

超临界萃取人参皂苷及HPLC分析

樊红秀, 刘婷婷, 刘鸿铨, 崔海月, 王大为*

(吉林农业大学食品科学与工程学院, 吉林 长春 130118)

摘要: 采用超临界CO₂萃取法提取人参中的人参皂苷, 通过单因素试验探讨萃取方式、萃取温度、萃取时间、夹带剂用量以及萃取次数对人参皂苷提取率的影响, 采用正交试验对超临界CO₂萃取人参皂苷的工艺条件进行优化, 并采用高效液相色谱法对萃取物中的人参皂苷单体Rg1、Re、Rb1、Rc、Rb2、Rd进行测定。结果表明: 以100g人参粉为原料、70%乙醇溶液为夹带剂, 采用预浸-动态萃取法, 在萃取压力30MPa、萃取温度45℃、萃取时间4h、夹带剂用量200mL、萃取次数为2次的条件下进行超临界萃取, 总皂苷的提取率可达到(1.1053±0.0491)%, 其中人参皂苷单体Rg1、Re、Rb1、Rc、Rb2、Rd的提取率分别为(0.1862±0.0205)%、(0.1710±0.0114)%、(0.3656±0.0306)%、(0.1408±0.0033)%、(0.1370±0.0121)%、(0.1047±0.0061)%。超临界CO₂萃取人参皂苷的提取率低于传统溶剂法, 但其具有的分离工艺简单、无溶剂污染、保护热敏性物质等优点。

关键词: 超临界CO₂萃取; 人参皂苷; 高效液相色谱法

Supercritical Fluid Extraction and HPLC Analysis of Ginsenosides

FAN Hong-xiu, LIU Ting-ting, LIU Hong-cheng, CUI Hai-yue, WANG Da-wei*

(College of Food Science and Engineering, Jilin Agricultural University, Changchun 130118, China)

Abstract: The effects of five operating parameters including extraction methods, temperature, time, entrainer amount and the number of repeated extractions on the yield of ginsenosides from *Panax ginseng* by supercritical carbon dioxide extraction were investigated. An orthogonal array design was applied to optimize these parameters. Determination of ginsenoside Rg1, Re, Rb1, Rc, Rb2 and Rd in extracts was performed by high performance liquid chromatography (HPLC). The results indicated that the yield of total ginsenosides from 100 g of ginseng powder by pre-soaking combined with dynamic extraction was (1.1053 ± 0.0491)%, and the yields of ginsenoside Rg1, Re, Rb1, Rc, Rb2 and Rd were (0.1862 ± 0.0205)%, (0.1710 ± 0.0114)%, (0.3656 ± 0.0306)%, (0.1408 ± 0.0033)%, (0.1370 ± 0.0121)%, (0.1047 ± 0.0061)%, respectively, when 200 mL of 70% ethanol was used as the entrainer for 4 h extraction at 30 MPa and 45 °C repeated twice. Although the yield of ginsenosides by supercritical carbon dioxide extraction was relatively lower compared with the conventional solvent extraction method, the advantages including simple separation procedure, no solvent contamination and protecting heat-sensitive components were incomparable to other extraction methods.

Key words: supercritical carbon dioxide extraction; ginsenosides; high performance liquid chromatography (HPLC)

中图分类号: S513

文献标志码: A

文章编号: 1002-6630(2013)20-0121-06

doi:10.7506/spkx1002-6630-201320024

人参是五加科多年生草本植物, 是驰名于世的名贵药材。2012年卫生部批准人参(人工种植)为新资源食品, 为人参在食品中应用给予科学的支持与肯定。人参皂苷是人参所含的最为重要的一类生理活性物质, 其含量约占人参干质量的4%^[1]。现代药理学研究证明, 人参皂苷具有调节中枢神经系统和内分泌系统、改善心血管系统功能以及抗癌防癌等作用^[2-3]。目前传统的人参皂苷提取方法为溶剂回流法, 不仅消耗大量的溶剂和热能, 而且

萃取物因热变性及严重的有机溶剂污染而难以再利用, 带来严重的资源浪费及环境污染问题。超临界CO₂萃取技术具有萃取速率快、分离工艺简单、萃取温度低、保护热敏性物质、萃取物及萃取物均无有机溶剂污染等优点, 而且超临界萃取所用的溶剂CO₂具有无毒无味、不易燃、易于回收等优点^[4]。

目前, 超临界CO₂流体萃取技术在人参皂苷提取方面的应用报道较少, 存在萃取压力大、萃取时间长、提

收稿日期: 2013-01-05

基金项目: 国家“863”计划项目(2011AA100805); 吉林省教育厅科技研究项目(吉教科合字2013第53号)

作者简介: 樊红秀(1987—), 女, 硕士研究生, 研究方向为植物性功能成分提取与分离。E-mail: xcpyfzx@163.com

*通信作者: 王大为(1960—), 男, 教授, 博士, 研究方向为粮食、油脂与植物蛋白工程。E-mail: xcpyfzx@163.com

取率低等缺点,限制了超临界CO₂流体萃取技术的实际应用^[5]。针对此问题,本实验对人参皂苷的超临界CO₂萃取工艺进行研究,在单因素试验的基础上,采用正交试验法对超临界萃取工艺条件进行优化。并以人参中6种主要皂苷单体Rg1、Re、Rb1、Rc、Rb2、Rd作为质量控制指标,采用高效液相色谱(high performance liquid chromatography, HPLC)法检测皂苷单体,为安全、高效、简捷地提取人参皂苷提供参考。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

生晒参 吉林省长白山地区人工种植人参;人参皂苷Rg1、Re、Rb1、Rc、Rb2、Rd标准品 中国食品药品检定研究院;二氧化碳(CO₂含量为99.9%,食品级)长春氧气厂;甲醇(色谱纯) 山东禹王实业有限公司化工分公司;乙腈(色谱纯) 美国Fisher Scientific 公司。

1.2 仪器与设备

HA121-50-02超临界萃取装置 江苏南通华安超临界萃取有限公司;1200高效液相色谱仪(配有紫外检测器和Agilent Chemstation色谱工作站) 美国安捷伦科技有限公司;TV-1901双光束紫外-可见分光光度计 北京普析通用仪器有限责任公司;GB1302电子精密天平 梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司;WF-250B型万能粉碎机 中国上海蓝深制药机械有限公司。

1.3 方法

1.3.1 超临界CO₂萃取人参皂苷的单因素考察

称取100g过0.84mm(20目)孔径筛的干燥人参粉投入萃取罐中,同时加入100mL夹带剂,于室温条件下浸泡10~12h。参考Liu Chunming^[6]、张乐^[7]等方法,选择70%乙醇溶液为夹带剂,考虑到设备的承受能力,将萃取压力固定为30MPa,CO₂流速保持12L/h不变。分离釜I温度78℃、压力6.2MPa,分离釜II温度70℃、压力6.2MPa。分别对不同的萃取方式、萃取温度、萃取时间、萃取次数及夹带剂用量进行考察。

1.3.1.1 超临界萃取方式的影响

萃取温度45℃、萃取时间3h条件下,采用两种方式进行萃取,萃取次数为1次。方式I:预浸-静态萃取+动态萃取,原料加入夹带剂预浸后,在设定的萃取温度和压力条件下先静态萃取1h,而后动态萃取2h,动态萃取开始后通过夹带剂泵加入夹带剂,夹带剂总共消耗量为300mL。方式II:预浸-动态萃取,原料用夹带剂预浸后直接进行动态循环萃取,夹带剂通过夹带剂泵打入萃取釜中,其他条件不变。以人参皂苷Rg1、Re、Rb1、Rc、Rb2、Rd提取率之和为考察指标,研究不同萃取方式对人参皂苷提取率的影响。

1.3.1.2 萃取温度的影响

选择预浸-动态萃取方式,设定萃取时间3h,夹带剂用量300mL,萃取次数为1次。在萃取温度分别为40、45、50℃的条件下进行超临界萃取,其他条件不变。以人参皂苷Rg1、Re、Rb1、Rc、Rb2、Rd提取率之和为考察指标,研究萃取温度对人参皂苷提取率的影响。

1.3.1.3 夹带剂用量的影响

采用预浸-动态萃取方式,在萃取温度45℃、萃取时间3h、萃取次数为1次的条件下,分别选择200、300、400、500mL的夹带剂用量进行超临界萃取,其他条件不变。以人参皂苷Rg1、Re、Rb1、Rc、Rb2、Rd提取率之和为考察指标,研究夹带剂用量对人参皂苷提取率的影响。

1.3.1.4 萃取时间的影响

采用预浸-动态萃取方式,在萃取温度45℃、夹带剂用量300mL、萃取次数为1次的条件下,在萃取时间分别为1、2、3、4h的条件下进行超临界萃取,其他条件不变。以人参皂苷Rg1、Re、Rb1、Rc、Rb2、Rd提取率之和为考察指标,研究萃取时间对人参皂苷提取率的影响。

1.3.1.5 萃取次数的影响

采用预浸-动态萃取方式,在萃取温度45℃、每次夹带剂用量300mL、萃取时间3h的条件下进行超临界萃取,选择萃取次数为1、2、3次,每次均先用100mL夹带剂浸泡后,再置于萃取釜中进行萃取。其他条件不变,以人参皂苷Rg1、Re、Rb1、Rc、Rb2、Rd提取率之和为考察指标,研究萃取次数对人参皂苷提取率的影响。

1.3.2 超临界CO₂萃取条件的正交试验优化

为全面考察超临界CO₂萃取中各因素的影响,在单因素试验的基础上设计正交试验。称取人参原料100g,固定萃取压力30MPa、CO₂流速12L/h、夹带剂为70%乙醇溶液。以萃取温度、萃取时间、夹带剂用量和萃取次数为考察因素,以6种人参皂苷单体的提取率之和为考察指标,采用L₉(3⁴)正交试验进行优化,确定超临界CO₂萃取人参皂苷的最佳工艺条件,试验的各因素水平见表1。

表1 超临界CO₂萃取人参皂苷正交试验因素与水平
Table 1 Factors and levels for orthogonal array experimental design

水平	因素			
	A萃取温度/℃	B萃取时间/h	C夹带剂用量/mL	D萃取次数
1	40	2	200	1
2	45	3	300	2
3	50	4	400	3

1.3.3 人参皂苷单体的HPLC测定

1.3.3.1 色谱条件

以Agilent ZORBAXSB-C₁₈为填充柱,紫外检测器波长203nm,流速1mL/min,柱温30℃,理论板数不低于6000;以乙腈(A)-水(B)为流动相,梯度洗脱程序:0~5min,15%~17% A;5~10min,17%~19% A;10~26min,19%~23% A;26~37min,23%~30% A;

37~45min, 30%~36% A; 45~50min, 36%~45% A;
50~58min, 45%~65% A; 58~66min, 65%~88% A;
66~72min, 88%~100% A; 72~80min, 100% A。

1.3.3.2 对照品溶液的制备

精确称取一定量人参皂苷Rg1、Re、Rb1、Rc、Rb2、Rd标准品, 加入色谱纯甲醇溶解并定容, 制成人参皂苷Rg1、Re、Rb1、Rc、Rb2、Rd质量浓度分别为1.02、1.03、1.00、0.99、1.03、0.97mg/mL的单标溶液。分别吸取单标溶液167 μ L, 混合均匀, 配成混标溶液, 供绘制标准曲线用。

1.3.3.3 线性关系的考察

精密吸取人参皂苷混标溶液进样, 进样量分别为0.5、1、2、4、8、16 μ L, 采用上述色谱条件进行HPLC测定, 以进样量(μ g)为横坐标, 色谱峰面积为纵坐标绘制标准曲线, 线性回归方程如表2所示。

表2 人参皂苷单体的回归方程
Table 2 Regression equations with correlation coefficients of ginsenoside monomers

人参皂苷	回归方程	R^2	线性范围/ μ g
Rg1	$Y=454.66X+2.5938$	0.9998	0.085~2.720
Re	$Y=427X-0.4602$	1	0.086~2.752
Rb1	$Y=307.52X-2.6723$	0.9999	0.083~2.656
Rc	$Y=417.67X-9.0415$	0.9997	0.082~2.624
Rb2	$Y=325.21X-1.6106$	1	0.086~2.752
Rd	$Y=375.2X-2.1469$	1	0.081~2.592

1.3.3.4 样品测定

将人参皂苷萃取液旋转蒸发, 回收溶剂后, 残渣用甲醇定容至100mL, 取5mL溶液蒸干甲醇后, 用30mL水溶解残渣, 转移至分液漏斗中。用水饱和的正丁醇溶液萃取3次(30、30、30mL), 合并正丁醇相。经旋转蒸发除去正丁醇后, 残渣用甲醇溶解并定容至25mL, 得供试样品液。将供试样品液稀释6倍后过0.22 μ m滤膜, 进行HPLC分析。每次进样5 μ L, 重复3次, 记录色谱峰面积, 利用标准曲线计算上述6种人参皂苷单体的提取率, 采用SPSS软件对所得数据进行统计分析。

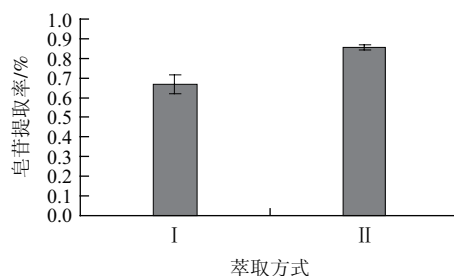
1.3.4 数据分析

每组实验在相同的条件下平行3次, 以降低实验操作过程所产生的误差, 数据均以“平均值 \pm 标准差”表示, 利用SPSS 16.0方差分析对组间和组内差异进行比较, $P<0.05$ 时为差异显著, $P<0.01$ 时为差异极显著。

2 结果与分析

2.1 超临界CO₂萃取人参皂苷单因素试验

2.1.1 萃取方式的影响



I. 预浸-静态萃取+动态萃取; II. 预浸-动态萃取。

图1 超临界萃取方式对人参皂苷提取率的影响

Fig.1 Effect of extraction methods on the yield of ginsenosides

由图1可以看出, 萃取方式为预浸-动态萃取时人参皂苷的提取率比预浸-静态萃取+动态萃取高, 预浸-动态萃取的提取率为(0.8557 \pm 0.0146)%, 而后的提取率仅为(0.6663 \pm 0.0482)%, 两者差异显著($P<0.05$)。这说明在预浸阶段, 乙醇溶液就能够对待萃取的基料起到较好的溶胀作用, 降低了超临界CO₂在固体介质微孔中的扩散阻力, 有利于溶质从固体基质上解离脱附溶解到超临界CO₂中, 使整个萃取过程的传质得到改善。并且在动态萃取阶段, 不断有新鲜的萃取剂与萃取物接触, 进一步提高了传质速度和萃取效率^[8]。因此预浸后直接进入动态萃取, 可缩短生产周期, 大幅度提高单位时间内的生产能力。

2.1.2 萃取温度的影响

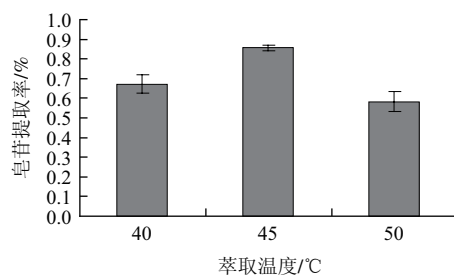


图2 萃取温度对人参皂苷提取率的影响

Fig.2 Effect of extraction temperature on the yield of ginsenosides

由图2可以看出, 当萃取压力30MPa、萃取时间3h, 萃取温度从40 $^{\circ}$ C升高到45 $^{\circ}$ C时人参皂苷提取率显著提高($P<0.05$), 这是由于温度升高引起的人参皂苷在超临界CO₂中溶解能力升高这一因素占主导地位; 而当温度从45 $^{\circ}$ C升高到50 $^{\circ}$ C时, 提取率显著降低($P<0.05$), 这是由于温度升高而引起的超临界CO₂密度降低这一不利因素占主导地位^[9]。经SPSS分析, 萃取温度为45 $^{\circ}$ C时皂苷提取率均显著大于40 $^{\circ}$ C和50 $^{\circ}$ C($P<0.05$), 故最佳萃取温度选择为45 $^{\circ}$ C。

2.1.3 夹带剂用量的影响

由图3可以看出, 夹带剂能大幅度增强超临界CO₂流体的溶解能力和选择性, 使极性大、相对分子质量大的

物质容易被萃取出来。当夹带剂用量小于300mL时，随着夹带剂增加，人参皂苷提取率均得到明显提高；而当夹带剂用量超过300mL时，随着夹带剂增加，人参皂苷提取率几乎不再升高，经SPSS软件分析，夹带剂用量为400mL和500mL时，人参皂苷提取率与夹带剂用量为300mL时的差异不显著($P>0.05$)。这说明夹带剂的加入量要适当，过少不能将人参皂苷完全萃出，过多会改变萃取性质，使萃取表现为主要在液态进行^[10]，同时导致产物和萃余物中有溶剂残留，从而失去了超临界CO₂萃取技术的优越性^[11]，因此选择最佳夹带剂用量为300mL。

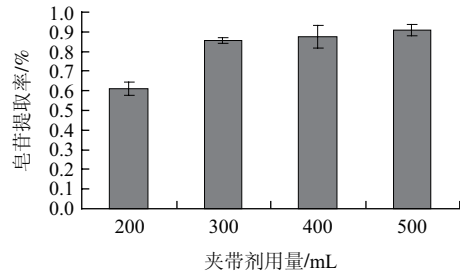


图3 夹带剂用量对人参皂苷提取率的影响

Fig.3 Effect of entrainer amount on the yield of ginsenosides

2.1.4 萃取时间的影响

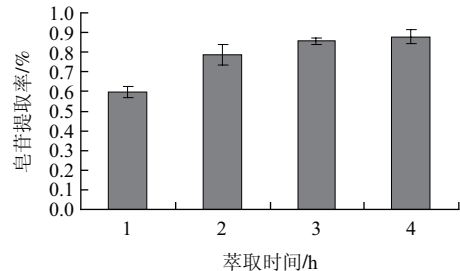


图4 萃取时间对人参皂苷提取率的影响

Fig.4 Effect of extraction time on the yield of ginsenosides

如图4所示，当夹带剂用量一定时，萃取时间在3h以前时人参皂苷提取率随萃取时间的延长而显著增加($P<0.05$)；当萃取时间超过3h时，萃取达到平衡阶段，萃取曲线几乎成为一条水平直线，此时继续延长萃取时间，也几乎无萃取物流出。经SPSS软件分析，萃取时间为4h时对应的皂苷提取率与萃取时间3h差异不显著($P>0.05$)。并且如果萃取时间太长，既浪费能源与人力，又会造成设备生产效率下降^[12]，故最佳萃取时间选择3h。

2.1.5 萃取次数的影响

由图5可以看出，2次萃取的人参皂苷提取率比1次萃取的提取率提高16.82%。尽管此时的萃取还没有达到完全，但再增加萃取次数，提取率几乎不再增大。当萃取到第3次时，人参皂苷提取率的增加量就已经很少，仅比2次萃取的提取率增加1.8%。实验表明，萃取次数为2次时皂苷提取率已达到最高，如果继续增加萃取次数，只

能使能耗和夹带剂使用量增加。因此从夹带剂处理量、成本等方面考虑应选择2次萃取为佳。

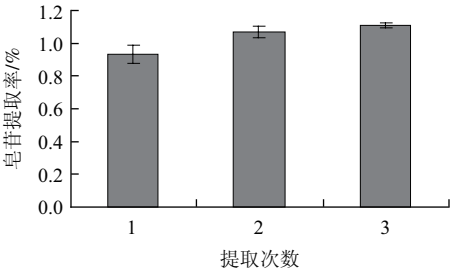


图5 萃取次数对人参皂苷提取率的影响

Fig.5 Effect of the number of repeated extractions on the yield of ginsenosides

2.2 正交试验结果

表3 L₉(3⁴)正交试验结果与极差分析

Table 3 Results of L ₉ (3 ⁴) orthogonal array design and range analysis					
水平	A	B	C	D	皂苷提取率/%
1	1	1	1	1	0.5732±0.0274
2	1	2	2	2	0.6952±0.0372
3	1	3	3	3	0.7729±0.0340
4	2	1	2	3	0.8092±0.0327
5	2	2	3	1	0.8815±0.0341
6	2	3	1	2	1.0401±0.0199
7	3	1	3	2	0.6403±0.0266
8	3	2	1	3	0.7207±0.0231
9	3	3	2	1	0.7943±0.0270
k ₁	0.6804	0.6742	0.7780	0.7497	
k ₂	0.9103	0.7658	0.7663	0.7918	最优组合A ₂ B ₃ C ₁ D ₂
k ₃	0.7184	0.8691	0.7649	0.7676	影响顺序A>B>D>C
R	0.2299	0.1949	0.0117	0.0421	

表4 正交试验方差分析结果

Table 4 Analysis of variance for the experimental result of orthogonal array design

变异来源	平方和	自由度	均方	F值	显著性
A	0.273	2	0.137	155.875	**
B	0.171	2	0.086	97.612	**
C	0.004	2	0.002	2.250	
D	0.008	2	0.004	4.607	*
误差	0.016	18	0.001		
总变异	16.626	27			

注：*，差异显著， $P<0.05$ ；**，差异极显著， $P<0.01$ 。下同。

根据表3中R值可以看出，各因素对超临界CO₂萃取人参皂苷提取率的影响程度依次为A>B>D>C，即萃取温度的影响最大，其次为萃取时间，再次为萃取次数，而夹带剂用量的影响最小。由表4的方差分析结果可知，萃取时间和萃取温度对人参皂苷提取率的影响达到极显著水平($P<0.01$)，萃取次数的影响较为显著($0.01<P<0.05$)，而夹带剂用量对人参皂苷提取率影响不显著($P>0.05$)，这一结果与极差分析结果一致。说明

皂苷提取率对温度的变化最敏感,当萃取温度为45℃时萃取率可达到最大;而在萃取温度和萃取压力一定的条件下,适当地延长萃取时间或增加萃取次数,可以显著提高人参皂苷提取率。

根据极差分析结果,确定超临界CO₂萃取人参皂苷的最佳理论条件为萃取温度45℃、每次萃取时间4h、每100g人参原料消耗夹带剂200mL、萃取次数为2次。按照最佳的提取条件进行3次验证实验,经HPLC法测得人参皂苷提取率为(1.1053±0.0491)%。Wood等^[13]分别以甲醇和DMSO做夹带剂,采用超临界法提取北美参皂苷,研究发现在48.3MPa、110℃条件下萃取,经HPLC法测得总皂苷收率可达7.18%。虽然提取率较高,但使用的萃取压力和萃取温度较高,对萃取装置的耐压、耐温、耐腐蚀性等的要求会更苛刻,同时110℃的高温会使热敏性的人参皂苷发生降解,并且所使用的夹带剂有毒,会给产品带来污染问题。Leal等^[14]在30MPa、50℃的条件下,采用超临界法萃取巴西参皂苷,经HPLC法测得总皂苷收率为0.21%,比本研究的萃取率低;Wang等^[15]研究了超临界法萃取人参须中皂苷的最佳工艺和条件,得出以乙醇为夹带剂,在萃取压力31.2MPa、萃取温度60℃条件下,经HPLC法测定总皂苷得率为0.1141%,也比本研究的萃取率低。通过与其他同类方法的研究结果比较,可以看出本研究不仅人参皂苷得率相对较高,并且使用的萃取压力和萃取温度大大降低,有效降低了能耗。

2.3 超临界CO₂萃取人参皂苷的HPLC分析

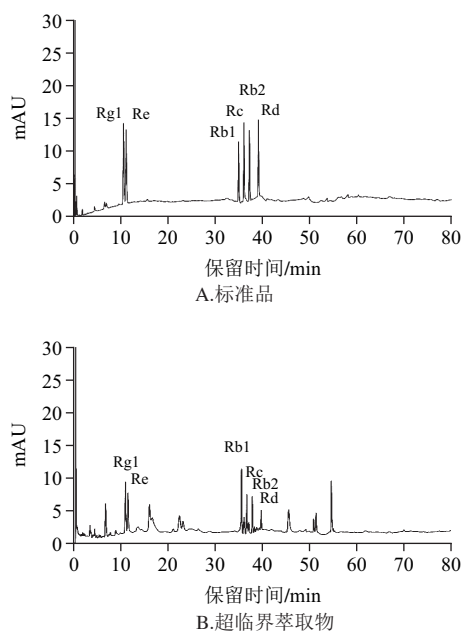


图6 混标及超临界萃取物中人参皂苷的HPLC色谱图

Fig.6 HPLC chromatograms of ginsenosides in mixed standards and supercritical fluid extracts

如图6所示,超临界萃取液检测出人参皂苷Rg1、Re、Rb1、Rc、Rb2、Rd,含量依次为(0.1862±0.0205)%、

(0.1710±0.0114)%、(0.3656±0.0306)%、(0.1408±0.0033)%、(0.1370±0.0121)%、(0.1047±0.0061)%。这6种皂苷是人参中含量最丰富的几种皂苷,占人参总皂苷70%以上,常作为评价人参质量和鉴别人参的标准^[16-17]。其中Rb1的提取率较高,其次为Rg1和Re,这三者提取率之和占总皂苷的65.4%。文献报道人参皂苷Rb1对提高记忆具有促进作用,还具有促进神经递质释放、增强第二信使活性等作用^[18];人参皂苷Rg1具有促进中枢神经兴奋、抗疲劳、改善记忆、促进DNA和RNA合成等作用;而人参皂苷Re具有抑制中枢神经、促进刺激肾皮质荷尔蒙分泌作用^[19]。这与Wang等^[15]的测定结果有所不同,Wang等^[15]报道超临界CO₂萃取液中Rd的含量最高,其次为Rb1和Re,而Rg1的含量最低。由图6还可以看出,除了6种常见的人参皂苷之外,在6.819、16.101、22.435、23.190、45.530、50.805、51.322min和54.551min处均出现了未知峰,这与Wang等^[15]的报道相似,其认为这些未知峰可能为酸性人参皂苷,即丙二酰基人参皂苷。丙二酰基人参皂苷对热不稳定,如果采用传统溶剂法提取,则萃取液中不会有这些皂苷,只有在提取温度较低的超临界CO₂萃取液中才会出现。

超临界CO₂萃取由于其萃取体系性质所限,对于极性大、分子质量大的极性成分的萃取率较低,需要添加夹带剂或在很高的压力下进行。但超临界CO₂萃取的最大优点是可以在接近常温的条件下提取分离,萃取液中保留了多种具有生理活性的人参皂苷成分,无有机溶剂残留,流程简单,操作方便^[20-21],萃取物既没有溶剂残留又没有受到长时间加热而变性,仍可作为提取人参蛋白、活性多糖以及高品质膳食纤维的良好原料。因此超临界萃取技术作为一种新型高效绿色分离技术,在人参皂苷工业化提取方面具有广阔的应用前景。

3 结论

本研究以6种主要人参皂苷Rg1、Re、Rb1、Rc、Rb2和Rd的提取率之和为指标,采用单因素试验考察超临界萃取方式、萃取温度、萃取时间、夹带剂用量和萃取次数对人参皂苷提取率的影响,采用正交试验对工艺进行优化,确定了人参皂苷超临界萃取的最佳条件。结果表明,以100g人参粉为原料,以70%乙醇为夹带剂,采用预浸-动态萃取法,在萃取压力30MPa、萃取温度45℃、夹带剂用量200mL、萃取时间4h、萃取次数为2次时,萃取率最高为(1.1053±0.0491)%。利用HPLC法分析其萃取产物,测得人参皂苷Rg1、Re、Rb1、Rc、Rb2、Rd提取率分别为(0.1862±0.0205)%、(0.1710±0.0114)%、(0.3656±0.0306)%、(0.1408±0.0033)%、

(0.1370 ± 0.0121)%、(0.1047 ± 0.0061)%。与其他同类方法相比,本研究的提取率相对较高,对设备的耐压、耐高温性等要求不苛刻,降低了能耗,在实际操作中更具有可行性。

由于人参皂苷具有较大的极性,在超临界 CO_2 中的溶解度较低,即使加入夹带剂,与报道的传统有机溶剂法提取法相比,提取率较低,但其分离工艺简单、可保护热敏性物质不受破坏、萃取物无溶剂污染等优势,是其他方法所不能比拟的,如果能进一步优化提取工艺,将具有的巨大的工业化应用前景。

参考文献:

- [1] SHI Wei, WANG Yutang, LI Juan, et al. Investigation of ginsenosides in different parts and ages of *Panax ginseng*[J]. Food Chemistry, 2007, 102: 664-668.
- [2] 葛英亮, 王继伟, 高旸. 参杞滋补饮料的研制[J]. 食品科学, 2008, 29(11): 727-729.
- [3] 张晶, 王秀全, 王德清, 等. 超微粉碎对人参中皂苷测定量的影响[J]. 食品科学, 2009, 30(18): 96-98.
- [4] 刘同举, 闵江, 李淑芬. 超临界 CO_2 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.
- [5] LI Chao, WANG Weidong, ZHENG Yi, et al. Supercritical CO_2 reverse microemulsion extraction of ginsenosides from *Panax ginseng*[J]. Food Science, 2009, 30(14): 41-46.
- [6] LIU Chunming, ZHAO Xueliang, LI Hongmei, et al. Supercritical fluid extraction of saponins from ginseng[J]. Chemical Research of Chinese Universities, 2005, 21(6): 757-760.
- [7] 张乐, 宋凤瑞, 王琦. 人参中稀有皂苷超临界二氧化碳提取[J]. 应用化学, 2010, 27(12): 1483-1485.
- [8] 李红茹. 超临界流体在中药雷公藤制剂中的应用及其溶解度的理论研究[D]. 天津: 天津大学, 2008.
- [9] 程建, 申文忠, 刘以红. 天然产物超临界 CO_2 萃取[M]. 北京: 中国石化出版社, 2009: 33-36.
- [10] 曹文豪. 超临界 CO_2 萃取黄姜中薯蓣皂素的工艺研究[D]. 郑州: 郑州大学, 2006.
- [11] 唐韶坤. 超临界二氧化碳萃取葡萄籽中食用及药用成分的工艺和模型研究[D]. 天津: 天津大学, 2003.
- [12] 韩志慧. 山茱萸有效成分的提取及相关基础研究[D]. 郑州: 郑州大学, 2007.
- [13] WOOD J A, BERNARDS M A, WAN W K, et al. Extraction of ginsenosides from North American ginseng using modified supercritical carbon dioxide[J]. The Journal of Supercritical Fluids, 2006, 39: 40-47.
- [14] LEAL P F, KFOURI M B, ALEXANDRE F C, et al. Brazilian ginseng extraction via LPSE and SFE: global yields, extraction kinetics, chemical composition and antioxidant activity[J]. The Journal of Supercritical Fluids, 2010, 54: 38-45.
- [15] WANG H C, CHEN C R, CHANG C J. Carbon dioxide extraction of ginseng root hair oil and ginsenosides[J]. Food Chemistry, 2001, 72: 505-509.
- [16] 王玉堂. 人参中人参皂苷的提取分离和测定[D]. 长春: 吉林大学, 2008.
- [17] 邵玉钢, 郝建勋, 臧埔, 等. 高效液相色谱法测定农田人参中9种人参皂苷单体含量[J]. 食品科学, 2012, 33(2): 189-193.
- [18] 杨勤, 陈云波, 闫福曼, 等. 人参皂苷Rb1对阿尔茨海默病模型细胞大电导钙激活钾通道变化机制的影响[J]. 广州中医药大学学报, 2010, 27(6): 599-605.
- [19] 石威. 不同生长期人参中化学成分及农药残留的研究[D]. 长春: 吉林大学, 2007.
- [20] 魏永春, 张卫, 李冲. 皂苷的提取与纯化工艺研究进展[J]. 广东化工, 2008, 35(1): 58-61.
- [21] SHU Xiaoshun, GAO Zhonghong, YANG Xiangliang. Supercritical fluid extraction of saponins from tubers of *Smilax china*[J]. Fitoterapia, 2004, 75: 656-661.