

# 低温连续相变萃取艾叶油及其成分分析

刘思莞, 高向阳\*

(华南农业大学食品学院, 广东广州 510641)

**摘要:** 该研究利用自主研发低温连续相变萃取技术制备艾叶油, 以得油率为指标, 在单因素试验基础上利用响应面实验优化萃取技术参数, 得到最佳提取工艺参数为: 萃取时间 73 min, 萃取压力 0.45 MPa, 萃取温度 50 °C, 在此条件下艾叶油的提取率为 4.65%, 比传统超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法、水蒸汽蒸馏法分别高 3.98%、3.87%。此外, 通过气相-质谱联用仪和近红外光谱分析了三种方法提取艾叶挥发油的主要化学成分及品质差异。结果表明, 不同提取方法得到的艾叶挥发油化学成份差异明显, 低温连续相变萃取艾叶油样品中初步鉴定出 32 个化合物, 以挥发性萜类化合物和长链酯类化合物为主; 而超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法以长链酯类、烷烃类化合物为主, 水蒸汽蒸馏法以低沸点的挥发性萜类化合物为主, 且三者都含有樟脑、石竹烯、棕榈酸、叶绿醇、亚麻酸等主要成分。综合感官评价表明, 低温连续相变萃取艾叶油得率高、品质好、香味浓厚, 且特征活性成分含量较高, 适宜工业化大规模生产。

**关键词:** 艾叶油; 低温连续相变萃取法; 超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法; GC-MS

文章编号: 1673-9078(2024)12-331-338

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2024.12.0995

## Low-Temperature Continuous Phase Transition Extraction of *Artemisia argyi* Levi. et Vant. Oil and Its Composition Analysis

LIU Siwan, GAO Xiangyang\*

(College of Food Sciences, South China University of Agriculture, Guangzhou 510641, China)

**Abstract:** A method was developed for extracting volatile oil from *Artemisia argyi* using low-temperature continuous phase transition extraction. Based on single-factor experiments, optimal extraction conditions were determined using response surface methodology to achieve the maximum yield as follows: extraction time of 73 min, extraction pressure of 0.45 MPa, and extraction temperature of 50 °C. Under these conditions, the oil yield reached 4.65%, 3.98% and 3.87% higher than that observed using traditional supercritical CO<sub>2</sub> extraction and steam distillation, respectively. The oil extracted using the proposed method was compared with that from the two traditional extraction methods using gas chromatography-mass spectrometry and infrared spectroscopy to detect major chemical composition and quality differences. The results revealed significant differences in the chemical compositions of *A. argyi* volatile oils obtained using different extraction methods. Thirty-two compounds were identified in the product of low-temperature continuous phase transition extraction, and the oil was mainly composed of volatile terpenoids and long-chain esters. Long-chain esters and alkanes were the major constituents of the oil obtained using supercritical CO<sub>2</sub> extraction. Finally, the major components in the oil extracted via steam distillation were

引文格式:

刘思莞,高向阳.低温连续相变萃取艾叶油及其成分分析[J].现代食品科技,2024,40(12):331-338.

LIU Siwan, GAO Xiangyang. Low-temperature continuous phase transition extraction of *Artemisia argyi* Levi. et Vant. oil and its composition analysis [J]. Modern Food Science and Technology, 2024, 40(12): 331-338.

收稿日期: 2024-07-12

基金项目: 广州市科技计划项目(202103000078); 广东省植物资源生物炼制重点实验室开放基金(2021GDKLPRB02)

作者简介: 刘思莞(1991-), 男, 硕士研究生, 研究方向: 天然产物化学, E-mail: 496048010@qq.com

通讯作者: 高向阳(1966-), 女, 博士, 教授, 研究方向: 功能与发酵食品化学, E-mail: gaoxiangyang@scau.edu.cn

volatile terpenoids with low boiling points. All three oil products contained camphor, caryophyllene, palmitic acid, phytol, and linolenic acid. Sensory evaluation results revealed that the oil extracted via continuous phase transition had a high yield, good quality, strong fragrance, and high contents of active compounds, making it suitable for large-scale industrial production.

**Key words:** *Artemisia argyi* oil; low-temperature continuous phase transition extraction; supercritical CO<sub>2</sub> extraction; gas chromatography-mass spectrometry

艾叶, 为菊科植物艾 (*Artemisia argyi* Levi. et Vant.) 的干燥叶<sup>[1]</sup>, 全国大部分地区均产, 不少学者通过大量药理研究证明艾叶具有广泛的抗菌抗病毒、抗肿瘤、平喘镇咳祛痰等作用<sup>[2-6]</sup>。艾叶含挥发油, 具有浓烈香气, 常作为一种香料植物添加到食品中。

传统艾叶油的提取方法主要有水蒸气蒸馏法、溶剂提取法、超临界流体萃取法等<sup>[7-10]</sup>, 水蒸气蒸馏法由于其设备成本低, 操作简便, 广泛应用于各种精油的工业化生产中, 但其提取过程中的高温往往会造成部分热敏成分的降解, 导致精油品质的下降, 且提取效率低; 溶剂提取法中有机溶剂残留使产品的安全性大大降低; 超临界提取法是近年来推广较为广泛的方法之一, 其萃取工艺简单, 条件温和, 无溶剂残留。Sodeifian等<sup>[11]</sup>通过对超临界 CO<sub>2</sub> 技术的优化, 开发了一种高效萃取桂花、茉莉花精油的技术; 但其对设备耐压要求较高 (压力 15~25 MPa), 生产能力有限, 无法形成工业化大规模生产。该研究采用自主研发的低温连续相变萃取技术高效萃取艾叶油, 萃取剂在低于其临界温度且压力低于临界压力条件下以流体形式对物料进行充分萃取, 经减压蒸发气化分离得到产品, 而气化萃取溶剂经压缩变成液体后又重新回到系统中实现连续逆流萃取<sup>[12]</sup>。整个萃取过程过程对设备要求较低, 萃取条件温和, 得率高, 产品的品质较好, 且较超临界萃取一次性设备投入少, 具有较好的规模化生产前景。

该文采用低温连续相变萃取技术萃取艾叶油, 并通过单因素实验和响应面实验优化萃取工艺, 分析了影响萃取的主要因素。并应用气相色谱-质谱 (GC-MS) 分析技术比较了水蒸馏萃取技术、低温连续相变萃取、超临界 CO<sub>2</sub> 萃取技术萃取艾叶油中主要化学成分的差异, 综合评价其感官特性, 为更好地利用开发我国野生植物资源及低温连续相变技术在植物油脂萃取工业上的应用提供理论依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与设备

艾叶 (广东梅州产“艾叶”), 市售; SFT-100 型超临界 CO<sub>2</sub> 萃取装置, 华南农业大学天然活性物研究中心自主研发; GC-MS, Agilent 公司; Spectrum100 傅立叶变换红外光谱仪, PerkinElmer 公司; AL104 电子天平, 广州市中量仪器有限责任公司; DHG9070 鼓风干燥箱, 广州文新仪器有限公司; 119 型中药粉碎机, 广州奥力中药机械有限公司。

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 水蒸馏提取

取粉碎后的艾叶 100 g, 精密称定, 置于圆底烧瓶中, 加蒸馏水, 按照 2010 年版《中国药典》“挥发油测定法”中甲法提取挥发油, 得到蓝绿色、浓厚艾叶香气的油状液体。

#### 1.2.2 超临界 CO<sub>2</sub> 萃取

取粉碎后的艾叶 1 kg, 装入超临界 CO<sub>2</sub> 萃取釜中; 设定萃取釜温度为 35 °C; 待萃取釜、分离釜和冷机储罐分别达到设定温度时, 通入 CO<sub>2</sub> 到萃取釜和分离釜中, 调节阀门, 控制萃取釜压力达到 18 MPa, 调节萃取器出口阀, 使 CO<sub>2</sub> 流量稳定在 20 kg/h; 开始循环萃取, 120 min 后停止萃取, 并收集产物。

艾叶挥发油得率计算公式:

$$P = \frac{m}{M} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

$P$ ——艾叶油得率, %;

$m$ ——艾叶油质量, g;

$M$ ——干燥艾叶质量, g。

#### 1.2.3 艾叶挥发油中脂肪酸组成分析

色谱柱为 DB-5 石英毛细柱 (30 m×0.25 mm,

0.25 μm)；载气为氦气；进样口温度 250 °C；升温程序：50 °C 保持 3 min，以 4 °C /min 升至 250 °C，保持 5 min；载气 (He) 流量 1.2 mL/min，进样量 1 μL；分流比：10:1。质谱条件：电子轰击 (EI) 离子源；电子能量 70 eV；传输线温度 275 °C；离子源温度 200 °C；全扫描模式；质量范围 50~500 u，溶剂延迟 5 min。

### 1.2.4 红外光谱测定方法

取溴化钾适量，置玛瑙乳钵中研细，用 5 Ton 的压力压成厚度约 2 mm 的空白透明薄片，对空白片进行背景扫描后，将约 50 μL 样品挥发油滴于空白片上使形成均匀薄层，测定其红外光谱。仪器条件为：实验温度：25~31 °C；湿度：50%~60%；光谱范围为 4 000~450 cm<sup>-1</sup>。

### 1.2.5 数据处理

每个样品做 3 次重复实验，所得数据用 SPSS V17.0 软件处理正交实验的极差分析和方差分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 单因素实验

通过单因素试验，由以上结果可以看出，萃取温度对艾叶油得率有显著影响 ( $P < 0.05$ )，当温度为 45 °C 时达最高得率 4.62%，随着萃取温度持续升高，丁烷在萃取釜中部分气化，萃取过程中传质推动力减小，萃取效率逐渐降低；由图 2 可知，萃取压力从 0.3~0.4 MPa 时，艾叶油得率与萃取压力呈正相关，并于 0.4 MPa 时达到峰值，为 4.58%。随着萃取压力不断增大，萃取釜中物料堆密度相应增大，萃取溶剂流速得到抑制，萃取效率显著下降 ( $P < 0.05$ )。从图 3 可以知，随着萃取时间延长，艾叶油得率显著增加 ( $P < 0.05$ )，当萃取 90 min 后增幅趋缓，此时萃取物在低温连续相变流体中达到溶解平衡。

### 2.2 低温连续相变萃取工艺优化

在低温连续相变工艺单因素试验基础上，选取萃取温度、萃取时间和萃取压力等主要因素为响应变量，以艾叶油得率为响应值研究各自变量对艾叶油得率的影响，试验因素水平表如表 1 所示。

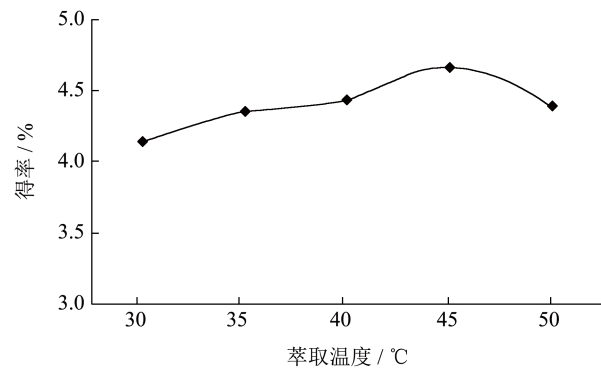


图 1 萃取温度对低温连续相变萃取艾叶油得率的影响  
Fig.1 Effect of temperature on yield of *Artemisia argyi* oil

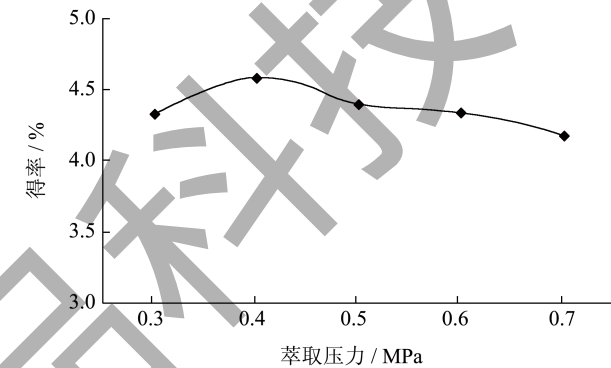


图 2 萃取压力对低温连续相变萃取艾叶油得率的影响  
Fig.2 Effect of pressure on yield of *Artemisia argyi* oil

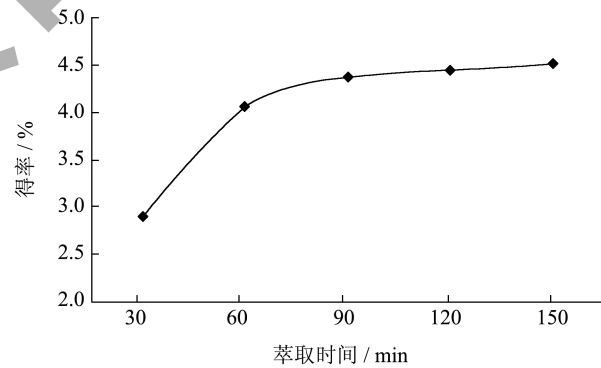


图 3 萃取时间对低温连续相变萃取艾叶油得率的影响  
Fig.3 Effect of time on yield of *Artemisia argyi* oil

表 1 试验因素水平及编码

编码	X <sub>1</sub> /°C	X <sub>2</sub> /min	X <sub>3</sub> /MPa
-1	45	50	0.4
0	50	70	0.5
+1	55	90	0.6

表 2 Box-Behnken试验设计表及结果

Table 2 Box-Behnken design matrix and experimental results

序号	X <sub>1</sub> /°C	X <sub>2</sub> /min	X <sub>3</sub> /MPa	Y/%
1	-1	1	0	4.16 ± 0.03
2	1	-1	0	4.35 ± 0.04
3	1	1	0	4.34 ± 0.07
4	-1	1	0	4.32 ± 0.02
5	1	0	-1	4.32 ± 0.12
6	-1	0	-1	4.41 ± 0.07
7	1	0	1	4.17 ± 0.04
8	-1	0	1	4.06 ± 0.05
9	0	-1	-1	4.51 ± 0.07
10	0	1	-1	4.55 ± 0.05
11	0	-1	1	4.22 ± 0.03
12	0	1	1	4.37 ± 0.02
13	0	0	0	4.64 ± 0.06
14	0	0	0	4.62 ± 0.01
15	0	0	0	4.57 ± 0.10
16	0	0	0	4.65 ± 0.09
17	0	0	0	4.61 ± 0.04

表 3 回归方程方差分析

Table 3 Analysis of variance for fitted quadratic polynomial model

变异来源	自由度 df	平方和 SS	均方 MS	F值	P值
模型	9	0.55	0.062	41.82	<0.000 1
x <sub>1</sub>	1	0.002 8	0.002 8	1.91	0.209 4
X <sub>2</sub>	1	0.014	0.014	9.82	0.016 5
X <sub>3</sub>	1	0.012	0.012	79.89	<0.000 1
X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>	1	0.011	0.011	7.49	0.029 1
X <sub>1</sub> X <sub>3</sub>	1	0.010	0.010	6.79	0.035 1
X <sub>2</sub> X <sub>3</sub>	1	0.003	0.003	2.05	0.194 8
X <sub>12</sub>	1	0.27	0.27	180.19	<0.000 1
X <sub>22</sub>	1	0.026	0.026	17.62	0.004 0
X <sub>32</sub>	1	0.072	0.072	49.08	0.000 2
残差	7	0.010	0.001 472		
失拟项	3	0.004 825	0.001 608	1.17	0.424 1
纯误差	4	0.005 48	0.001 37		
总变异	16	0.56			

根据回归分析结果作出相应的响应面图和等高线图, 结果如图 4。

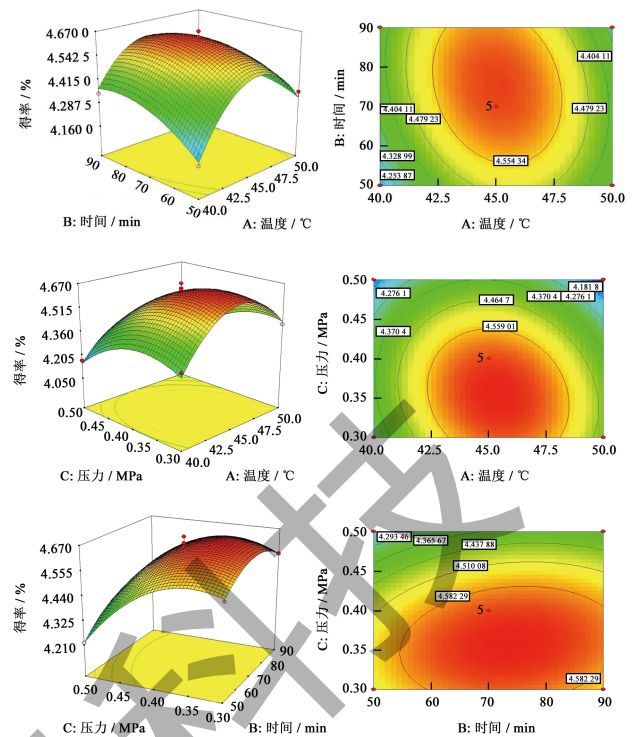


图 4 各因素交互作用对艾叶油提取率影响的响应面  
Fig.4 Response surface showing the effects of synthesis conditions on the oil extraction rate

利用 Design Expert 统计软件对表 2 试验数据进行回归拟合, 得出艾叶油得率 Y 对萃取温度 X<sub>1</sub>、萃取时间 X<sub>2</sub>、萃取压力 X<sub>3</sub> 三个自变量的二次多项回归模型为:

$$Y=4.62+0.019X_1+0.042X_2-0.12X_3-0.052X_1X_2-0.050X_1X_3+0.028X_2X_3-0.25X_1^2-0.078X_2^2-0.13X_3^2$$

艾叶油得率二次回归方程方差分析结果见表 3, 结果表明, 回归模型具有极显著性 ( $P < 0.000 1$ ), 模型失拟项  $P > 0.05$ , 差异不显著, 表明二次回归方程与真实试验接近程度较高, 能较好地解释响应结果并预测最佳提取工艺条件。3 个因素在试验过程中, 对艾叶油得率的影响顺序为萃取压力 > 萃取时间 > 萃取温度。根据所得到的模型, 应用 Design Expert 软件可以预测在稳定状态下的最优工艺条件是萃取温度 50.32 °C, 萃取时间 73.35 min, 萃取压力为 0.45 MPa。为检验预测结果是否与真实情况相一致, 根据模型预测的最佳工艺条件进行近似试验, 考虑到实际操作的便利, 将最佳工艺条件修正为萃取温度 50 °C, 萃取时间 73 min, 萃取压力 0.45 MPa。提取率平均值为 4.65%, 与预测值基本一致。



### 2.3 艾叶挥发油的得率对比分析

在响应面实验设计所得的最优提取工艺参数条件下,取干燥艾叶 1 kg 进行 20 L 釜低温连续相变提取艾叶油验证试验,测得艾叶油的得率为 4.65%。同时,取等量艾叶分别进行水蒸汽蒸馏萃取和超临界 CO<sub>2</sub> 萃取。结果表明,低温连续相变提取艾叶油得率明显高于传统水蒸汽蒸馏法(艾叶油得率 0.63%)和超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法(艾叶油得率 0.78%),也高于何正有等<sup>[13]</sup>采用的石油醚提取法(艾叶油得率 2.08%)和武露等<sup>[14]</sup>采用的微波辅助提取法(艾叶油得率 0.45%)。此外,相较于传统方法存在的萃取后溶剂与萃取物分离困难、萃取溶剂循环利用难等问题,采用低温连续相变萃取艾叶油具有萃取得率高、萃取时间短、溶剂可循环使用等优点,适宜工业化大规模生产。

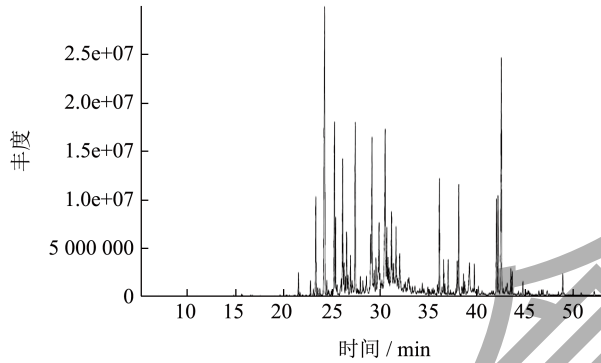


图 5 水蒸汽蒸馏法提取艾叶挥发油气相色谱-质谱分析图

Fig.5 Analytical results of the essential oil extracted by hydro-distillation

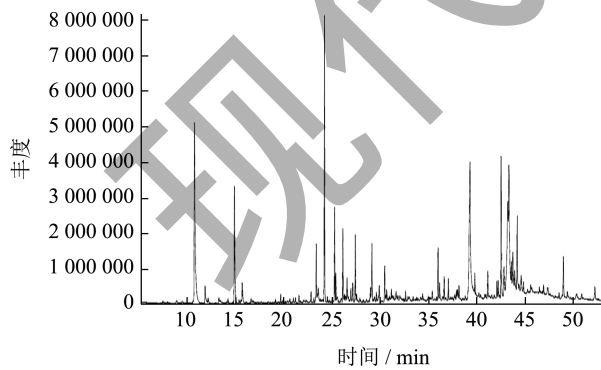


图 6 低温连续相变萃取艾叶挥发油气相色谱-质谱分析图

Fig.6 Analytical results of the essential oil extracted by low temperature continuous phase transition extraction

### 2.4 不同方法提取艾叶挥发油主要成分分析

用面积归一法计算各组分相对百分含量,三种

艾叶油样品的气相色谱-质谱分析如图 5~7 所示,化学成分分析结果见表 3。其中,水蒸汽蒸馏法提取的艾叶油样品中初步鉴定出 41 个化合物,占艾叶油总提取物的 90.2%,含量大于 3% 的化合物有石竹烯(11.50%)、亚麻酸(8.99%)、氧化石竹烯(5.11%)、 $\beta$ -倍半水芹烯(5.82%)等。低温连续相变萃取法提取的艾叶油样品初步鉴定出 32 个化合物,占总提取物的 87.47%,主要成分包括沸点相对较低的挥发性萜烯类,也包括一些高沸点长链酯类化合物;含量大于 3% 的化合物主要有棕榈酸(12.05%)、D-柠檬烯(11.90%)、石竹烯(8.90%)、亚油酸(7.98%)、樟脑(5.38%)、亚麻酸(5.56%)、叶绿醇(5.35%)等。而从超临界 CO<sub>2</sub> 萃取的艾叶油样品中初步鉴定了 28 个化合物,占艾叶油总提取物 67.2%,主要成分集中在 37~47 min 沸点相对较高的时间段;含量大于 3% 的化合物有棕榈酸(17.64%)、亚麻酸(11.01%)、石竹烯(4.16%)、亚麻酸甲酯(3.20%)。

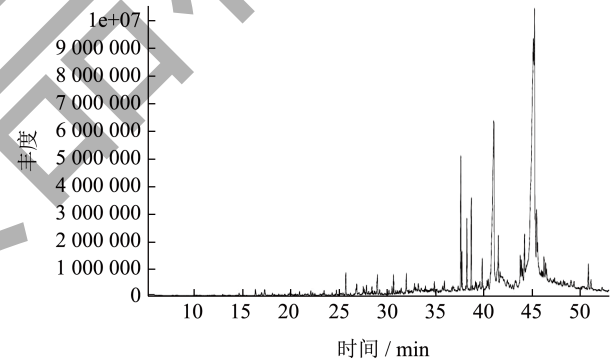


图 7 超临界 CO<sub>2</sub> 萃取艾叶挥发油气相色谱-质谱分析图

Fig.7 Analytical results of the essential oil extracted by super-critical CO<sub>2</sub>

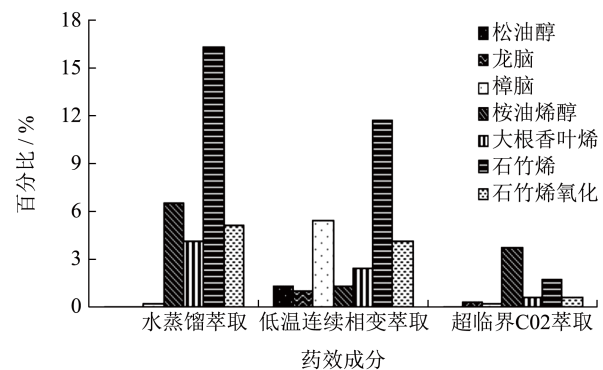


图 8 不同方法提取艾叶油中主要药效成分含量

Fig.8 Comparison of the content of active ingredients extracted from *Artemisia argyi* oil by different methods

表 4 艾叶挥发油成分分析

Table 4 Compositions of essential oils isolated from Folium

编号	保留时间/min	化合物名称	英文名称	分子式	分子量	R1/%	R2/%	R3/%
1	10.728	D- 柠檬烯	D-Limonene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	136	—	11.90	—
2	11.741	萜品烯	g-Terpinene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	136	—	0.94	0.29
3	14.185	2,4- 二甲基苯乙烯	2,4-Dimethylstyrene	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub>	132	—	—	—
4	14.572	沉香醇	Linalool	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	154	—	—	—
5	16.736	樟脑	(1r,4r)-(+)-campho	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	152	0.22	5.38	0.21
6	17.051	龙脑、冰片	Borneol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	154	—	1.02	—
7	17.626	4- 萜烯醇	Terpinen-4-ol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	154	—	1.32	—
8	18.259	十二烷	Dodecane	C <sub>12</sub> H <sub>26</sub>	170	—	—	0.14
9	20.575	2- 苯基巴豆醛	2-Phenylcrotonaldehyde	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> O	146	—	—	0.30
10	21.504	4- 萜烯	4-carene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	136	0.6	—	—
11	22.751	$\alpha$ - 蒎烯	Copaene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.36	0.61	—
12	23.311	榄香烯	b-Elemene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	2.50	1.96	0.63
13	23.405	丁香油酚	Eugenol	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub>	164	—	—	—
14	23.902	香附子烯	Cyperene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	—	0.53	—
15	24.234	石竹烯	Caryophyllene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	11.50	8.90	4.16
16	25.070	十四烷	Tetradecane	C <sub>14</sub> H <sub>30</sub>	198	—	—	2.17
17	25.251	$\alpha$ - 石竹烯	alpha.-Caryophyllene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	4.80	2.79	0.32
18	25.355	金合欢烯	Decatriene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	1.77	0.75	—
19	25.505	表双环倍半水芹烯	bicyclosesquiphellandrene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.23	—	0.28
20	25.864	B- 萜澄茄烯	b-Cadinene(6Cl,7Cl)	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.2	—	—
21	26.097	右旋大根香叶烯	germacrene-D	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	4.07	2.35	—
22	26.393	桉叶烯	g-Selinene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.44	0.61	—
23	26.504	alpha- 柏木烯	alpha-Cedrene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	1.91	—	—
24	26.651	杜松烯	d-cadinene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.46	—	—
25	26.912	香茅烯	a-Farnesene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	1.00	1.35	—
26	27.072	2,4- 二叔丁基苯酚	2,4-Di-tert-butylphenol	C <sub>14</sub> H <sub>22</sub> O	206	—	0.68	—
27	27.406	$\beta$ - 倍半水芹烯	$\beta$ -sesquiphellandrene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	5.82	0.27	—
28	27.925	$\alpha$ - 二氢葛蒲烯	alpha.-Calacorene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.43	—	—
29	28.600	橙花油醇	peruviol	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	222	0.56	—	—
30	28.942	二氢猕猴桃内酯	Dihydroactindiolide	C <sub>11</sub> H <sub>16</sub> O <sub>2</sub>	180	—	—	0.58
31	29.001	匙桉醇	espatulenol	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	220	1.71	0.33	0.26
32	29.144	氧化石竹烯	Caryophyllene oxide	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	220	5.11	4.14	0.57
33	29.370	古芸烯	a-Gurjunene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.69	0.89	—
34	29.861	环氧化蛇麻烯 II	Humulene oxide II	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	1.68	—	—
35	29.948	异香橙烯环氧化物	Isoaromadendrene epoxide	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	220	0.49	—	—
36	30.387	桉油烯醇	(-)-Spathulenol	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	220	6.54	1.25	0.45
37	30.669	紫罗兰酮	undecanone	C <sub>13</sub> H <sub>26</sub> O	198	1.56	—	—
38	30.798	T- 一依兰油醇	T-Muurolol	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	222	0.83	—	—
39	31.163	(+)- 香橙烯	(+)-Aromadendrene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	2.04	—	—

续表 4

编号	保留时间/min	化合物名称	英文名称	分子式	分子量	R1/%	R2/%	R3/%
40	31.233	白千层烯	viridiflorene	C <sub>16</sub> H <sub>34</sub>	216	0.43	—	—
41	32.956	7R,8R-8-羟基-4-亚丙基-7-甲基二环十二烯	7R,8R-8-Hydroxy-4-isopropylidene-7-methylbicyclo[5.3.1]undec-1-ene	C <sub>16</sub> H <sub>34</sub>	216	0.53	—	—
42	36.142	植酮	2-Pentadecanone,6,10,14-trimethyl-	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O	268	2.98	0.65	1.10
43	37.041	氧化紫苏醇	Sclareoloxide	C <sub>20</sub> H <sub>40</sub> O	296	0.93	—	—
44	38.145	棕榈酸甲酯	Methyl hexadecanoate	C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	270	—	1.03	0.87
45	38.636	异植醇	isophytol	C <sub>20</sub> H <sub>40</sub> O	296	0.46	—	0.22
46	39.255	棕榈酸	Hexadecanoic acid	C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	246	1.68	12.05	17.64
47	39.739	亚油酸	Linoleic acid	C <sub>18</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	270	—	7.98	—
48	39.757	棕榈酸乙酯	Ethylhexadecanoate	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	274	0.58	—	1.94
49	41.675	二十烷	Eicosane	C <sub>20</sub> H <sub>42</sub>	282	—	—	0.42
50	42.069	亚油酸甲酯	Methyl linoleate	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	294	2.50	1.18	2.33
51	42.218	亚麻酸甲酯	Methyl linolenate	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	294	2.46	0.59	0.67
52	42.570	叶绿醇	Phytol	C <sub>20</sub> H <sub>40</sub> O	296	9.42	5.35	0.54
53	43.176	棕榈酸异丁酯	Isopropyl palmitate	C <sub>20</sub> H <sub>40</sub> O <sub>2</sub>	312	0.41	—	—
54	43.291	亚麻酸	(Z,Z,Z)-9,12,15-Octadecatrienoic acid	C <sub>18</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub>	268	8.99	5.56	11.01
55	43.549	亚油酸乙酯	Linoleic acid ethyl ester	C <sub>20</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	308	0.60	1.38	1.74
56	43.772	十八碳二烯酸甲酯	Methyl octadecadienoate	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	294	—	—	1.27
57	43.691	十八碳三烯酸甲酯	Methyl 9,12,15-octadecatrienoate	C <sub>19</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	292	0.53	0.23	3.20
58	43.695	十六碳三烯酸甲酯	Methyl 7,10,13-hexadecatrienoate	C <sub>17</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub>	264	—	2.22	—
59	44.008	二十一烷	Heneicosane	C <sub>21</sub> H <sub>44</sub>	296	—	—	0.40
60	45.568	硬脂酸	Octadecanoic acid	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	274	—	1.28	—
61	46.407	1-十九烯	1-Nonadecene	C <sub>19</sub> H <sub>38</sub>	266	—	—	0.59
62	52.215	邻苯二甲酸单酯	2-ethylhexyl hydrogen phthalate	C <sub>16</sub> H <sub>22</sub> O <sub>4</sub>	278	0.18	—	—

注: R 为相对百分含量, 其中 R<sub>1</sub> 为水蒸汽蒸馏法, R<sub>2</sub> 为低温连续相变提取法, R<sub>3</sub> 为超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法。

从表 4 可以看出, 不同提取方法得到的艾叶挥发油化学成份差异明显, 但樟脑、石竹烯、棕榈酸、叶绿醇、亚麻酸这几种主要成分是共有的。从图 6 可以看出, 低温连续相变萃取法由于其萃取溶剂两相变化时的强穿透性, 萃取的挥发油成份较多, 主要是烯萜类、酯类、酸类、醇类、醛酮类等风味物质成分。从图 8 可以看出, 超临界 CO<sub>2</sub> 流体因其选择性高, 得到的提取物成份较少, 主要是脂肪酸类物质, 含量较高, 是由于其具有良好的溶解性和扩散性, 对一些主要成份萃取的较为完全。由图 8 可见, 具有消炎抗菌、祛痰平喘等作用的桉油烯醇在水蒸

馏提取艾叶油中含量为 6.54%, 含量最高; 具有杀菌作用的樟脑在低温连续相变萃取艾叶油中含量为 5.38%, 超临界 CO<sub>2</sub> 和水蒸馏提取艾叶油次之, 分别为 0.22%、0.21%; 具有抗菌作用的大根香叶烯在水蒸馏提取艾叶油中含量最高达 4.07%, 低温连续相变萃取和超临界 CO<sub>2</sub> 萃取艾叶油次之; 具有平喘作用且具抗菌活性的石竹烯和石竹烯氧化物在低温连续相变萃取和水蒸馏提取艾叶油中含量相当, 分别为 21.41% 和 15.83%; 具有明显止咳作用, 并有一定的解热作用和抑菌作用的松油醇仅在低温连续相变萃取艾叶油中检测到, 含量为 1.32%。

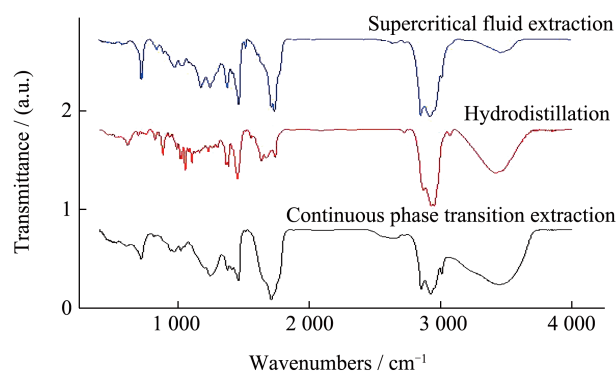


图9 不同提取方法艾叶挥发油红外光谱吸收图

Fig.9 IR of *Artemisia argyi* oil obtained from different methods

对三种不同提取方法所得艾叶挥发油（水蒸馏法、低温连续相变法、超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法），分别用红外光谱仪进行扫描，从图9中可以看出，三种艾叶挥发油在 3 450 cm<sup>-1</sup> 处有 O-H 伸缩振动峰，说明含有羟基；水蒸馏图在 3 073.94 cm<sup>-1</sup> 处有 C-H 伸缩振动峰，在 1 671.98 cm<sup>-1</sup> 处有 C=C 伸缩振动峰，在 1 385.02 cm<sup>-1</sup> 处有 C-H 变角振动峰，说明含有烯烃类物质；低温连续相变图和超临界图在 2 925.42 cm<sup>-1</sup>、处有 C-H 伸缩振动峰，1 462 cm<sup>-1</sup> 和 1 412 cm<sup>-1</sup> 处有 C-H 变角振动峰，在 1 245.94 cm<sup>-1</sup> 处有 C-C 伸缩振动峰，说明含有烷烃类物质；三者都在 1 740~1 650 cm<sup>-1</sup> 处有 C=O 伸缩振动峰，说明含有脂肪酸，其中水蒸馏法含量最少。三者红外分析图谱与气质分析结果基本一致。

### 3 结论

采用响应面分析法优化低温连续相变技术萃取艾叶挥发油工艺，结果表明，对艾叶油得率的影响因素主次关系为：萃取压力 > 萃取时间 > 萃取温度，最优工艺条件是萃取温度 50.32 °C，萃取时间 73.35 min，萃取压力为 0.45 MPa，此时艾叶挥发油得率达到 4.65%。

比较水蒸汽蒸馏法、超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法、低温连续相变萃取法所得艾叶挥发油的化学成分，水蒸汽蒸馏法提取物种类丰富，各种活性成分都能得到有效萃取，但绝对含量较低。超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法所得艾叶挥发油品质好，气味芳香，可提取出极性较低的组分，但由于受到设备投资和操作成本等问题限制，并不利于工业化大规模生产；相比之下，低温连续相变萃取法同样可在低温、密闭系统下萃取

艾叶油，能最大程度避免光敏性、热敏性化学成分的损失，能更真实、全面地反映原料中的化学组分，且对设备要求耐压要求较低，萃取溶剂选择范围广，可循环利用，适用于大规模工业化生产。

### 参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典2000年版一部[M]. 北京: 化学工业出版社, 2000.
- [2] 曹谨玲, 陈剑杰, 李丽娟, 等. 艾叶挥发油对脂多糖诱导的巨噬细胞的抗炎作用[J]. 动物营养学报, 2021, 33(6): 3479-3486.
- [3] 宋叶, 张鹏云, 戴卫波, 等. 不同产地艾叶挥发油成分的比较研究[J]. 时珍国医国药, 2019, 30(4): 845-851.
- [4] 郑昆, 钟肖飞, 张华. 艾叶挥发油类成分及其药理作用的研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志, 2020, 26(18): 224-234.
- [5] 孙玉亮, 池建淮, 万毅, 等. 艾叶挥发油提取工艺的研究进展[J]. 淮海医药, 2012, 30(4): 374-375.
- [6] LA C W J, LI M H, WANG Z X, et al. Isolation and anti-neuroinflammation activity of sesquiterpenoids from *Artemisia argyi*: computational simulation and experimental verification [J]. BMC Complementary Medicine and Therapies, 2024, 24(1): 264.
- [7] 李静, 熊维政, 李磊, 等. 2种不同方法提取艾叶挥发油的效果比较[J]. 中国药房, 2016, 27(28): 3982-3984.
- [8] 姚雪峰, 洪海龙, 石俊庭, 等. 有机溶剂法和超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法提取蒙艾挥发油的对比研究[J]. 广州化工, 2020, 48(23): 55-57.
- [9] 赵文越, 王雪青, 邵明辉, 等. 水蒸气蒸馏法制备板栗花精油及其抑菌活性[J]. 食品研究与开发, 2014, 35(13): 38-43.
- [10] PU L W, ZHANG J. GC-MS analysis of components of datong *Artemisia argyi* oil extracted by ultrasound-assisted solvent [J]. World Scientific Research Journal, 2024, 10(4): 84-87.
- [11] SODEIFIAN G, AZIZI J, GHOREISHI S M. Response surface optimization of *Smyrniun cordifolium* Boiss (SCB) oil extraction via supercritical carbon dioxide [J]. The Journal of Supercritical Fluids, 2014, 95: 1-7.
- [12] 张泳, 赵力超, 贺丽苹, 等. 低温连续相变制备酱油渣膳食纤维及其特性研究[J]. 现代食品科技, 2014, 30(5): 185-190.
- [13] 何正有, 张艳红, 魏冬, 等. 三种不同提取方法制备的艾叶挥发油化学成分分析[J]. 中国医药生物技术, 2008, 4: 284-288.
- [14] 武露, 刘红霞, 董璐元, 等. 微波辅助提取艾叶挥发油的工艺优化[J]. 齐齐哈尔大学学报(自然科学版), 2019, 35(6): 67-68, 72.