



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110684594 A

(43)申请公布日 2020.01.14

(21)申请号 201910963247.6

(22)申请日 2019.10.11

(71)申请人 吉林人参研究院(吉林省长白山天然药物研究院)

地址 134001 吉林省通化市龙泉路666号

(72)发明人 曹志强 张宏桂 谢丽娟 马焕豪
李健豪 褚红涛 姜子恒 邹吉伟
苑冰冰

(51)Int.Cl.

C11B 3/00(2006.01)

C11B 3/10(2006.01)

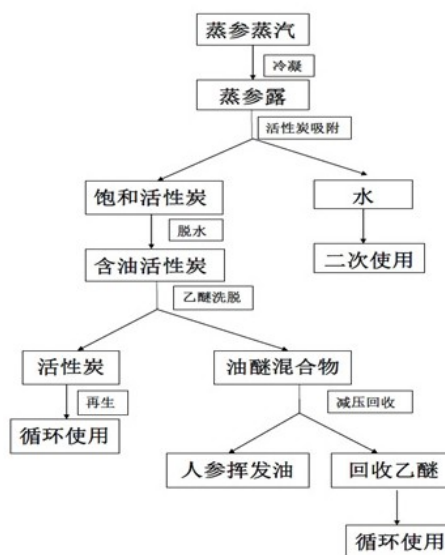
权利要求书1页 说明书12页 附图4页

(54)发明名称

一种以蒸参露为原料,制备人参挥发油的方法

(57)摘要

本发明涉及人参挥发油的制备领域,即一种以蒸参露为原料,制备人参挥发油的方法。其步骤如下:(1)活性炭吸附挥发油:将人参蒸制加工成红参的过程中,所产生的“油、水”蒸气冷却成蒸参露并经活性炭过饱和吸附富集人参挥发油;(2)吸附后的活性炭脱水:沥水后自然阴干或甩干后阴干;(3)挥发油洗脱:用乙醚洗脱活性炭中人参挥发油;(4)分离制备:回收乙醚,得到人参挥发油成品。用上述加工工艺,可以大量富集蒸参露中人参挥发油,使鲜人参蒸制加工成红参过程中所产生的副产品蒸参露得以有效利用,并在最大限度上减少溶媒乙醚用量的条件下获得成品人参挥发油。



1. 一种以蒸参露为原料,制备人参挥发油的方法,其特征步骤如下:

(1) 活性炭吸附挥发油:将鲜人参蒸制加工成红参的过程中,所产生的含“油、水”蒸气冷却成蒸参露并经活性炭过饱和吸附,达到富集人参挥发油的目的;

(2) 吸附后的活性炭脱水:沥水后自然阴干或甩干后阴干;

(3) 挥发油洗脱:用乙醚洗脱活性炭中人参挥发油;

(4) 分离制备:回收乙醚,得到人参挥发油成品。

一种以蒸参露为原料,制备人参挥发油的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及人参挥发油的制备领域,即一种从鲜人参蒸制加工成红参过程中产生的副产物蒸参露为原料,制备人参挥发油的方法。

背景技术

[0002] 人参为五加科植物人参的干燥根及根茎,始载于《神农本草经》,列为上品,可安神益智,久服轻身延年,享有“百草之王”的美誉。研究发现,人参中主要活性物质包含人参皂苷、人参多糖、人参挥发油、氨基酸和多肽等多种成分。人参中皂苷成分主要分为四环三萜和五环三萜两种类型,其主要药理活性多应用于抗肿瘤、抗衰老、缓解疲劳等,目前针对人参皂苷提取制备领域的研究颇多且技术应用已较为成熟。人参挥发油的主要化学成分为倍半萜烯类、脂肪族、芳香族及以 β -榄香烯和人参炔醇为代表的化合物。低剂量的人参挥发油具有兴奋作用,适量有镇静作用,除此之外,人参挥发油中多种成分的协同作用可以破坏菌体细胞壁和细胞膜通透性,影响细菌物质的能量代谢,继而对金黄色葡萄球菌、放线菌、幽门螺杆菌等,以及对常见菌种均有抑制作用。同时人参挥发油还具有抗肿瘤作用,药理试验证明,人参挥发油中所含的 β -榄香烯和人参炔醇均对癌细胞有较强的抑制作用,并广泛用于药品、食品及化妆品等多种领域。目前针对人参挥发油的深入研究正处在紧张的实验室研究阶段,但由于人参挥发油的含量很低,研究、研发成本较高,因此,人参挥发油的有效作用尚未对“大健康”产业作出突出贡献。目前,人参挥发油的提取多以人参根为主,人参根中人参挥发油含量在0.2%左右,人参挥发油常用的提取方法有水蒸气蒸馏法、溶剂回流法、微波法、超临界流体萃取法等。由于人参中挥发油含量相对较低,因而用人参做为提取挥发油的原料,无论从原料还是生产所需成本与最终收益,都完全不成比例,致使其难以进行工业化生产。

[0003] 吉林省作为人参主要道地产区,每年有上万吨鲜人参被用以作为加工红参的原料,在鲜人参蒸制加工成红参过程中,有近80%挥发油随着水蒸气被带出(蒸参露),这部分生成的蒸参露作为人参加工过程中的副产物一般情况下是作为废料被丢弃的,不仅对环境造成了污染,也是一种资源上的极大浪费。按照上述数字计算每年有 $(10000\text{吨} \times 1000\text{公斤} \times 80\% \times 0.2\% = 16000\text{公斤})$ 超过16000公斤的人参挥发油被白白浪费,按现行人参挥发油市场价每公斤20万元计算,每年人参挥发油一项的损失就在32亿元以上。

[0004] 目前,人参挥发油提取制备多用乙醚、石油醚、戊烷、四氯化碳等,其中由于乙醚、石油醚沸点较低,为众所周知的理想溶媒。在现今的提取技术中,多以溶剂萃取法为主(蒸参露与溶媒比为1:1)。从安全角度考虑,实验室多选用石油醚进行人参挥发油制备。但是萃取过程中所用溶媒量极大,且不易回收,人参挥发油得率较低,在0.1%-0.25%之间(专利申请公布号:CN 10/424817 A)。并且石油醚因其挥干后仍具有较强气味,导致所得人参挥发油质量较差,难以符合市场要求。人参挥发油制备的最优选的溶媒应为乙醚,考虑到用量及生产安全,我们优先选择通过安全介质吸附的方法,先大量吸附人参挥发油,再用少量乙醚洗脱(蒸参露与乙醚比为500-700:1)。在不减少得率的同时得到了符合市场要求的优质

人参挥发油,为人参挥发油工业化生产做了充分的理论基础和技术支撑。因此,通过本技术能高效利用人参蒸制加工成红参过程中所产生的副产品蒸参露进行工业化制备人参挥发油,必将带来良好的经济和社会效益。

发明内容

[0005] 本发明的目的是针对以往人参挥发油制备的不足而提供的一种以鲜人参蒸制加工成红参过程中所产生的副产品蒸参露为原料,制备人参挥发油的方法。首先利用冷凝设备收集蒸参露并以活性炭过饱和吸附人参挥发油,再通过少量乙醚洗脱(蒸参露与乙醚比为500-700:1),进行人参挥发油的富集制备,以达到变废为宝,降低成本、为“大健康”产业服务的目的。

[0006] 本发明的技术解决方案:一种以鲜人参蒸制加工成红参过程中产生的副产物蒸参露为原料,制备人参挥发油的方法。其特征步骤如下:

- (1) 活性炭吸附人参挥发油:先将鲜人参蒸制加工成红参过程中所产生的“油、水”蒸气冷却成蒸参露,并经活性炭过饱和吸附;
- (2) 吸附后的活性炭脱水:沥水后自然阴干或甩干后阴干;
- (3) 挥发油洗脱:用乙醚洗脱活性炭中人参挥发油;
- (4) 分离制备:回收乙醚,得到人参挥发油成品。

[0007] 工艺说明:

1. 活性炭吸附富集人参挥发油的方法:将蒸参罐上出气管接冷凝装置,冷却“油、水”蒸气,并将蒸参露导出管插入放有活性炭包的收集桶底部进行反向过饱和吸附,直至收集桶上端流出蒸参露带有人参挥发油特有香气后停止吸附。

[0008] 2. 吸附饱和和活性炭脱水方法:沥水后自然阴干或甩干后阴干。

[0009] 3. 挥发油洗脱方法:将已过饱和吸附的活性炭装入密闭装置中,用淹没体积的乙醚低温(15℃~20℃)密闭洗脱,乙醚洗脱时间10min~30min,反复洗脱3~4次。

[0010] 4. 人参挥发油分离制备方法:收集洗脱后的油醚混合物,进行减压回收乙醚。温度控制在25℃~40℃,压力在0.04~0.06Mpa之间。

[0011] 本发明优点:

以鲜人参蒸制加工成红参过程中所产生的“油、水”蒸气冷却成蒸参露并经活性炭过饱和和吸附富集红参加工过程中产生的副产物蒸参露为加工原料对象,通过活性炭过饱和吸附技术,将人参挥发油大量吸附,再通过少量溶媒洗脱分离,大大减少了溶媒使用量,再回收溶媒,达到分离制备人参挥发油的目的。利用鲜人参蒸制加工成红参过程中所产生的副产品蒸参露制备人参挥发油,既能减少资源浪费,又能降低生产成本。本发明所得人参挥发油产品可用于药品、保健食品、食品及化妆品研发、生产。

[0012] 通过GC-MS对同批次不同“处理”的参露进行人参挥发油的化学成分分析的试验结果证明,通过活性炭吸附的“参露”与直接用乙醚萃取的“参露”,所得成分的数量与相对含量整体几乎无异,所得挥发油质量并无差别,具体分析结果见实验例4-7。

附图说明:

为了更清楚地说明本发明的技术方案,下面将对实施例中所需要使用的附图作简单地

介绍,下面描述中的附图仅仅是本发明中记载的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,还可以根据这些附图获得其它附图。

[0014] 图1为本发明实施例提供的工艺流程图。

[0015] 图2为人参挥发油总离子流图(吉林省集安市某人参加工厂)。

[0016] 图3为人参挥发油总离子流图(吉林省靖宇县某人参加工厂)。

[0017] 图4为人参挥发油总离子流图(吉林人参研究院实验室人参加工厂)。

[0018] 图5为人参挥发油总离子流图(康美新开河人参加工厂果壳活性炭吸附油“蒸参露批号:20190925”)。

[0019] 图6为人参挥发油总离子流图(康美新开河人参加工厂乙醚直接萃取油“蒸参露批号:20190925”)。

[0020] 图7为人参挥发油总离子流图(集安吉聚人参加工厂椰壳活性炭吸附油“蒸参露批号:20190922”)。

[0021] 图8为人参挥发油总离子流图(集安吉聚人参加工厂乙醚直接萃取油“蒸参露批号:20190922”)。

具体实施方式

[0022] 为了使本领域的技术人员更好地理解本发明的技术方案,下面将结合附图对本发明作进一步的详细介绍。

[0023] 实施例1:(吉林省集安市某人参加工厂)

参见图1所示,本发明制备人参挥发油的具体方法如下:

(1) 活性炭吸附富集人参挥发油:将蒸参罐上出气管接冷凝装置,冷却“油、水”蒸气,并将蒸参露导出管插入放有果壳活性炭包的收集桶底部进行反向过饱和吸附,吸附时间为10小时。

[0024] (2) 油饱和和活性炭脱水:将活性炭置阴凉处自然阴干12小时。

[0025] (3) 挥发油洗脱:将脱水油饱和和活性炭装入密封白钢桶中,用淹没体积乙醚洗脱(17℃~19℃),乙醚洗脱时间15min,反复洗3次。

[0026] (4) 分离制备:收集洗脱后的油醚混合液,进行减压回收乙醚。温度控制在35℃,压力在0.05MPa。回收净乙醚之后,人参挥发油与活性炭的得率为:1.217%。

[0027] 实施例2:(吉林省靖宇县某人参加工厂)

参见图1所示,本发明制备人参挥发油的具体方法如下:

(1) 活性炭吸附富集人参挥发油:将蒸参罐上出气管接冷凝装置,冷却“油、水”蒸气,并将蒸参露导出管插入放有果壳活性炭包的收集桶底部进行反向过饱和吸附,吸附时间为8小时。

[0028] (2) 油饱和和活性炭脱水:将活性炭甩干后置阴凉处自然阴干4小时。

[0029] (3) 挥发油洗脱:将脱水油饱和和活性炭装入密封白钢桶中,用淹没体积乙醚洗脱(17℃~19℃),乙醚洗脱时间20min,反复洗3次。

[0030] (4) 分离制备:收集洗脱后的油醚混合液,进行减压回收乙醚。温度控制在35℃,压力在0.05MPa。回收净乙醚之后,人参挥发油的得率为:1.12%。

[0031] 实施例3:(吉林人参研究院实验室人参加工厂)

参见图1所示,本发明制备人参挥发油的具体方法如下:

(1) 活性炭吸附富集人参挥发油:将蒸参罐上出气管接冷凝装置,冷却“油、水”蒸气,并将蒸参露导出管插入放有果壳活性炭包的收集桶底部进行反向过饱和吸附,吸附时间为6小时。

[0032] (2) 油饱和和活性炭脱水:将活性炭甩干后风干2小时。

[0033] (3) 挥发油洗脱:将脱水油饱和和活性炭装入密封白钢桶中,用淹没体积乙醚洗脱(15℃~17℃),乙醚洗脱时间25min,反复洗3次。

[0034] (4) 分离制备:收集洗脱后的油醚混合液,进行减压回收乙醚。温度控制在35℃,压力在0.05MPa。回收净乙醚之后,人参挥发油的得率为:1.03%。

[0035] 实施例4:(吉林省集安市某人参加工厂)

参见图1所示,本发明制备人参挥发油的具体方法如下:

(1) 活性炭吸附富集人参挥发油:将蒸参罐上出气管接冷凝装置,冷却“油、水”蒸气,并将蒸参露导出管插入放有椰壳活性炭包的收集桶底部进行反向过饱和吸附,吸附时间为12小时。

[0036] (2) 油饱和和活性炭脱水:将活性炭甩干后风干2小时。

[0037] (3) 挥发油洗脱:将脱水油饱和和活性炭装入密封白钢桶中,用淹没体积乙醚洗脱(16℃~18℃),乙醚洗脱时间20min,反复洗3次。

[0038] (4) 分离制备:收集洗脱后的油醚混合液,进行减压回收乙醚。温度控制在34℃,压力在0.05MPa。回收净乙醚之后,人参挥发油与活性炭的得率为:1.211%。

[0039] 实施例5:(吉林省靖宇县某人参加工厂)

参见图1所示,本发明制备人参挥发油的具体方法如下:

(1) 活性炭吸附富集人参挥发油:将蒸参罐上出气管接冷凝装置,冷却“油、水”蒸气,并将蒸参露导出管插入放有椰壳活性炭包的收集桶底部进行反向过饱和吸附,吸附时间为10小时。

[0040] (2) 油饱和和活性炭脱水:将活性炭甩干后风干2小时。

[0041] (3) 挥发油洗脱:将脱水油饱和和活性炭装入密封白钢桶中,用淹没体积乙醚洗脱(16℃~18℃),乙醚洗脱时间20min,反复洗3次。

[0042] (4) 分离制备:收集洗脱后的油醚混合液,进行减压回收乙醚。温度控制在33℃,压力在0.05MPa。回收净乙醚之后,人参挥发油与活性炭的得率为:1.35%。

[0043] 实施例6:(吉林人参研究院实验室人参加工厂)

参见图1所示,本发明制备人参挥发油的具体方法如下:

(1) 活性炭吸附富集人参挥发油:将蒸参罐上出气管接冷凝装置,冷却“油、水”蒸气,并将蒸参露导出管插入放有椰壳活性炭包的收集桶底部进行反向过饱和吸附,吸附时间为10小时。

[0044] (2) 油饱和和活性炭脱水:将活性炭甩干后风干2小时。

[0045] (3) 挥发油洗脱:将脱水油饱和和活性炭装入密封白钢桶中,用淹没体积乙醚洗脱(15℃~17℃),乙醚洗脱时间20min,反复洗3次。

[0046] (4) 分离制备:收集洗脱后的油醚混合液,进行减压回收乙醚。温度控制在34℃,压力在0.05MPa。回收净乙醚之后,人参挥发油与活性炭的得率为:1.14%。

[0047] 实验例1:化学成分检测分析(原料来自:吉林省集安市某人参加工厂)

采用GC-MS对人参挥发油中的化学成分进行分析的具体方法如下:取0.5ml人参挥发油,精密加入正己烷溶液25ml,振摇,静置分层,吸取正己烷层,过0.22 μ m有机滤膜,取续滤液1 μ L,上机检测,即得。

[0048] GC条件:HP-5MS毛细管色谱柱(30.0m $\times$ 250.00 μ m,0.25 μ m);载气为He;载气流量1.0mL/min;程序升温条件:初始温度60 $^{\circ}$ C,保持3.0min,以8 $^{\circ}$ C/min升至280 $^{\circ}$ C,保持10min;进样口温度260 $^{\circ}$ C;不分流进样;溶剂延迟时间2.00min。

[0049] MS条件:EI离子源;电子能量70eV;质量范围m/z 20~600;MS Quad:150 $^{\circ}$ C;MS Source:230 $^{\circ}$ C;NIST-2008标准质谱库。

[0050] 检测结果见图2:人参挥发油总离子流图,详细成分见表1:人参挥发油成分分析结果。

[0051] 表1人参挥发油成分分析结果(吉林省集安市某人参加工厂)

NO	保留时间 (分)	化合物名称	分子式	分子量	相对含量 (%)
1	14.488	正十四烷	C ₁₄ H ₃₀	198.39	0.31%
2	15.441	(E)- β -金合欢烯	C ₁₅ H ₂₄	204.35	0.31%
3	15.52	β -花柏烯	C ₁₅ H ₂₄	204.35	0.80%
4	15.671	2,6-二叔丁基对苯醌	C ₁₄ H ₂₀ O ₂	220.31	1.72%
5	15.862	异蜂斗菜醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	7.90%
6	16.072	正十五烷	C ₁₅ H ₃₂	212.41	0.66%
7	16.191	β -榄香烯	C ₁₅ H ₂₄	204.35	0.36%
8	16.368	丁基羟基甲苯	C ₁₅ H ₂₄ O	220.35	15.64%
9	16.875	(-)-异长叶醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	0.46%
10	17.105	蜂斗菜酮	C ₁₅ H ₂₄ O	220.35	0.50%
11	17.302	蓝桉醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	0.62%
12	17.447	(-)-桉油烯醇	C ₁₅ H ₂₄ O	220.35	4.34%
13	17.565	正十六烷	C ₁₆ H ₃₄	226.44	2.70%
14	17.677	绿花白千层醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	0.76%
15	17.92	氧化丁香烯	C ₁₅ H ₂₄ O	220.35	0.42%
16	17.966	杜松脑	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	2.12%
17	18.005	表兰桉醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	0.93%
18	18.098	2-正辛基苯乙酮	C ₁₄ H ₂₆ O	210.35	2.04%
19	18.229	ginsenoside	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	2.94%
20	18.321	桉油烯醇	C ₁₅ H ₂₄ O	220.35	2.92%
21	18.564	律草烯醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	1.80%
22	18.749	2-methyl-6-(7-methyl-1-benzofuran-3-yl)phenol	C ₁₆ H ₁₄ O ₂	238.28	0.73%
23	18.985	正十七烷	C ₁₇ H ₃₆	240.47	0.73%
24	19.071	2,6,10-三甲基十五烷	C ₁₈ H ₃₈	254.49	0.57%
25	19.485	异香橙烯环氧化物	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	1.45%

26	20.333	正十八烷	C ₁₈ H ₃₈	254.49	0.55%
27	21.293	邻苯二甲酸二异丁酯	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	278.34	1.43%
28	21.951	棕榈酸甲酯	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	270.45	1.02%
29	22.47	邻苯二甲酸二正丁酯	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	278.34	18.47%
30	22.773	棕榈酸乙酯	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	284.48	1.08%
31	23.509	Falcarinol	C ₁₇ H ₂₄ O	244.37	7.70%
32	23.976	亚油酸甲酯	C ₁₉ H ₃₄ O ₂	294.47	1.15%
33	24.739	亚油酸乙酯	C ₂₀ H ₃₆ O ₂	308.50	3.29%
34	24.811	油酸甲酯	C ₁₉ H ₃₆ O ₂	296.49	0.97%
35	25.166	人参环氧炔醇	C ₁₇ H ₂₄ O ₂	260.37	9.09%

实验例2:化学成分检测分析(原料来自:吉林省靖宇县某人参加工厂)

采用GC-MS对人参挥发油中的化学成分进行分析的具体方法如下:取0.5ml人参挥发油,精密加入正己烷溶液25ml,振摇,静置分层,吸取正己烷层,过0.22μm有机滤膜,取续滤液1μL,上机检测,即得。

[0052] GC条件:HP-5MS毛细管色谱柱(30.0m×250.00μm,0.25μm);载气为He;载气流量1.0mL/min;程序升温条件:初始温度60℃,保持3.0min,以8℃/min升至280℃,保持10min;进样口温度260℃;不分流进样;溶剂延迟时间2.00min。

[0053] MS条件:EI离子源;电子能量70eV;质量范围m/z 20~600;MS Quad:150℃;MS Source:230℃;NIST-2008标准质谱库。

[0054] 检测结果见图3:人参挥发油总离子流图,详细成分见表2:人参挥发油成分分析结果。

[0055] 表2人参挥发油成分分析结果(吉林省靖宇县某人参加工厂)

NO	保留时间 (分)	化合物名称	分子式	分子量	相对含量 (%)
1	14.495	正十四烷	C ₁₄ H ₃₀	198.39	0.20%
2	15.527	β-花柏烯	C ₁₅ H ₂₄	204.35	0.35%
3	15.678	2,6-二叔丁基对苯醌	C ₁₄ H ₂₀ O ₂	220.31	1.00%
4	15.862	异蜂斗菜醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	7.01%
5	16.079	正十五烷	C ₁₅ H ₃₂	212.41	0.34%
6	16.198	β-榄香烯	C ₁₅ H ₂₄	204.35	0.20%
7	16.375	丁基羟基甲苯	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	8.62%
8	16.954	3,7,11-三甲基十二烷醇	C ₁₅ H ₃₂ O	228.41	0.17%
9	17.111	蜂斗菜酮	C ₁₅ H ₂₄ O	220.35	0.14%

10	17.309	蓝桉醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	0.22%
11	17.467	(-)-桉油烯醇	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	2.50%
12	17.572	正十六烷	C ₁₆ H ₃₄	226.44	1.18%
13	17.973	杜松脑	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	1.42%
14	18.104	2-正辛基苯乙酮	C ₁₄ H ₂₆ O	210.35	1.16%
15	18.242	ginsenosol	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	1.74%
16	18.328	桉油烯醇	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	1.05%
17	18.578	律草烯醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	1.00%
18	18.762	2-methyl-6-(7-methyl-1-benzofuran-3-yl)phenol	C ₁₆ H ₁₄ O ₂	238.28	0.52%
19	18.992	正十七烷	C ₁₇ H ₃₆	240.47	0.96%
20	19.071	2,6,10-三甲基十五烷	C ₁₈ H ₃₈	254.49	0.71%
21	19.505	异香橙烯环氧化物	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	1.16%
22	20.34	正十八烷	C ₁₈ H ₃₈	254.49	1.23%
23	20.465	2,6,10,14-四甲基十六烷	C ₂₀ H ₄₂	282.55	1.08%
24	20.695	3,5-二叔丁基-4-羟基苯乙酮	C ₁₆ H ₂₄ O ₂	248.36	1.96%
25	21.3	邻苯二甲酸二异丁酯	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	278.34	5.25%
26	21.957	棕榈酸甲酯	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	270.45	1.39%
27	22.293	正十六碳酸	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256.43	1.00%
28	22.483	邻苯二甲酸二正丁酯	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	278.34	21.21%
29	22.779	棕榈酸乙酯	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	284.48	0.45%
30	22.839	正二十碳烷	C ₂₀ H ₄₂	282.55	0.54%
31	23.148	棕榈酸异丙酯	C ₁₉ H ₃₈ O ₂	298.50	0.48%
32	24.502	亚油酸	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	280.45	17.11%
33	24.713	亚油酸乙酯	C ₂₀ H ₃₆ O ₂	308.50	3.29%
34	24.772	油酸乙酯	C ₂₀ H ₃₈ O ₂	310.51	6.06%
35	25.054	十八碳酸乙酯	C ₂₀ H ₄₀ O ₂	312.53	1.39%
36	25.193	人参环氧炔醇	C ₁₇ H ₂₄ O ₂	260.37	2.95%

实验例3:化学成分检测分析(原料来自:吉林人参研究院实验室人参加工)

采用GC-MS对人参挥发油中的化学成分进行分析的具体方法如下:取0.5ml人参挥发油,精密加入正己烷溶液25ml,振摇,静置分层,吸取正己烷层,过0.22μm有机滤膜,取续滤液1μL,上机检测,即得。

[0056] GC条件:HP-5MS毛细管色谱柱(30.0m×250.00μm,0.25μm);载气为He;载气流量1.0mL/min;程序升温条件:初始温度60℃,保持3.0min,以8℃/min升至280℃,保持10min;进样口温度260℃;不分流进样;溶剂延迟时间2.00min。

[0057] MS条件:EI离子源;电子能量70eV;质量范围m/z 20~600;MS Quad:150℃;MS Source:230℃;NIST-2008标准质谱库。

[0058] 检测结果见图4:人参挥发油总离子流图,详细成分见表3:人参挥发油成分分析结果。

[0059] 表3人参挥发油成分分析结果(吉林人参研究院实验室人参加工)

NO	保留时间 (分)	化合物名称	分子式	分子 量	相对含量 (%)
1	10.635	4-松油醇	C ₁₀ H ₁₈ O	154.25	0.15%
2	10.773	三甲基苯甲醇	C ₁₀ H ₁₄ O	150.22	0.28%
3	10.891	松油醇	C ₁₀ H ₁₈ O	154.25	1.79%
4	13.771	丁子香烯	C ₁₅ H ₂₄	204.35	0.15%
5	14.35	人参烯	C ₁₅ H ₂₄	204.35	0.62%
6	14.475	(S,1Z,5E)-1,5-Dimethyl-8-isopropenyl-1,5-cyclodecadiene	C ₁₅ H ₂₄	204.35	0.25%
7	14.975	(+)-香橙烯	C ₁₅ H ₂₄	204.35	0.12%
8	15.192	(+)-白菖烯	C ₁₅ H ₂₄	204.35	0.61%
9	15.527	β-花柏烯	C ₁₅ H ₂₄	204.35	2.06%
10	15.764	(-)-异丁香烯	C ₁₅ H ₂₄	204.35	0.20%
11	15.862	异蜂斗菜醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	2.27%
12	16.191	β-榄香烯	C ₁₅ H ₂₄	204.35	0.54%
13	16.303	2,4-二叔丁基苯酚	C ₁₄ H ₂₂ O	206.32	0.40%
14	16.368	丁基羟基甲苯	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	2.27%
15	16.96	3,7,11-三甲基十二烷醇	C ₁₅ H ₃₂ O	228.41	0.70%
16	17.111	蜂斗菜酮	C ₁₅ H ₂₄ O	220.35	5.02%
17	17.309	蓝桉醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	1.41%
18	17.467	(-)-桉油烯醇	C ₁₅ H ₂₄ O	220.35	16.27%
19	17.565	喇叭茶萜醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	4.56%
20	17.973	杜松脑	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	5.66%
21	18.065	2-正辛基苯乙酮	C ₁₄ H ₂₆ O	210.35	4.44%
22	18.236	ginsenosol	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	9.32%
23	18.341	桉油烯醇	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	8.63%
24	18.578	律草烯醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	5.02%
25	18.762	2-methyl-6-(7-methyl-1-benzofuran-3-yl)phenol	C ₁₆ H ₁₄ O ₂	238.28	2.14%
26	19.058	2,6,10-三甲基十五烷	C ₁₈ H ₃₈	254.49	1.25%
27	19.505	异香橙烯环氧化物	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	4.91%
28	21.3	邻苯二甲酸二异丁酯	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	278.34	2.20%
29	21.616	正十九烷	C ₁₉ H ₄₀	268.51	2.40%
30	22.391	正十六碳酸	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256.43	4.43%
31	22.47	邻苯二甲酸二正丁酯	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	278.34	6.79%

实验例4:化学成分检测分析(原料来自:康美新开河人参加工厂果壳活性炭吸附油“蒸参露批号:20190925”)

采用GC-MS对人参挥发油中的化学成分进行分析的具体方法如下:取0.5ml人参挥发油,精密加入正己烷溶液25ml,振摇,静置分层,吸取正己烷层,过0.22μm有机滤膜,取续滤液1μL,上机检测,即得。

[0060] GC条件:HP-5MS毛细管色谱柱(30.0m×250.00μm,0.25μm);载气为He;载气流量

1.0mL/min;程序升温条件:初始温度60℃,保持3.0min,以8℃/min升至280℃,保持10min;进样口温度260℃;不分流进样;溶剂延迟时间2.00min。

[0061] MS条件:EI离子源;电子能量70eV;质量范围m/z 20~600;MS Quad:150℃;MSSource:230℃;NIST-2008标准质谱库。

[0062] 检测结果见图5:人参挥发油总离子流图,详细成分见表4:人参挥发油成分分析结果。

[0063] 表4人参挥发油成分分析结果(康美新开河人参加工厂果壳活性炭吸附油“蒸参露批号:20190925”)

NO	保留时间 (分)	化合物名称	分子式	分子量	相对含量 (%)
1	16.498	丁基羟基甲苯	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	39.34%
2	17.23	(-)-表蓝桉醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	0.60%
3	17.569	斯巴醇	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	2.25%
4	17.674	蓝桉醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	1.21%
5	18.092	杜松脑	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	2.43%
6	18.17	韦得醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	0.81%
7	18.37	人参醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	2.92%
8	18.431	桉油烯醇	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	1.65%
9	18.684	T-杜松醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	1.93%
10	19.581	(-)-斯巴醇	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	0.73%
11	22.585	邻苯二甲酸二正丁酯	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	278.34	32.65%
12	23.535	人参炔醇	C ₁₇ H ₂₄ O	244.37	2.26%
13	25.172	人参环氧炔醇	C ₁₇ H ₂₄ O ₂	260.37	6.24%

实验例5:化学成分检测分析(原料来自:康美新开河人参加工厂乙醚直接萃取油“蒸参露批号:20190925”)

采用GC-MS对人参挥发油中的化学成分进行分析的具体方法如下:取0.5ml人参挥发油,精密加入正己烷溶液25ml,振摇,静置分层,吸取正己烷层,过0.22μm有机滤膜,取续滤液1μL,上机检测,即得。

[0064] GC条件:HP-5MS毛细管色谱柱(30.0m×250.00μm,0.25μm);载气为He;载气流量1.0mL/min;程序升温条件:初始温度60℃,保持3.0min,以8℃/min升至280℃,保持10min;进样口温度260℃;不分流进样;溶剂延迟时间2.00min。

[0065] MS条件:EI离子源;电子能量70eV;质量范围m/z 20~600;MS Quad:150℃;MSSource:230℃;NIST-2008标准质谱库。

[0066] 检测结果见图6:人参挥发油总离子流图,详细成分见表5:人参挥发油成分分析结果。

[0067] 表5人参挥发油成分分析结果(康美新开河人参加工厂乙醚直接萃取油“蒸参露批号:20190925”)

NO	保留时间 (分)	化合物名称	分子式	分子量	相对含量 (%)
1	16.498	丁基羟基甲苯	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	38.76%
2	17.23	(-)-表蓝桉醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	0.46%
3	17.569	斯巴醇	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	2.35%
4	17.674	蓝桉醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	1.24%
5	18.092	杜松脑	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	2.54%
6	18.17	韦得醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	0.76%
7	18.371	人参醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	2.98%
8	18.432	桉油烯醇	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	1.71%
9	18.693	T-杜松醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	1.90%
10	19.579	(-)-斯巴醇	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	0.69%
11	22.586	邻苯二甲酸二正丁酯	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	278.34	32.76%
12	23.517	人参炔醇	C ₁₇ H ₂₄ O	244.37	1.67%
13	25.163	人参环氧炔醇	C ₁₇ H ₂₄ O ₂	260.37	6.63%

实验例6:化学成分检测分析(原料来自:集安吉聚人参加工厂椰壳活性炭吸附油“蒸参露批号:20190922”)

采用GC-MS对人参挥发油中的化学成分进行分析的具体方法如下:取0.5ml人参挥发油,精密加入正己烷溶液25ml,振摇,静置分层,吸取正己烷层,过0.22μm有机滤膜,取续滤液1μL,上机检测,即得。

[0068] GC条件:HP-5MS毛细管色谱柱(30.0m×250.00μm,0.25μm);载气为He;载气流量1.0mL/min;程序升温条件:初始温度60℃,保持3.0min,以8℃/min升至280℃,保持10min;进样口温度260℃;不分流进样;溶剂延迟时间2.00min。

[0069] MS条件:EI离子源;电子能量70eV;质量范围m/z 20~600;MS Quad:150℃;MS Source:230℃;NIST-2008标准质谱库。

[0070] 检测结果见图7:人参挥发油总离子流图,详细成分见表6:人参挥发油成分分析结果。

[0071] 表6人参挥发油成分分析结果(集安吉聚人参加工厂椰壳活性炭吸附油“蒸参露批号:20190922”)

NO	保留时间 (分)	化合物名称	分子式	分子量	相对含量 (%)
1	4.376	4-甲基戊醇	C ₆ H ₁₄ O	102.18	0.98%
2	4.881	cis-4-庚烯-1-醛	C ₇ H ₁₂ O	112.17	1.15%
3	5.029	庚醛	C ₇ H ₁₄ O	114.19	0.67%
4	7.023	1,2-环氧环辛烷	C ₈ H ₁₄ O	126.20	0.87%
5	7.18	辛醛	C ₈ H ₁₆ O	128.21	0.56%
6	9.105	2-甲氧基-3-异丙基吡嗪	C ₈ H ₁₂ N ₂ O	152.19	2.73%
7	10.803	2-甲氧基-3-异丁基吡嗪	C ₉ H ₁₄ N ₂ O	166.22	0.44%
8	11.029	α -松油烯	C ₁₀ H ₁₆	136.23	0.39%
9	16.49	丁基羟基甲苯	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	25.71%
10	17.221	(-)-表蓝桉醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	0.68%
11	17.569	斯巴醇	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	5.79%
12	17.674	蓝桉醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	3.00%
13	17.796	绿花白千层醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	0.91%
14	18.048	草烯环氧化物	C ₁₀ H ₂₄ O	160.29	1.41%
15	18.092	杜松脑	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	4.98%
16	18.17	韦得醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	1.37%
17	18.371	人参醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	6.75%
18	18.432	桉油烯醇	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	3.99%
19	18.684	T-杜松醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	2.60%
20	19.59	异香橙烯环氧化物	C ₁₀ H ₂₄ O	160.29	1.40%
21	22.577	邻苯二甲酸二正丁酯	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	278.34	23.00%

实验例7:化学成分检测分析(原料来自:集安吉聚人参加工厂乙醚直接萃取油“蒸参露批号:20190922”)

采用GC-MS对人参挥发油中的化学成分进行分析的具体方法如下:取0.5ml人参挥发油,精密加入正己烷溶液25ml,振摇,静置分层,吸取正己烷层,过0.22 μ m有机滤膜,取续滤液1 μ L,上机检测,即得。

[0072] GC条件:HP-5MS毛细管色谱柱(30.0m $\times$ 250.00 μ m,0.25 μ m);载气为He;载气流量1.0mL/min;程序升温条件:初始温度60 $^{\circ}$ C,保持3.0min,以8 $^{\circ}$ C/min升至280 $^{\circ}$ C,保持10min;进样口温度260 $^{\circ}$ C;不分流进样;溶剂延迟时间2.00min。

[0073] MS条件:EI离子源;电子能量70eV;质量范围m/z 20~600;MS Quad:150 $^{\circ}$ C;MSSource:230 $^{\circ}$ C;NIST-2008标准质谱库。

[0074] 检测结果见图8:人参挥发油总离子流图,详细成分见表7:人参挥发油成分分析结果。

[0075] 表7人参挥发油成分分析结果(集安吉聚人参加工厂乙醚直接萃取油“蒸参露批号:20190922”)

NO	保留时间 (分)	化合物名称	分子式	分子量	相对含量 (%)
1	4.402	4-甲基戊醇	C ₆ H ₁₄ O	102.18	1.09%
2	4.898	cis-4-庚烯-1-醛	C ₇ H ₁₂ O	112.17	1.15%
3	5.055	庚醛	C ₇ H ₁₄ O	114.19	0.77%
4	7.041	1,2-环氧环辛烷	C ₈ H ₁₄ O	126.20	1.09%
5	7.197	辛醛	C ₈ H ₁₆ O	128.21	0.60%
6	9.113	2-甲氧基-3-异丙基吡嗪	C ₈ H ₁₂ N ₂ O	152.19	2.66%
7	10.812	2-甲氧基-3-异丁基吡嗪	C ₉ H ₁₄ N ₂ O	166.22	0.45%
8	11.038	α-松油烯	C ₁₀ H ₁₆	136.23	0.31%
9	16.498	丁基羟基甲苯	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	24.05%
10	17.221	(-)-表蓝桉醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	0.65%
11	17.578	斯巴醇	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	6.01%
12	17.674	蓝桉醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	3.03%
13	17.796	绿花白千层醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	0.88%
14	18.057	草烯环氧化物	C ₁₀ H ₂₄ O	160.29	1.36%
15	18.092	杜松脑	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	5.19%
16	18.17	韦得醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	1.24%
17	18.371	人參醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	6.58%
18	18.432	桉油烯醇	C ₁₅ H ₂₄ O	220.34	3.94%
19	18.684	T-杜松醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	2.40%
20	19.59	异香橙烯环氧化物	C ₁₀ H ₂₄ O	160.29	1.42%
21	22.586	邻苯二甲酸二正丁酯	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	278.34	22.09%

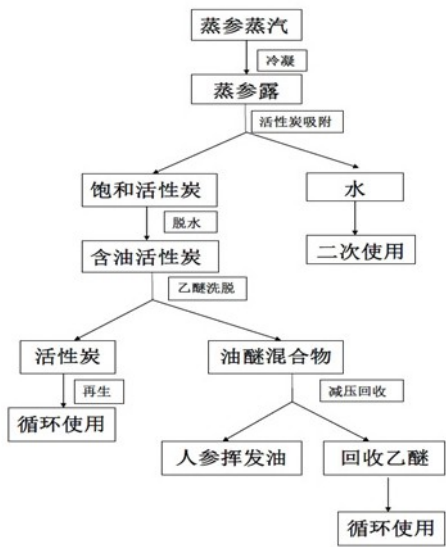


图1

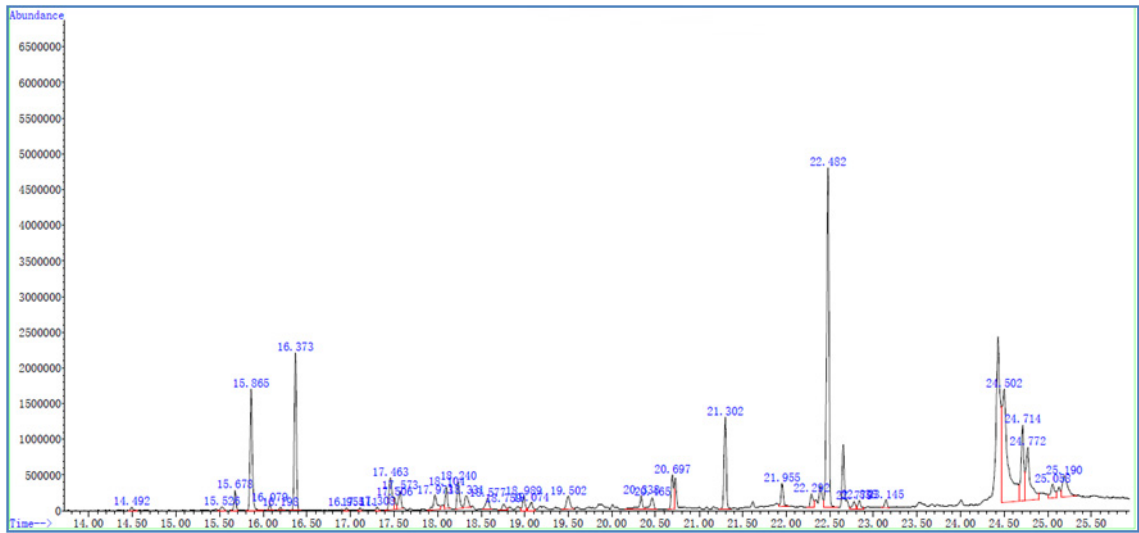


图2

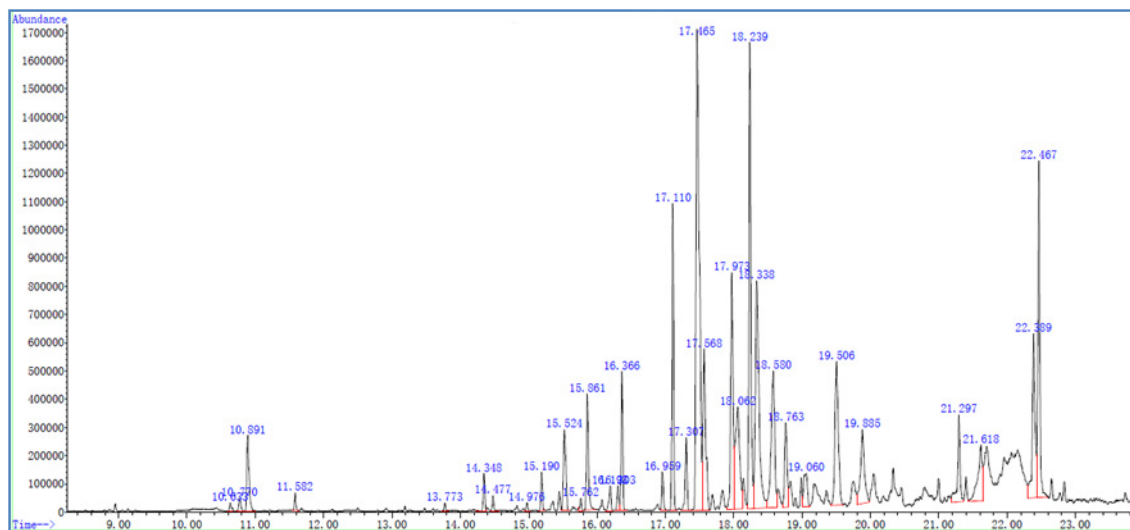
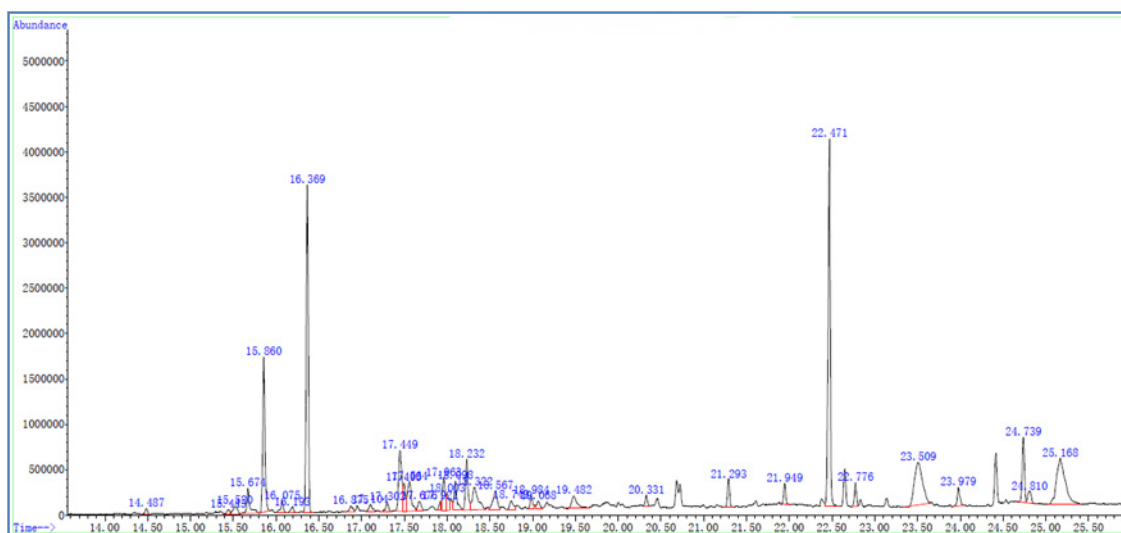


图3



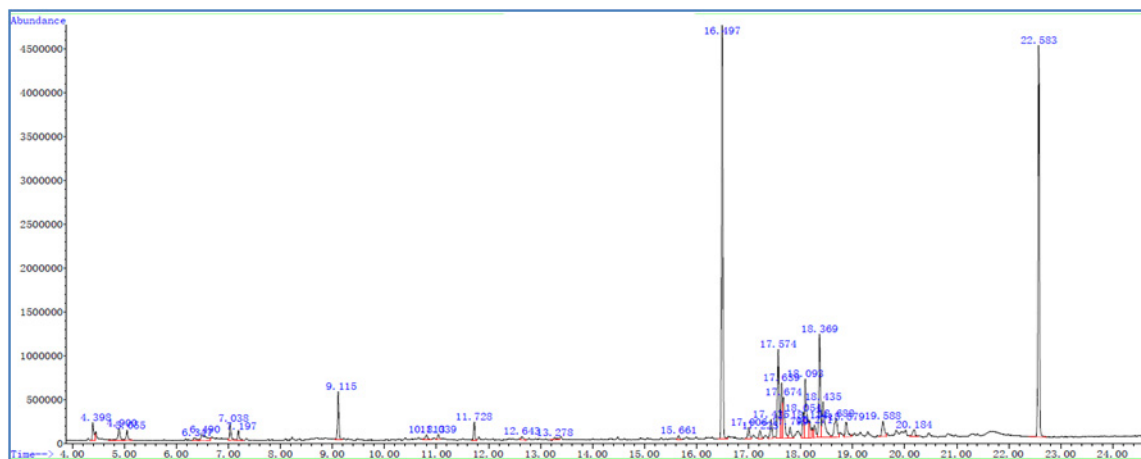


图8