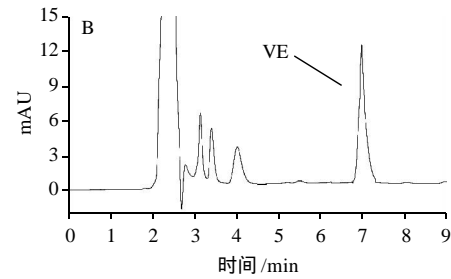
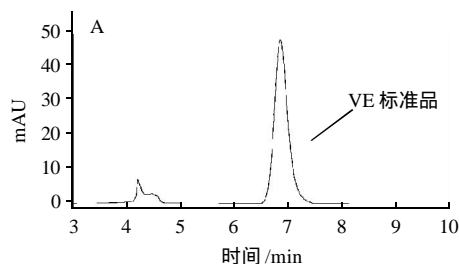


图7 VE标准品(A)与山茱萸籽油样品(B)HPLC 色谱图

Fig.7 HPLC chromatograms of vitamin E standard (A) and vitamin E in *Cornus officinalis* seed oil (B)

本实验采用HPLC对山茱萸籽油中维生素E的含量进行了测定,其中VE标准品与山茱萸籽油样品HPLC色谱图分别见图7(A)与7(B)。以VE(-生育酚)所作标准曲线的回归方程为: $y = 29603x + 45062$, $R^2 = 0.9998$, 线性范围0.01~0.06mg/mL。由回归方程计算得到山茱萸籽油中VE含量为76.0mg/100g。研究表明,VE能够消除脂褐素在细胞中的沉积,改善细胞的正常功能,减慢组织细胞的衰老过程^[18-19],说明山茱萸籽油具有较好的药用价值。

3 结论

本实验采用响应曲面优化法对超声辅助提取山茱萸籽油的工艺进行优化,在所确定的工艺条件下山茱萸籽油的一次提取率达到97.08%(出油率7.90%),表明此方法对山茱萸籽油的提取比较彻底,且相对于索氏萃取时间明显缩短^[20],说明响应曲面优化超声辅助提取工艺条件更科学、有效。此外,本实验对超声提取山茱萸籽油的脂肪酸成分和VE含量进行分析,为山茱萸籽的开发利用提供一定的参考。

参考文献:

- [1] 国家药典委员会编. 中华人民共和国药典:一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 26.
- [2] 贺学龙. 山茱萸的药用价值是否值得研究[J]. 中成药, 1990, 12(12): 46.
- [3] 戴亚明. 山茱萸果核与果肉可以同时食用[J]. 中国中药杂志, 1990, 15(1): 56-57.
- [4] 周京华, 李春生, 李电东. 山茱萸有效化学成分的研究进展[J]. 中国新药杂志, 2001, 10(11): 808-812.
- [5] 徐丽珍, 李慧颖, 田磊. 山茱萸化学成分的研究[J]. 中草药, 1995, 26(2): 62-65.
- [6] DU Weifeng, CAI Hao, WANG Mingyan, et al. Simultaneous determination of six active components in crude and processed *Fructus Corni* by high performance liquid chromatography[J]. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, 2008, 48(1): 194-197.
- [7] 韩军岐, 张有林, 戴桂花, 等. 超声波处理提取葵花籽油研究[J]. 粮食与油脂, 2004(9): 24-25.

- [8] 刘晓艳, 白卫东, 叶绿婷. 响应面法优化超声辅助花生红衣多酚的提取工艺研究[J]. 农产品加工: 学刊, 2011(2): 15-22.
- [9] ZHANG Zhenshan, WANG Lijun, LI Dong, et al. Ultrasound-assisted extraction of oil from flaxseed[J]. Separation and Purification Technology, 2008, 62(1): 192-198.
- [10] BABAEI R, JABBARI A, YAMINI Y. Solid-liquid extraction of fatty acids of some variety of Iranian rice in closed vessel in the absence and presence of ultrasonic waves[J]. Asian Journal of Chemistry, 2006, 18(1): 57-64.
- [11] BEZERRA M A, SANTELLI R E, OLIVEIRA E P, et al. Response surface methodology (RSM) as a tool for optimization in analytical chemistry[J]. Talanta, 2008, 76(5): 965-966.
- [12] YE Chunlin, JIANG Chengjun. Optimization of extraction process of crude polysaccharides from *Plantago asiatica* L. by response surface methodology[J]. Carbohydrate Polymers, 2011, 84(1): 495-502.
- [13] WU Yan, CUI S W, TANG Jian, et al. Optimization of extraction process of crude polysaccharides from boat-fruited sterculia seeds by response surface methodology[J]. Food Chemistry, 2007, 105(4): 1599-1605.
- [14] 赵文英, 朱庆书, 金青. 微波辅助提取苍耳子油的研究[J]. 食品科技, 2008, 33(2): 203-205.
- [15] REIS M G, REIS M M, LEATH S, et al. Direct analysis of fatty acid profile from milk by thermochemolysis-gas chromatography-mass spectrometry[J]. Journal of Chromatography A, 2011, 1218(2): 316-323.
- [16] 张郁松, 赵雁武. 超声波法提取猕猴桃籽油的工艺研究[J]. 中国粮油学报, 2006, 21(6): 116-118.
- [17] 买买提江·依米提, 艾合买提·沙塔尔, 张大海, 等. 新疆地产杏仁中杏仁油的超声波法提取工艺研究[J]. 新疆农业科学, 2010, 47(7): 1299-1303.
- [18] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 部[S]. 北京: 化学工业出版社, 2005.
- [19] 石晓, 叶曼红. 气相色谱法测定益康胶囊中维生素E含量[J]. 中国药业, 2006, 9(10): 673-674.
- [20] 白成科, 李鹏毛, 王喆之. 山茱萸肉和种子脂溶性成分的GC-MS分析[J]. 食品科学, 2007, 28(11): 493-496.