

# 富宁八角茴香最佳采收期研究

李洪潮, 张志信, 张仕秀

(1. 文山学院 生化系, 云南 文山 663000; 2. 文山州生物资源开发研究中心, 云南 文山 663000)

**摘要:**以八角茴香中的茴香油及莽草酸含量为依据, 采用 GB7652—87 分析不同采收时段的八角茴香油的含量, 同时采用高效液相色谱分析莽草酸含量, 确定八角最佳采收时段。结果表明: 10 月 10 日采收的八角茴香中茴香油含量最高, 达到 167.99 mg/g DW; 9 月 30 日采收的八角茴香中莽草酸含量最高, 达到 155.94 mg/g DW。富宁八角的最佳采收期为 9 月底至 10 月中旬。

**关键词:**八角茴香; 茴香油; 莽草酸; 采收期

中图分类号: S 573<sup>+</sup>.3 文章标识码: A 文章编号: 1001—0009(2010)18—0020—04

八角(*Illicium verum*, Hook. f.)是八角科植物八角茴香的干燥成熟果实, 主要产于我国的广西和云南等省区和东南亚, 是一种重要的辛香料<sup>[1]</sup>。其果实分春果和秋果 2 种。春果通常占年产量的 20%, 秋果占 80%。春果每年 3~4 月成熟, 秋果在 9~10 月成熟。八角果实中含有茴香油及莽草酸, 具有较高的食用、药用开发价值。八角茴香油可用于牙膏和牙粉的加香, 改善药剂的味道, 也可用于糖果和酒类的生产, 在中国许多肉制品中都用它作为增香剂; 作为中药, 八角茴香油具有开胃下气、散寒、暖肾及止痛等功效, 研究表明其具有较好的抑菌、杀虫活性和抗自由基氧化作用<sup>[2]</sup>。莽草酸具有抗炎、镇痛作用, 是抗病毒和抗癌药物中间体, 莽草酸的最新应用是用于制造抗禽流感药物“达菲”的重要原料。莽草酸作为禽流感治疗用药达菲的原料受到广泛关注。八角茴香是目前已知莽草酸含量最高的植物, 我国八角茴香占全球的 90%<sup>[3]</sup>。富宁县是八角之乡, 平均年产量为 130 万 kg, 八角油年产 20 万 kg 以上, 栽培面积居全国县级种植面积的 3 位, 产量居第 2 位, 质量则居第 1 位<sup>[4]</sup>。确定富宁八角茴香的最佳采收期, 对于保证富宁八角茴香的优良质地有很强的实际意义。现以富宁县产的不同时段采收的八角茴香(秋果)为原料, 按 GB7652—87 测定八角茴香油含量, 对残渣用水为溶剂超声提取, 采用高效液相色谱测定莽草酸含量, 依据茴香油及莽草酸含量确定富宁八角茴香的最佳采收期, 为富

宁八角茴香的深度开发提供技术依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

八角茴香于 2008 年 9 月 1 日至 11 月 10 日分批采自富宁县里达镇, 经文山学院生化系沐建华讲师鉴定无误, 于 60℃ 烘至恒重, 粉碎, 过 60 目筛备用; 莽草酸对照品(大于 98%)由上海中药标准化研究中心提供。

### 1.2 试验仪器

日本分光 PU2080 高效液相色谱仪; KQ2200 型超声波仪(昆山市超声仪器有限公司); AEL-40SM 十万分之一天平(日本岛津); R201D-II 型旋转蒸发仪(上海申顺生物科技有限公司); DAF-6050 真空干燥箱(上海新苗医疗器械制造有限公司)。

### 1.3 试验方法

1.3.1 八角茴香油提取 取不同采收时段的八角干粉 10 g, 采用水蒸气蒸馏法提取所采八角果样的茴香油, 其技术依据为: GB7652—87。样品中的茴香油含量:

$$\text{茴香油含量}(\text{mg/g DW}) = \frac{W_{\text{茴香油}}}{W_{\text{八角}}}$$

式中:  $W_{\text{茴香油}}$  为八角水提物样品中莽草酸质量(mg),  $W_{\text{八角}}$  为八角样品的质量(g)。

1.3.2 莽草酸的提取<sup>[5]</sup> 经过 1.3.1 项下方法操作后, 余下的残渣以水为溶剂, 按各种设定条件(时间, 料液比, 提取次数, 超声时间)进行超声提取, 提取液减压抽滤, 合并滤液于旋转蒸发仪中浓缩至浸膏, 浸膏 2 次用乙酸乙酯 100 mL 于 50℃ 浸泡数分钟, 倾去上层清液, 残留物 2 次用丙酮 100 mL 回流数分钟, 抽滤, 60℃ 真空干燥至恒重, 作为莽草酸含量测定的样品。

1.3.3 莽草酸含量测定 取 0.0110 g 对照品溶于 100 mL 的甲醇中, 0.45 μm 滤膜过滤, 得到 110 μg/mL 的莽

第一作者简介: 李洪潮(1966-), 男, 云南马关人, 讲师, 现从事生物资源开发利用研究工作。

通讯作者: 张志信(1970-), 男, 云南砚山人, 硕士, 副教授, 现从事天然药物研究工作。E-mail: zhangzx2002@tom.com。

基金项目: 文山学院重点科学研究基金资助项目(08WSZ01)。

收稿日期: 2010-05-31

草酸标准液。色谱条件:日本分光 PU2080 高效液相色谱仪紫外检测器;色谱柱:HIQ Sil C18V (4.6 mm×250 mm,5 μm);流动相:甲醇:水=50:50;流速:0.3 mL/min;柱温:20℃;检测波长:214 nm;进样量:15 μL。分别精密吸取莽草酸标准液 10、8、6、4、2、1 mL 放到 10 mL 容量瓶中,用甲醇定容,得到 110、88、66、44、22、11 μg/mL 的标准溶液。微孔滤膜滤过,利用高效液相色谱测定得到不同浓度标准液的峰高值,由浓度和对应的峰高作标准曲线。得到其回归方程为  $Y=1.9568X+9.1116$ ,  $R^2=0.9937$ 。样品中的莽草酸含量:

$$\text{莽草酸含量}(\text{mg/g DW}) = \frac{W_{\text{莽草酸}}}{W_{\text{八角}}}$$

式中:  $W_{\text{莽草酸}}$  为八角水提物样品中莽草酸质量(mg),  $W_{\text{八角}}$  为八角样品的质量(g)。

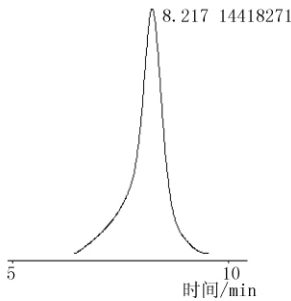


图1 莽草酸对照品高效液相色谱图

1.3.4 回收率的测定 准确称取 2008 年 9 月 1 日采收的八角干粉 10 g,共 3 份,分别加入一定量的莽草酸对照品,按 1.3.2 项下方法操作。根据回收率公式计算出回收率。

1.3.5 精密度试验 精密称取 2008 年 9 月 1 日采收的八角干粉 10 g,共 6 份,按 1.3.1 及 1.3.2 项下方法测定。

## 2 结果与分析

### 2.1 超声作用时间对莽草酸提取率的影响

为探讨超声作用时间对莽草酸提取效果的影响,取 10 g(2008 年 9 月 1 日采收)八角样品,按 1.3.1 项下方法提取茴香油后,加入 300 mL 蒸馏水,水浴温度 70℃,采用不同超声时间提取 3 次,按 1.3.2 项下方法测定莽草酸含量,其试验结果见表 1。

$$\text{回收率} = \frac{(\text{混合后测得莽草酸含量} - \text{样品中莽草酸含量})}{\text{莽草酸对照品加入量}} \times 100\%$$

表1 超声作用时间对莽草酸提取率的影响

超声作用时间/min	20	30	40	50	60
莽草酸提取率/mg·g <sup>-1</sup> DW	44.24	68.36	89.75	86.48	82.96

由表 1 可知,随着超声时间的增加,提取率不断提高,当超声 40 min 时,莽草酸的提取率最高,继续超声则莽草酸的提取率呈现下降趋势,这可能是由于超声时间过长,导致溶剂挥发而造成的。故根据试验结果选择每次超声作用时间为 40 min。

### 2.2 提取温度对莽草酸提取率的影响

为了考察温度对莽草酸提取效果的影响,在其它条件相同的情况下,仅改变超声提取水浴温度,按 1.3.1 及 1.3.2 项下测定莽草酸含量,由表 2 可知,随着超声提取水浴温度的上升,莽草酸的提取率呈现上升趋势,但当超声提取水浴温度超过 70℃,溶剂的挥发量急剧加快,导致提取率下降,根据试验结果确定超声提取水浴温度为 70℃。

表2 提取温度对莽草酸提取率的影响

超声提取温度/℃	30	50	70	90	沸腾
莽草酸提取率/mg·g <sup>-1</sup> DW	59.12	68.64	89.75	80.56	76.32

### 2.3 液料比对莽草酸提取率的影响

为了探讨液料比对莽草酸提取效果的影响,在其它条件相同的情况下,仅改变水和样品的体积质量比,由表 3 可知,当液料比为 30:1 时,莽草酸的提取率最高。液料比太小,溶剂不足以溶解足够多的溶质;而液料比太大,会增加超声波破碎细胞的阻力,使细胞破碎程度下降,从而降低莽草酸的提取率。综上所述,根据试验结果,选择液料比为 30:1。

表3 液料比对莽草酸提取率的影响

液料比/mL·g <sup>-1</sup>	20:1	30:1	40:1	50:1	60:1
莽草酸提取率/mg·g <sup>-1</sup> DW	68.86	89.75	87.37	83.56	80.16

### 2.4 超声提取次数对莽草酸提取率的影响

为探讨超声作用次数对莽草酸提取效果的影响,取 10 g(2008 年 9 月 1 日采收)样品,加入 300 mL 蒸馏水,水浴温度 70℃,每次超声时间 40 min,分别提取 1、2、3、4 次,按 1.3.1 及 1.3.2 项下方法操作,测定莽草酸含量,从表 4 可知,随着提取次数的增加,莽草酸的提取率呈现增加趋势,对样品提取 3 次,样品中的莽草酸基本提取完全,该试验选择超声提取 3 次。

表4 超声提取次数对莽草酸提取的影响

超声提取次数	1	2	3	4
莽草酸提取率/mg·g <sup>-1</sup> DW	49.84	76.78	89.75	89.97

### 2.5 八角茴香中茴香油及莽草酸含量测定

分别称取不同时段采收的八角茴香干粉 3 份,每份 10 g,采用每次超声 40 min,液料比(mL:g)为 30:1,提取水浴温度 70℃,提取 3 次的工艺进行提取,按 1.3.1 和 1.3.2 项下方法进行测定,结果见表 5、6。

表 5 不同采收期八角茴香中茴香油含量测定 ( $n=3$ )

序号	采收时间	茴香油含量			平均值	RSD
	/月-日	/mg · g <sup>-1</sup> DW			/mg · g <sup>-1</sup> DW	/%
1号	9-1	65.41	67.53	63.87	65.60	2.8011
2号	9-10	77.76	79.52	75.43	77.57	2.6448
3号	9-20	101.25	100.68	103.79	101.91	1.6247
4号	9-30	128.37	124.31	127.49	126.72	1.6854
5号	10-10	165.78	168.70	169.48	167.99	1.1611
6号	10-20	160.56	159.23	162.47	160.75	1.0131
7号	10-30	142.87	144.25	145.90	144.34	1.0510
8号	11-10	120.79	121.27	120.51	120.86	0.3180

表 6 不同采收期八角茴香中莽草酸的含量测定 ( $n=3$ )

序号	采收时间	莽草酸含量			平均值	RSD
	/月-日	/mg · g <sup>-1</sup> DW			/mg · g <sup>-1</sup> DW	/%
1号	9-1	86.96	89.75	88.38	88.36	1.5788
2号	9-10	128.36	129.45	130.12	129.31	0.6870
3号	9-20	143.22	145.14	144.87	144.41	0.7197
4号	9-30	156.89	155.24	155.68	155.94	0.5479
5号	10-10	135.64	137.31	135.45	136.13	0.7518
6号	10-20	124.32	125.64	123.47	124.48	0.8784
7号	10-30	123.12	122.45	123.72	123.09	0.5161
8号	11-10	118.27	120.10	120.25	119.54	0.9222

从表 5、6 可知,八角茴香中茴香油及莽草酸的含量在不同采收时段有显著不同,于 2008 年 10 月 10 日采收的八角茴香中茴香油含量最高,达到 167.99 mg/g DW,在此之后,茴香油的含量逐渐减少;而 2008 年 9 月 30 日采收的八角茴香中莽草酸含量最高,达到 155.94 mg/g DW,在此之后,莽草酸的含量也随之减少。为保证八角茴香的品质,应该在茴香油及莽草酸含量最高时采收,根据试验结果,建议在每年的 9 月底至 10 月中旬之间采收八角茴香。

八角茴香油的主要成分为茴香醚,此外,尚含有茴香醛、甲基胡椒酚、茴香酸、茴香酮、蒎烯、水芹烯、柠檬烯、1,8-桉叶素、黄樟醚等成分。在生物的代谢途径中,有一种叫做莽草酸代谢,这种代谢方式存在于大量高等植物与微生物中。所谓莽草酸代谢,就是以莽草酸为中间物质,在生物体内进一步合成分解,生成其它化合物。换言之,莽草酸存在于大量高等植物或微生物。具有 C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub> 骨架的化合物,一般认为其共同的生源是莽草酸,由其形成的苯丙氨酸经苯丙氨酸脱氨酶脱去氨后生成桂皮酸,是桂皮酸的前体物质,桂皮酸再经过一系列代谢反应,转化为茴香油中的成分,如茴香醚、甲基胡椒酚等成分,故 2008 年 9 月 30 日采收的八角茴香中莽草酸含量最高,而到了 2008 年 10 月 10 日,其莽草酸的含量有较大幅度下降,茴香油含量大幅度上升,达到最大值,这一测定结果与莽草酸代谢途径密切相关。

## 2.6 样品回收率试验

以八角茴香样品 10 g(2008 年 9 月 1 日采收)进行

回收率试验。由表 7 知,该试验的平均回收率为 98.28%,相对标准偏差(RSD%)为 1.1283%。

表 7 回收率试验结果

样品莽草酸含量	加入莽草酸量	总莽草酸含量	回收率	RSD
/mg · g <sup>-1</sup>	/mg	/mg · g <sup>-1</sup>	/%	/%
89.75	2.00	91.69	97.00	
89.75	4.00	93.71	99.00	1.1283
89.75	6.00	95.68	98.83	

## 2.7 精密度试验

从表 8 可知,相对标准偏差为 1.1549%,结果显示重现性较好,精密度较高。

表 8 精密度试验结果 ( $n=6$ )

样品号	1	2	3	4	5	6	RSD/%
莽草酸含量							
/mg · g <sup>-1</sup> DW	86.96	89.75	88.38	87.97	89.49	88.66	1.1549

## 3 结论与讨论

### 3.1 9 月底至 10 月中旬为最佳采收期

通过对不同采收期的富宁八角茴香中的茴香油及莽草酸含量进行测定,2008 年 10 月 10 日采收的八角茴香中茴香油含量最高,达到 167.99 mg/g DW,2008 年 9 月 30 日采收的八角茴香中莽草酸含量最高,达到 155.94 mg/g DW,建议在每年的 9 月底至 10 月中旬之间采收。

### 3.2 测定方法稳定可靠

按 GB7652-87 提取茴香油,对其留下的八角茴香残渣采用超声提取,以莽草酸为标准品,测定莽草酸含量,具有简便、稳定、结果可靠的优点,对进一步开发利用八角茴香中的茴香油及莽草酸有较高的实际价值。

### 3.3 对八角茴香的品质评价更为全面

以茴香油及莽草酸的含量为指标,确定八角茴香的最佳采收期,与单一采用茴香油含量或莽草酸的含量为依据确定采收期的方式相比,结论更为全面、可靠。

此外,八角茴香中茴香油与莽草酸含量的峰值不同步,与莽草酸代谢途径密切相关,其代谢模式有待进一步研究。

## 参考文献

- [1] 宋小妹,唐志书.中药化学成分提取分离与制备[M].北京:人民卫生出版社,2004:31-33.
- [2] 李祖光,许丹倩,徐振元.八角茴香挥发性风味成分的研究[J].中国调味品,2002(10):13-16.
- [3] 刘永友,廖晓峰.莽草酸的研究进展[J].化工时刊,2007,21(3):54-57.
- [4] 张志信,李洪潮,胡国海,等.云南野生八角茴香中莽草酸含量测定[J].时珍国医国药,2009,20(5):1135-1136.
- [5] 林海祿,彭雪娇,罗明标,等.八角茴香中莽草酸超声提取工艺研究[J].食品科技,2007(4):76-78.

# 不同覆盖方式下的西瓜地养分对比研究

丁秀玲, 许 强

(宁夏大学 农学院, 宁夏 银川 750021)

**摘要:** 对不同覆盖方式下的西瓜地土壤养分进行了对比研究。结果表明: 地面增加覆盖物后可以减轻耕层的含盐量使盐分由上层转移到下层, 而灌水能使土壤容重增加, 其中抑盐效果最好的是地膜覆盖, 其次是砂田+地膜覆盖、砂石覆盖次之; 在无灌溉水的条件下, 养分利用率依次是砂石+地膜覆盖>砂石覆盖>地膜覆盖, 并且 0~20 cm 和 20~40 cm 土层土壤碱解氮和全氮含量最高的覆盖方式是地膜覆盖, 最低的是砂石+地膜覆盖。因此, 在干旱地区推广发展砂石+地膜覆盖并适当增施肥料, 有助于增产增收, 保持干旱地区农业的持续发展。

**关键词:** 不同覆盖方式; 西瓜地; 养分; 对比

**中图分类号:** S 651 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-0009(2010)18-0023-04

土壤养分的累积与土壤性质、施肥状况与生产水平等密切相关, 了解一个地区温室栽培土壤养分累积特性是指导合理施肥的基础, 也是评价过量施肥可能带来环境问题的重要方面<sup>[1]</sup>。通过 14.5 a 的定点试验表明, 长期使用化肥使土壤孔隙度降低, 土壤容重增加, 其值高达 1.4299 g/cm<sup>3</sup><sup>[2]</sup>。施肥对提高作物产量和品质起到了不可忽视的作用, 但过量施肥可引起了土壤养分比例

失调和次生盐渍化现象, 进而引起作物产量降低等问题, 这些问题在我国不少保护地栽培中已相当普遍, 成为制约作物栽培持续发展的主要因子之一。前人在这领域已开展了不少研究<sup>[3-5]</sup>, 但应该看到, 目前对作物生长过程中土壤剖面养分特别是不同覆盖养分动态变化的研究相对较少。研究在保护地的种植条件下, 不同养分配比及其用量对土壤剖面养分累积的影响, 以便为指导农民合理进行施肥与灌溉提供科学依据<sup>[1]</sup>。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验地点

布置在宁夏中卫市香山乡红圈子, 该地区属于典型的中部干旱带, 常年以砂田免耕法种植西瓜和甜瓜。供试土壤为砂土, 土壤耕层容重(0~20 cm)性状见表 1。供试作物为西瓜, 供试品种为金城 5 号; 行距 2.0 m, 株距 1.5 m, 种植密度为 220 株/667m<sup>2</sup>。

## Determination of Optimum Harvest Period of *Illicium verum* Hook. f from Funing

LI Hong-chao, ZHANG Zhi-xin, ZHANG Shi-xiu

(1. Department of Biochemistry Wenshan University, Wenshan, Yunnan 663000; 2. Wenshan Biological Resources Research and Development Centre, Wenshan, Yunnan 663000)

**Abstract:** The objective of the research was to determine the optimum harvest period of Funing *Illicium verum* Hook. f. Content of star anise oil and shikimic acid in *Illicium verum* Hook. f from Funing harvested in different period was analyzed with the method of GB7652-87 analysis and high-performance liquid chromatography analysis, separately. The results showed that the star anise oil content in the fruit reached the maximum of 167.99 (mg/g DW) in October 10. While shikimic acid content was the highest (155.94 mg/g DW) in the fruit picked on September 30. The best harvesting time of *Illicium verum* Hook. f was in the period from the end of September to mid-October.

**Key words:** *Illicium verum* Hook. f; star anise oil; shikimic acid; harvest period