

# 亚临界流体萃取缬草精油工艺优化及其成分分析

谭云<sup>1,2,3</sup>, 吴红<sup>1,2</sup>, 黎继烈<sup>3</sup>, 申爱荣<sup>1</sup>

(1. 湖南省林业科学院, 长沙 410004; 2. 木本油料资源利用国家重点实验室, 长沙 410004;

3. 中南林业科技大学 生命科学与技术学院, 长沙 410004)

**摘要:**为了开发一种萃取条件温和、得率高的缬草精油提取工艺,以缬草根为原料,采用亚临界流体萃取缬草精油。以缬草精油得率为考察指标,通过单因素试验探讨了萃取溶剂、液料比、萃取时间、萃取温度、萃取压力、萃取次数的影响,进而采用均匀设计法优化亚临界流体萃取缬草精油的工艺条件,并运用 GC-MS 分析缬草精油的组成成分。结果表明:亚临界流体萃取缬草精油的最佳工艺条件为以丁烷为萃取溶剂、萃取压力 0.47 MPa、萃取温度 47 °C、液料比 11:1、萃取时间 25 min、萃取次数 4 次,在此条件下缬草精油得率达到  $(3.383 \pm 0.004)\%$ ;亚临界丁烷萃取的缬草精油中共鉴定出 57 种成分,主要成分为乙酸龙脑酯,相对含量为 29.63%,关键药理成分缬草醛和缬草素相对含量分别为 2.28% 和 0.25%。综上,亚临界丁烷萃取缬草精油得率高,缬草精油中含有一定量的缬草醛和缬草素,具有潜在的产业化应用价值。

**关键词:**缬草精油;亚临界流体萃取;均匀设计;缬草醛

中图分类号:TS225.1;TS224 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2024)03-0006-06

## Optimization of subcritical fluid extraction of *Valerian officinalis* essential oil and its components analysis

TAN Yun<sup>1,2,3</sup>, WU Hong<sup>1,2</sup>, LI Jilie<sup>3</sup>, SHEN Airong<sup>1</sup>

(1. Hunan Academy of Forestry, Changsha 410004, China; 2. State Key Laboratory of Utilization of Woody Oil Resource, Changsha 410004, China; 3. College of Life Science and Technology, Central South University of Forestry and Technology, Changsha 410004, China)

**Abstract:** In order to develop an extraction process of *Valerian officinalis* essential oil with mild extraction conditions and high yield, *Valerian officinalis* essential oil was extracted by subcritical fluid with *Valerian officinalis* root as material. The effects of extraction solvent, liquid-solid ratio, extraction time, extraction temperature, extraction pressure and extraction times were investigated by single factor experiment with the yield of *Valerian officinalis* essential oil as index. Then the process conditions of extracting *Valerian officinalis* essential oil with subcritical fluid were optimized by uniform design experiment, and the components of *Valerian officinalis* essential oil were analyzed by GC-MS. The results showed that the optimum conditions for *Valerian officinalis* essential oil extracted by subcritical fluid were obtained as follows: with butane as extraction solvent, extraction pressure 0.47 MPa, extraction temperature 47 °C, liquid-solid ratio 11:1, extraction time 25 min and extraction times 4. Under the optimum conditions, the yield of *Valerian officinalis* essential oil reached  $(3.383 \pm 0.004)\%$ . The total of 57 components were identified in the subcritical butane extracted *Valerian officinalis* essential oil, and

bornyl acetate (29.63%) was the main component. As well as the key pharmacological components valeraldehyde and valerine were detected in *Valerian officinalis* essential oil, with the relative contents of 2.28% and 0.25%, respectively. In summary, subcritical butane

收稿日期:2023-01-17;修回日期:2023-11-30

基金项目:国家林业公益性行业科研专项项目(201404608)

作者简介:谭云(1989),男,助理研究员,博士,研究方向为生物资源学(E-mail)tany\_hncu@163.com。

通信作者:黎继烈,教授(E-mail)lijilie12@163.com;申爱荣,副研究员(E-mail)88969693@qq.com。

extraction of *Valerian officinalis* essential oil has potential industrial application value with a high yield and a certain amount of valeraldehyde and valerin contained in the oil.

**Key words:** *Valerian officinalis* essential oil; subcritical fluid extraction; uniform design; valeraldehyde

缬草(*Valeriana officinalis* L.),为败酱科缬草属多年生草本植物。缬草根及根茎中含有萜类<sup>[1]</sup>、木脂素类<sup>[2]</sup>、生物碱类<sup>[3]</sup>、黄酮类<sup>[4]</sup>等生物活性成分,其抗氧化<sup>[5]</sup>、抗肿瘤<sup>[6]</sup>、抑菌<sup>[7-8]</sup>等药理作用得到广泛研究与关注。从缬草根茎中提取的缬草精油具有镇静安眠<sup>[9]</sup>、抗焦虑<sup>[10]</sup>、抗阿尔茨海默病<sup>[11]</sup>等作用,被广泛应用于医药行业<sup>[12]</sup>。缬草精油中缬草素<sup>[13-14]</sup>和缬草醛<sup>[15-16]</sup>是缬草属植物特有组分,也是缬草镇静安神和抗肿瘤的关键活性成分,极具研究价值。

缬草精油常规提取方法有水蒸气蒸馏法<sup>[17]</sup>和有机溶剂提取法<sup>[18]</sup>,但水蒸气蒸馏法存在提取时间较长,提取温度过高,且不易控制,损失较大,提取率低等缺点;有机溶剂提取法存在溶剂残留和环境污染等问题。超临界 CO<sub>2</sub> 萃取技术是一种新型高效清洁的提取技术,具有萃取温度较低,活性成分损失较少,提取效率高,产物无溶剂残留,不污染环境等优点。谭云等<sup>[19]</sup>采用超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法提取缬草精油,得率达到 4.25%。方颖等<sup>[20]</sup>分别采用超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法和水蒸气蒸馏法提取缬草精油,通过对比发现,超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法提取缬草精油的得率约为水蒸气蒸馏法的 1.8 倍。但是,超临界 CO<sub>2</sub> 萃取技术对生产设备要求十分严格,工作压力过高,生产成本增加,大规模生产难度较大。亚临界流体萃取技术是指萃取溶剂温度高于沸点但低于临界温度,且在临界压力以下的萃取技术,亚临界流体具有良好的溶解性能,萃取过程不要求高压设备,萃取条件较温和,适合大规模生产<sup>[21-22]</sup>。目前尚未有对亚临界流体萃取缬草精油工艺及其成分的研究。本文以干燥的缬草根为原料,在单因素试验的基础上,采用均匀设计法<sup>[23]</sup>对亚临界流体萃取缬草精油工艺参数进行优化,并用气相色谱-质谱(GC-MS)技术对其成分进行分析,以期对亚临界流体萃取法提取缬草精油提供一定的技术支持。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

缬草根,采自贵州省江口县。丁烷、丙烷(纯度 > 99.9%),长沙日臻气体有限公司。

WFC-210 型超微粉碎机, CBE-10L 型亚临

界流体萃取装置, SCION SQ 气相色谱-质谱联用仪。

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 缬草精油的亚临界流体萃取

将鲜缬草根洗净自然风干后粉碎,过 0.85 mm (20 目)筛。取一定质量缬草根粉装入萃取罐中,注入一定体积萃取溶剂,在一定温度、压力下萃取一定时间。萃取完成后,将混合油导入蒸发罐,减压蒸发溶剂进行循环使用,重复萃取一定次数。萃取完毕后,打开蒸发罐底阀,收集缬草精油,称质量并按下式计算缬草精油得率(Y)。

$$Y = m/M \times 100\% \quad (1)$$

式中:m 为缬草精油质量;M 为缬草根粉质量。

#### 1.2.2 缬草精油的组成成分分析

缬草精油经无水 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>处理,用正己烷稀释后进气相色谱-质谱联用仪检测其组成成分。

GC-MS 条件:Agilent HP-5 MS 色谱柱(30 m × 250 μm × 0.25 μm);载气 He,流量 1.1 mL/min;进样口温度 250 °C;进样量 1 μL,分流比 12:1;柱升温程序为初始温度 40 °C,保持 1 min,以 5 °C/min 升至 100 °C,保持 2 min,以 5 °C/min 升至 220 °C,保持 2 min,以 10 °C/min 升至 280 °C,保持 5 min;EI 电离源;离子源温度 230 °C;电子能量 70 eV;质量扫描范围(m/z)15 ~ 500;接口温度 270 °C。

运用 MS Workstation 8 软件处理 GC-MS 图谱数据,通过数据库检索及与标准图谱对照分析,参照质谱的裂解规律,鉴定缬草精油组成成分,用峰面积归一化法计算样品中各组分的相对含量。

#### 1.2.3 数据处理

用 Origin 8.0 软件对单因素试验结果进行处理,用 SPSS 22.0 软件进行统计分析,显著性水平设置为 0.05,用 DPS 7.05 软件进行均匀设计优化模型构建。

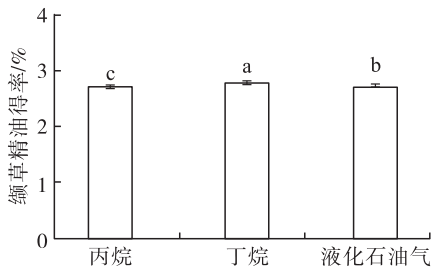
## 2 结果与讨论

### 2.1 亚临界流体萃取缬草精油单因素试验

#### 2.1.1 萃取溶剂对缬草精油得率的影响

按照 1.2.1 方法,在液料比(萃取溶剂体积与缬草根粉质量比,下同)12:1、萃取温度 40 °C、萃取压力 0.45 MPa、萃取时间 30 min、萃取次数 2 次条件下,分别选用丙烷、丁烷和液化石油气萃取缬草精

油,探究萃取溶剂对缬草精油得率的影响,结果如图1所示。



注:不同字母表示具有显著差异( $p < 0.05$ )。下同

图1 萃取溶剂对缬草精油得率的影响

由图1可看出,不同萃取溶剂的缬草精油得率存在显著差异,丁烷的缬草精油得率最高,丙烷的最低,液化石油气的介于二者之间,故后续试验选择丁烷作为萃取溶剂。

#### 2.1.2 液料比对缬草精油得率的影响

按照1.2.1方法,以丁烷为萃取溶剂,在萃取温度40℃、萃取压力0.45 MPa、萃取时间30 min、萃取次数2次条件下,探究液料比对缬草精油得率的影响,结果如图2所示。

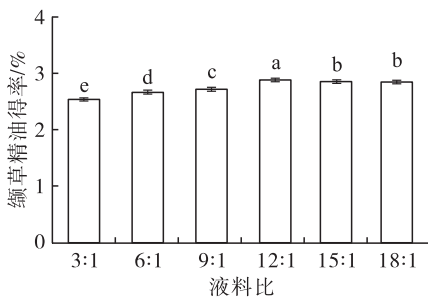


图2 液料比对缬草精油得率的影响

由图2可看出,当液料比从3:1增大到12:1时,缬草精油得率显著增加。这是因为当液料比逐渐增加时,萃取溶剂和缬草根粉的接触面积增大,能够使被萃取组分更容易接触溶剂,加快萃取过程。当液料比从12:1进一步增大到18:1时,缬草精油得率呈现下降趋势。原因可能是原料中缬草精油已经被完全萃取出来,而大量的萃取溶剂在蒸发回收时也会夹带部分产物,导致缬草精油得率略微下降,同时萃取溶剂成本增加,不利于扩大化生产,故后续试验选择液料比为12:1。

#### 2.1.3 萃取温度对缬草精油得率的影响

按照1.2.1方法,以丁烷为萃取溶剂,在液料比12:1、萃取压力0.45 MPa、萃取时间30 min、萃取次数2次条件下,探究萃取温度对缬草精油得率的影响,结果如图3所示。

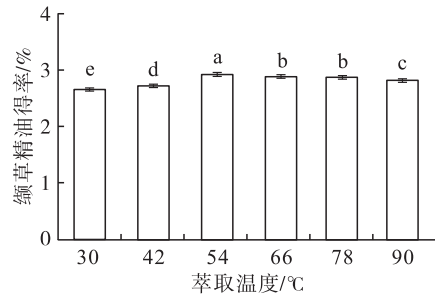


图3 萃取温度对缬草精油得率的影响

由图3可看出,当萃取温度从30℃上升到54℃时,缬草精油得率显著增加。这是因为萃取温度升高,溶剂分子的无规则运动剧烈,使其不断与缬草根原料发生碰撞,加快传质过程,使缬草精油得率显著增加。当萃取温度从54℃继续上升到90℃时,缬草精油得率下降。原因可能是过高的萃取温度导致缬草精油中部分组分的溶解性能降低,萃取不完全,导致缬草精油得率下降。故后续试验选择萃取温度为54℃。

#### 2.1.4 萃取压力对缬草精油得率的影响

按照1.2.1方法,以丁烷为萃取溶剂,在液料比12:1、萃取温度54℃、萃取时间30 min、萃取次数2次条件下,探究萃取压力对缬草精油得率的影响,结果如图4所示。

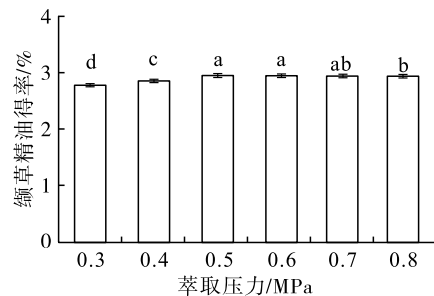


图4 萃取压力对缬草精油得率的影响

由图4可看出,当萃取压力从0.3 MPa增大到0.5 MPa时,缬草精油得率显著增加。这是因为增大萃取压力,溶剂分子运动加快,溶剂密度增大,其与原料的传质面积加大,溶解性能增加,有利于缬草精油的萃取。当萃取压力进一步增大时,缬草精油得率呈下降趋势。故后续试验选择萃取压力为0.5 MPa。

#### 2.1.5 萃取时间对缬草精油得率的影响

按照1.2.1方法,以丁烷为萃取溶剂,在液料比12:1、萃取温度54℃、萃取压力0.5 MPa、萃取次数2次条件下,探究萃取时间(单次)对缬草精油得率的影响,结果如图5所示。

由图5可看出,随着单次萃取时间从10 min延长到30 min,缬草精油得率显著上升,进一步延长萃取时间,缬草精油得率几乎不再增加。萃取时间过短,萃

取不完全,原料利用率低,萃取时间过长,能耗越高,经济效益低。故后续试验选择萃取时间为30 min。

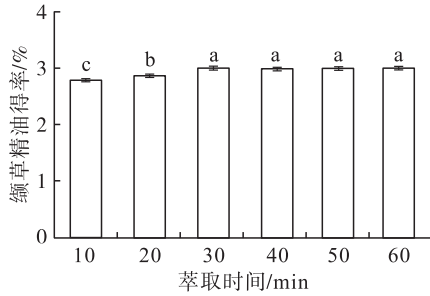


图5 萃取时间对缬草精油得率的影响

### 2.1.6 萃取次数对缬草精油得率的影响

按照1.2.1的方法,以丁烷为萃取溶剂,在液料比12:1、萃取温度54℃、萃取压力0.5 MPa、单次萃取时间30 min条件下,探究不同萃取次数对缬草精油得率的影响,结果如图6所示。

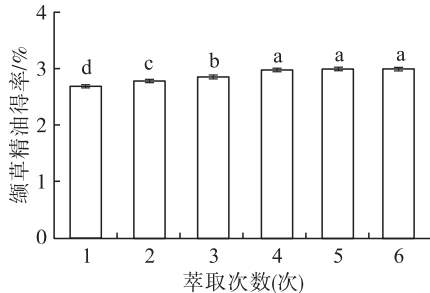


图6 萃取次数对缬草精油得率的影响

由图6可看出,当萃取次数从1次增加到4次时,缬草精油得率显著增加,进一步增加萃取次数,缬草精油得率增加不明显,这是因为连续萃取4次后,被萃取组分已经几乎被完全萃取,故后续试验选择萃取次数为4次。

## 2.2 均匀设计法优化亚临界流体萃取缬草精油工艺

根据单因素试验结果,以丁烷为萃取溶剂,萃取次数4次,以缬草精油得率( $Y$ )为考察指标,萃取压力( $X_1$ )、萃取温度( $X_2$ )、液料比( $X_3$ )、萃取时间( $X_4$ )为考察因素,选用 $U_{12}(12^{10})$ 均匀设计表1、6、7、9列(均匀度偏差 $D=0.2223$ ),建立四因素十二水平均匀设计优化试验, $U_{12}(12^{10})$ 均匀设计方案及结果如表1所示,回归项系数检验如表2所示。

表1  $U_{12}(12^{10})$ 均匀设计方案及结果

试验号	$X_1$ 萃取压力/MPa	$X_2$ 萃取温度/℃	$X_3$ 液料比	$X_4$ 萃取时间/min	$Y$ 缬草精油得率/%
1	0.39	52	12.5:1	37	2.751
2	0.41	64	10:1	31	2.996
3	0.43	50	14:1	25	3.179
4	0.45	62	11.5:1	19	3.252
5	0.47	48	9:1	39	2.854

续表1

试验号	$X_1$ 萃取压力/MPa	$X_2$ 萃取温度/℃	$X_3$ 液料比	$X_4$ 萃取时间/min	$Y$ 缬草精油得率/%
6	0.49	60	13:1	33	3.181
7	0.51	46	10.5:1	27	3.359
8	0.53	58	14.5:1	21	2.987
9	0.55	44	12:1	41	3.043
10	0.57	56	9.5:1	35	3.112
11	0.59	42	13.5:1	29	3.082
12	0.61	54	11:1	23	3.011

表2 回归项系数检验

回归项	偏相关	$t$ 检验值	$p$	显著性
$X_1$	0.9047	3.0025	0.0576	
$X_3$	0.9971	18.5071	0.0003	**
$X_4$	0.9699	5.6363	0.0110	*
$X_1^2$	-0.9951	14.1899	0.0008	**
$X_2^2$	-0.9913	10.6608	0.0018	**
$X_3^2$	-0.9987	27.2760	0.0001	**
$X_4^2$	-0.9989	30.2879	0.0001	**
$X_1X_4$	0.9979	21.9918	0.0002	**
$X_2X_3$	0.9766	6.4186	0.0077	**

注: \*\* 表示差异极显著( $p < 0.01$ ); \* 表示差异显著( $p < 0.05$ )

利用DPS 7.05软件对均匀设计法优化结果进行二项式逐步回归分析,得到回归方程: $Y = 3.1110 + 0.0225X_1 + 0.0669X_3 + 0.0193X_4 - 0.0058X_1^2 - 0.0015X_2^2 - 0.0066X_3^2 - 0.0079X_4^2 + 0.0087X_1X_4 + 0.0018X_2X_3$ 。回归模型的相关系数( $R$ )为0.9998,调整后的相关系数( $R_{Adj}$ )为0.9989, $p$ 值为0.0019,剩余标准差( $S$ )为0.0080,Durbin-Watson统计量( $d$ )为2.2500,说明数据服从正态分布。可见,回归方程极显著,可以很好地拟合亚临界流体萃取缬草精油的过程。

从表2可知, $X_3$ 、 $X_1^2$ 、 $X_2^2$ 、 $X_3^2$ 、 $X_4^2$ 、 $X_1X_4$ 、 $X_2X_3$ 对亚临界流体萃取缬草精油得率有极显著影响; $X_4$ 对亚临界流体萃取缬草精油得率有显著影响。

通过对回归方程求偏导,并根据实际条件进行修正,得到最佳的萃取工艺条件为萃取压力0.47 MPa、萃取温度47℃、液料比11:1、萃取时间25 min,在此条件下缬草精油理论得率为3.386%。在最优条件下进行10次重复验证试验,测得缬草精油平均得率为 $(3.383 \pm 0.004)\%$ ,与回归方程的理论值相对误差为0.089%,说明所建立的回归模型真实可靠,能较准确地描述亚临界流体萃取缬草精油的工艺过程。

## 2.3 缬草精油组成成分

采用 GC-MS 对最优条件下萃取的缬草精油组成成分进行分析,结果如表 3 所示。

表 3 缬草精油的组成成分

化合物	分子式	相对含量/%
甲苯	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub>	0.53
异戊酸	C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	4.55
龙脑	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	3.84
乙酸龙脑酯	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	29.63
乙酸桃金娘烯酯	C <sub>12</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub>	1.74
反式-石竹烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	1.58
α-香柠檬烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	1.27
愈创木烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	1.23
丁香烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	1.62
塞舌尔烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	1.12
古芸烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0.77
律草烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0.89
α-广藿香烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0.96
α-芹子烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0.65
巴伦西亚橘烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0.14
金合欢烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0.86
α-愈创木烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0.93
α-布藜烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0.44
α-人参烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0.89
喇叭茶醇	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	0.45
合成紫罗兰酮	C <sub>13</sub> H <sub>24</sub> O	0.64
反式-橙花叔醇	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	0.62
β-石竹烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0.73
β-紫罗兰酮	C <sub>13</sub> H <sub>20</sub> O	0.88
氧化石竹烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	0.68
环氧律草烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	0.64
桉油烯醇	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	0.47
γ-环氧古芸烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	0.78
蓝桉醇	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	2.66
百秋李醇	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	3.27
反式倍半香桉烯水合物	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	0.64
长叶醛	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	1.29
β-愈创木烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0.14
α-环氧布藜烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	0.88
大根香叶烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0.65
α-云木香醛	C <sub>15</sub> H <sub>22</sub> O	0.43
β-云木香醛	C <sub>15</sub> H <sub>22</sub> O	0.16
γ-云木香醛	C <sub>15</sub> H <sub>22</sub> O	0.73
紫堇酮	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O <sub>2</sub>	0.12
α-雪松烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0.57
β-芹子烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	3.30
缬草醛	C <sub>12</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub>	2.28
异戊酸龙脑酯	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O <sub>2</sub>	0.56

续表 3

化合物	分子式	相对含量/%
橙花叔醇	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	0.73
乙酸金合欢酯	C <sub>17</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub>	0.89
β-榄香烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	2.34
氧化喇叭烯(I)	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	2.77
环氧异香橙烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	0.42
2-甲基-4-(2,6,6-三甲基-1-环己烯-1-基)-2-丁烯醛	C <sub>14</sub> H <sub>22</sub> O	1.07
4-乙酰氧基肉桂酸	C <sub>11</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub>	1.55
柠檬烯-6-醇特戊酸酯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O <sub>2</sub>	0.84
缬草素	C <sub>22</sub> H <sub>30</sub> O <sub>8</sub>	0.25
棕榈酸乙酯	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	0.75
17-甲基硬脂酸甲酯	C <sub>20</sub> H <sub>40</sub> O <sub>2</sub>	0.53
1-二十醇	C <sub>20</sub> H <sub>42</sub> O	1.41
邻苯二甲酸二正辛酯	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>	2.87
β-谷甾醇	C <sub>29</sub> H <sub>50</sub> O	2.78

注:另 3.59% 的成分未鉴定出

由表 3 可知:亚临界流体萃取法提取的缬草精油共鉴定出 57 种成分,主要有烯、醇、酸、酯、酮、醛类化合物,占总量的 96.41%,其中乙酸龙脑酯为主要成分,这与前人<sup>[18,20]</sup>的研究结果类似。缬草精油中相对含量在 1% 以上的组分有 21 个,含量占比为 74.17%;相对含量大于 2% 的成分有 11 个,含量占比为 60.29%,分别为乙酸龙脑酯(29.63%)、异戊酸(4.55%)、龙脑(3.84%)、β-芹子烯(3.30%)、百秋李醇(3.27%)、邻苯二甲酸二正辛酯(2.87%)、β-谷甾醇(2.78%)、氧化喇叭烯(I)(2.77%)、蓝桉醇(2.66%)、β-榄香烯(2.34%)、缬草醛(2.28%)。另外,缬草精油中缬草素相对含量为 0.25%。缬草醛和缬草素是缬草发挥镇静作用的关键药理成分,二者含量直接影响缬草精油的品质。黎继烈等<sup>[18]</sup>以产自湖南省湘西自治州的缬草根为原料,采用有机溶剂法提取缬草精油,分析显示缬草精油中不含缬草醛;方颖等<sup>[20]</sup>以产自湖北省巴东县的缬草根为原料,分别采用水蒸气蒸馏法和超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法提取缬草精油,结果发现,两种方法提取的缬草精油中均未检测到缬草醛。但是,本研究中采用亚临界丁烷萃取的缬草精油中检出缬草醛且含量较高,这可能与萃取工艺、缬草根产地及采收时间不同有关。

## 3 结论

利用单因素试验和均匀设计法优化得到亚临界流体萃取缬草精油的最佳工艺参数为以丁烷为萃取溶剂、萃取压力 0.47 MPa、萃取温度 47 °C、液料比

11:1、萃取时间 25 min、萃取次数 4 次,在此条件下缬草精油得率为 $(3.383 \pm 0.004)\%$ 。亚临界流体萃取法提取的缬草精油中共鉴定出 57 种成分,占总量的 96.41%,其中:乙酸龙脑酯为主要成分,相对含量为 29.63%;关键药理成分缬草醛相对含量较高,为 2.28%,缬草素相对含量为 0.25%。综上,采用亚临界丁烷萃取缬草精油,缬草精油得率高,缬草精油中还含有缬草醛和缬草素两种生物活性组分,有潜在的产业化应用价值。

#### 参考文献:

- [1] 袁秀芝,许明旺,薛存宽. 不同产地缬草中总环烯醚萜类的含量比较[J]. 医药导报, 2014, 33(9): 1227 - 1229.
- [2] 左月明,王亚芳,张忠立,等. 缬草中木脂素类化学成分研究[J]. 中药材, 2018, 41(5): 1091 - 1094.
- [3] 张东东,孙玉,樊浩,等. 缬草中一个新的酰胺类生物碱[J]. 中成药, 2022, 44(12): 3867 - 3871.
- [4] 左月明,徐元利,张忠立,等. 缬草中黄酮类化学成分研究[J]. 中药材, 2017, 40(6): 1331 - 1334.
- [5] 梁群,邢金梅,何学斌. 缬草萜内酯对体外诱导肝星状细胞增殖及氧化应激反应的影响[J]. 中成药, 2019, 41(5): 1168 - 1171.
- [6] 张书勤,薛存宽,何学斌,等. 缬草环烯醚萜酯体外抗肿瘤作用的实验研究[J]. 医药导报, 2008, 27(1): 27 - 29.
- [7] 杨杰,李忠海,黄凌,等. 缬草油体外抑菌活性研究[J]. 时珍国医国药, 2009, 20(7): 1651 - 1652.
- [8] CHOI S A, LEE H S. Acaricidal and antibacterial toxicities of *Valeriana officinalis* oils obtained by steam distillation extraction[J]. J Appl Biol Chem, 2019, 62(1): 19 - 23.
- [9] MULYAWAN E, AHMAD M R, ISLAM A A, et al. Effect of *Valerian* extract on *GABRB3* gene mRNA expression and sedation in BALB/C mice[J]. Curr Bioact Compd, 2020, 16(8): 1249 - 1257.
- [10] ORHAN I E. A review focused on molecular mechanisms of anxiolytic effect of *Valeriana officinalis* L. in connection with its phytochemistry through *in vitro/in vivo* studies[J]. Curr Pharm Des, 2021, 27(28): 3084 - 3090.
- [11] 张忠立,左月明. 缬草提取物对睡眠障碍阿尔茨海默病模型大鼠学习记忆与抗氧化能力的影响[J]. 中国老年学杂志, 2018, 38(16): 3976 - 3979.
- [12] BAGHERI - NESAMI M, GORJI M A, REZAIIE S, et al. Effect of acupressure with valerian oil 2.5% on the quality and quantity of sleep in patients with acute coronary syndrome in a cardiac intensive care unit[J]. J Tradit Complement Med, 2015, 5(4): 241 - 247.
- [13] MÜLLER L G, BIOJONE C, SALES A J, et al. A valepotriate - enriched fraction from *Valeriana glechomifolia* decreases DNA methylation and up - regulate TrkB receptors in the hippocampus of mice[J]. Behav Pharmacol, 2020, 31(4): 333 - 342.
- [14] 王延丽,刘勇,石晋丽,等. 缬草素抗焦虑作用及其机制的初探[J]. 中国药理学通报, 2011, 27(4): 501 - 504.
- [15] ZHANG X, LI X, LIU N, et al. The anticonvulsant effects of baldrinal on pilocarpine - induced convulsion in adult male mice[J/OL]. Molecules, 2019, 24(8): 1617 [2023 - 01 - 17]. <https://doi.org/10.3390/molecules24081617>.
- [16] 陶丝雨,肖丛瑞,王晶,等. 缬草醛对肠易激综合征模型大鼠结肠 CRF, TPH1 mRNA 及 5-HT 表达的影响[J]. 中国中药杂志, 2017, 42(2): 347 - 351.
- [17] REN X, YU H, YANG F, et al. Chemical constituent and bioactivity of *Valeriana officinalis* L. root essential oil using neutral cellulase - assisted steam distillation[J]. J Essent Oil Res, 2022, 34(4): 361 - 373.
- [18] 黎继烈,杨杰,张慧,等. 缬草精油提取工艺及成分分析[J]. 中国粮油学报, 2010, 25(9): 52 - 56.
- [19] 谭云,胡铁,贾媛,等. 用响应面法优化超临界 CO<sub>2</sub> 萃取缬草油工艺[J]. 中南林业科技大学学报, 2015, 35(4): 119 - 124.
- [20] 方颖,丁菲,邬兰,等. 超临界二氧化碳萃取法与水蒸气蒸馏法提取缬草油的化学成分比较[J]. 医药导报, 2012, 31(9): 1116 - 1121.
- [21] 王金顺,侯晶晶,杨倩,等. 亚临界低温萃取技术装备和应用研究进展[J]. 中国油脂, 2022, 47(5): 132 - 137.
- [22] ZHAO Y, FAN Y Y, YU W G, et al. Ultrasound - enhanced subcritical fluid extraction of essential oil from *Nymphaea alba* var and its antioxidant activity[J]. J AOAC Int, 2019, 102(5): 1448 - 1454.
- [23] 王吉壮,杨晋,赵鹏. 均匀设计优化超临界 CO<sub>2</sub> 提取含原花青素的葡萄籽油[J]. 中国油脂, 2009, 34(7): 8 - 11.