

水蒸气蒸馏法提取八角中莽草酸及茴香油

王沈燕¹ 李思美¹ 李济甫¹ 孟珂漪¹ 杨洁^{1,2,3}

(1. 武汉东湖学院护理与健康管理学院(生命科学与化学学院),湖北 武汉 430212; 2. 武汉东湖学院生物医用材料创新研究所,湖北 武汉 430212; 3. 华中科技大学生命科学与技术学院,湖北 武汉 430074)

摘要: [目的] 提高八角产业的附加值。[方法] 通过水蒸气蒸馏分离出八角中的茴香油,去油后的粗提液经离子交换法纯化得高纯度的莽草酸。在蒸馏过程中确定了八角粉粒度、料液比、水蒸气蒸馏次数等参数,在莽草酸分离纯化过程中,采用单因素试验和响应面法优选了上样溶液 pH、洗脱流量、洗脱液 HCl 体积分数,并将水蒸气蒸馏法与热回流法进行了对比。[结果] 八角粉粒度为 100 目、料液比 1:15 (g/mL),水蒸气蒸馏 2 次后茴香油的产率高达 13.55%;离子交换纯化过程中,上样溶液 pH 为 4.0、洗脱流量为 27 mL/h、洗脱液 HCl 体积分数为 4.40% 时莽草酸产率达 11.05%,纯度在 98.50% 以上。[结论] 该方法实现了高产率综合提取两种活性成分的目标。

关键词: 八角;茴香油;莽草酸;水蒸气蒸馏法;分离纯化

Extraction of shikimic acid and anise oil from *Illicium verum* Hook. f. using steam distillation method

WANG Shenyan¹ LI Simei¹ LI Jifu¹ MENG Keyi¹ YANG Jie^{1,2,3}

(1. College of Nursing and Health Management & College of Life Science and Chemistry, Wuhan Donghu University, Wuhan, Hubei 430212, China; 2. Innovation Institute for Biomedical Materials, Wuhan Donghu University, Wuhan, Hubei 430212, China; 3. College of Life Science and Technology, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan, Hubei 430074, China)

Abstract: [Objective] This study aimed to improve the added value of the industry of *Illicium verum* Hook. f. [Methods] The anise oil in *I. verum* was separated by steam distillation, and the high-purity shikimic acid was obtained from the crude by ion exchange. During the distillation process, parameters such as particle size of *I. verum* powder, material liquid ratio, and number of steam distillation times were determined. In the separation and purification process of shikimic acid, single factor experiments and response surface methodology were used to optimize the pH of the sample solution, elution flow rate, and volume fraction of HCl of the elution solution. The steam distillation method was compared with the thermal reflux method. [Results] The yield of anise oil reached 13.55% with the particle size of *I. verum* powder (100 mesh), the material liquid ratio 1:15 (g/mL), and steam distillation twice; In the ion exchange purification process, when the pH of the sample solution was 4.0, the elution flow rate was 27 mL/h, and the volume fraction of HCl of the eluent was 4.40%, the yield and purity of shikimic acid reached 11.05% and 98.50%, respectively; The steam distillation method had more industrial value. [Conclusion] This method achieved the goal of high-yield rate comprehensive extraction of two active ingredients.

Keywords: *Illicium verum* Hook. f.; anise oil; shikimic acid; steam distillation; separation and purification

八角又称大八角、八角茴香,为木兰科八角属植物八角茴香(*Illicium verum* Hook. f.)的果实。八角作为天然药用植物,富含莽草酸、茴香油、多糖、黄酮、萜类等活性成分^[1-2]。

目前,科研人员对八角中活性成分的提取多集中于单一提取具有抗菌、镇痛、抗血栓、抗癌、抗病毒等功能的莽草酸^[3],鲜有对其他成分一并提取的报道^[3]。也有个别在莽草酸提取工艺中以副产物回收的方式来回收茴香

基金项目: 湖北省自然科学基金项目(编号:2022CFB197);湖北省高校优秀中青年科技创新团队项目(编号:T2022048);2022年度“东湖未来之星”大学生科研基金重点项目(编号:4)

通信作者: 杨洁(1976—),女,武汉东湖学院副教授,博士。E-mail: yangjiewdu@163.com

收稿日期: 2024-01-10 **改回日期:** 2024-05-24

油,如李健等^[4]采用水蒸气蒸馏法对八角中的精油和莽草酸进行了提取,但仅分出了茴香油,并没有对莽草酸进行分离纯化;黄芳芳等^[5]采用挥发油提取装置分离了茴香油,但只研究了两种吸附方法是否能分离莽草酸,并没有对该工艺进行优化,莽草酸得率仅 2.76%,含量为 91.59%。也有采用多个组分无差别地同时提取,如吕琪等^[6]采用乙醇溶液同时提取茴香油和莽草酸,再经石油醚萃取分离出茴香油,水相经柱层析分离纯化得到高纯度莽草酸,但由于处理过程复杂,莽草酸得率为 5.8%。因此,开发操作简便,提取过程经济、环保的方法尤为必要。

茴香油是易挥发性油状物,难溶于水,而莽草酸易溶于水,根据二者性质,可以选择成本低廉的水蒸气蒸馏法先脱脂回收挥发性茴香油,再选择合适方法分离纯化莽草酸,提高八角产业的附加值^[7]。因此,研究拟以水为溶剂,采用水蒸气蒸馏法先蒸馏出茴香油,脱脂去油后的粗提液再选择 331 弱碱性阴离子交换树脂进行分离纯化,以期获得较高的纯度和综合产率。

1 材料与仪器

1.1 材料与试剂

八角:产地广西,市售;

莽草酸对照品:纯度>98%,上海阿拉丁试剂有限公司;

茴香油对照品:上海阿拉丁试剂有限公司;

331 弱碱性环氧系阴离子交换树脂:郑州和成新材料科技有限公司;

其他试剂均为分析纯。

1.2 仪器与设备

高速粉碎机:FW100 型,天津市泰斯特仪器有限公司;

电子分析天平:AUY-120 型,日本岛津公司;

集热式恒温加热磁力搅拌器:DF-101S 型,郑州长城科工贸有限公司;

高效液相色谱:LC-UV100 型,上海伍丰科学仪器有限公司;

红外光谱仪:Nicolet iS5 型,美国赛默飞世尔科技公司。

1.3 试验方法

1.3.1 八角中莽草酸和茴香油的提取 将八角干果放入烘箱中 40℃ 烘干,粉碎分别过 40, 60, 80, 100, 120 目筛。取过筛后的八角粉 5.0 g,按不同料液比[1:5, 1:10, 1:15, 1:20, 1:25 (g/mL)]加入纯水在室温下浸泡 24 h 后,倾入三颈烧瓶,加入搅拌子缓慢搅拌,水蒸气蒸馏至稍干,再加入相同料液比的纯水继续蒸馏至完全无油状物蒸出,蒸馏次数分别为 1, 2, 3 次。馏出液合并置于-3℃ 下冷却,上层为固体油脂,过滤,得精制白色或淡黄色固体茴香油,室温下放置为无色或淡黄色透明液体。

剩余蒸馏液除渣后与分离茴香油后的滤液合并浓缩至 1/2 体积,加 1/3 倍体积的石油醚脱脂后得莽草酸粗提

液。再经离子交换树脂吸附洗脱,收集洗脱液。将洗脱液减压浓缩至 2~5 mL,按体积比 1:10 加入 95% 乙醇重结晶,静置冷却,使莽草酸完全析出为止。抽滤,用少量乙醇洗涤,60℃ 干燥,得高纯度莽草酸。

1.3.2 单因素试验 通过预试验,对以八角粉末粒度为 100 目,八角粉末与纯水的料液比为 1:15 (g/mL),室温浸泡 24 h 后,水蒸气蒸馏 2 次为基础提取条件的粗提液,分别考察离子交换过程中上样溶液 pH(1, 2, 3, 4, 5)、洗脱液 HCl 体积分数(1%, 2%, 3%, 4%, 5%)、洗脱流量(15, 30, 45, 60, 75 mL/h)对莽草酸产率的影响。

1.3.3 响应面试验 在莽草酸的分离纯化过程中,基于单因素试验优化结果,以上样溶液 pH、洗脱流量、洗脱液 HCl 体积分数为自变量,以莽草酸产率为因变量,采用 Box-Behnken 试验设计优化莽草酸分离纯化参数。

1.3.4 莽草酸和茴香油定性分析 参照文献[8],采用薄层层析(TLC)法对精制后的茴香油和莽草酸分离纯化过程中的粗提液、洗脱液和重结晶湿品进行定性分析。

1.3.5 莽草酸和茴香油的产率计算

(1) 莽草酸标准曲线的绘制:根据文献[9]绘制标准曲线,得标准曲线方程: $y=4E+06x-1\,790.4$, $R^2=0.999\,8$ 。

(2) 莽草酸含量测定及产率计算:精密称取莽草酸样品 10 mg,配制成质量浓度为 0.04 mg/L 的样液,操作过程同 1.3.5(1),测得莽草酸样品含量。按式(1)计算莽草酸产率。

$$w = \frac{c \times m}{m_0} \times 100\%, \quad (1)$$

式中:

w ——莽草酸产率,%;

c ——莽草酸含量,%;

m ——莽草酸质量,g;

m_0 ——八角粉末总质量,g。

(3) 茴香油产率计算:称量经水蒸气蒸馏回收的茴香油质量和干燥后的八角粉末总质量,按式(2)计算茴香油产率。

$$\eta = \frac{m_1}{m_0} \times 100\%, \quad (2)$$

式中:

η ——茴香油产率,%;

m_1 ——茴香油质量,g;

m_0 ——八角粉末总质量,g。

1.3.6 对比试验 以热回流法代替水蒸气蒸馏提取八角中的莽草酸,其余工艺参数同优化后的水蒸气蒸馏提取工艺。

1.3.7 红外光谱分析 取干燥至恒重的茴香油 3.5 μ L 加入至研磨粉碎后的 KBr 粉末中,研磨混匀后压片采用 Nicolet iS5 型红外光谱仪扫描测定。

1.3.8 数据处理 各因素优化试验采用 Origin 2021 绘图和数据分析;响应面试验采用 Design Expert 10.0.7 软件进行统计分析。

2 结果与分析

2.1 八角粉粒度对茴香油和莽草酸产率的影响

由图 1 可知,八角粉粒度为 40~100 目时其粒度大小对莽草酸和茴香油的产率影响明显,但粒度为 100~120 目时折线趋于水平。这是因为八角粉颗粒越小,与溶媒接触的表面积越大,可促进有效成分的溶解与释放,加快反应速率,提高目标物的产率,但颗粒过细,颗粒间吸附作用渐强,易结块,致使溶媒扩散速度降低,目标物产率变化不大。此外,目数越大,料液的黏性也越大,会增加后期抽滤难度。因此,八角粉粒度选择 100 目较为合适。

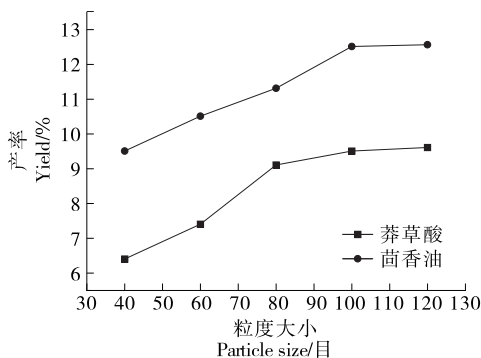


图 1 八角粉粒度对茴香油和莽草酸产率的影响

Figure 1 Effects of particle sizes on the yields of anise oil and shikimic acid

2.2 料液比对茴香油和莽草酸产率的影响

由图 2 可知,随着用水量的增加,茴香油和莽草酸的产率均先增大后降低,当料液比为 1:15 (g/mL) 时二者达到最高值,分别为 7.0%,11.4%。继续增加用水量,茴香油的产率迅速下降,是由于茴香油难溶于水,用水量的增加并不能促进茴香油的溶出,反而促进了八角颗粒中其他杂质成分的溶解,在水蒸气蒸馏过程中,形成共沸,使茴香油产率降低^[10];大量杂质成分的溶出,致使莽草酸的纯化过程困难,产率也有所下降。此外,用水量的增加,还提高了提取过程中的能耗,成本增大。因此,料液比选择 1:15 (g/mL) 较佳。

2.3 蒸馏次数对茴香油和莽草酸产率的影响

由图 3 可知,采用 1:15 (g/mL) 的料液比,在蒸馏两次后,莽草酸的产率高达 10.7%,茴香油产率为 10.4%。蒸馏过程中,第 2 次蒸馏时已无明显油状物,第 3 次蒸馏后,变化不大,茴香油产率略有上升,但莽草酸因为在较高温度下提取时间过长产生热解反应,使产率明显降低。因此,选择蒸馏 2 次较佳。

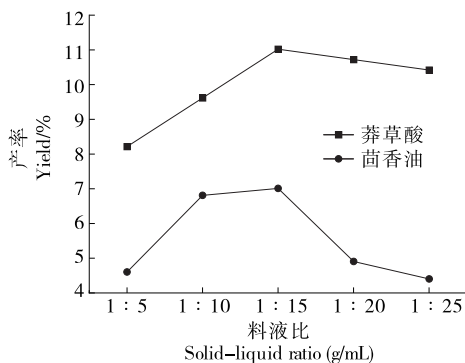


图 2 料液比对茴香油和莽草酸产率的影响

Figure 2 Effects of material liquid ratio on the yields of anise oil and shikimic acid

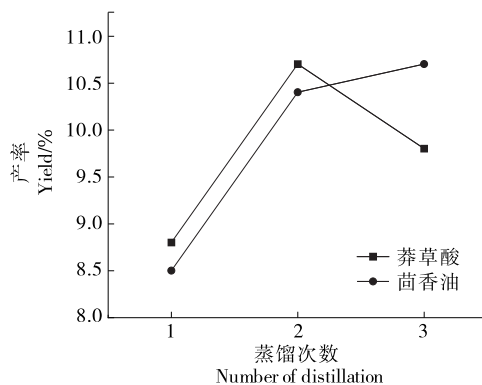


图 3 蒸馏次数对茴香油和莽草酸产率的影响

Figure 3 Effects of distillation times on the yields of anise oil and shikimic acid

2.4 莽草酸分离纯化工艺单因素试验优化

由图 4 可知,优化后的上样液 pH 为 4;洗脱流量为 15 mL/h 时产率最高,但流量太小,分离缓慢,易造成柱子堵塞,树脂再生困难,而流量为 30 mL/h 的产率虽然略低,但分离速度快,不会造成柱子堵塞,总体效率高,因此选择较优洗脱流量为 30 mL/h;优化后的洗脱液 HCl 体积分数为 4.0%。

2.5 响应面试验优化莽草酸纯化工艺

响应面试验因素水平设计见表 1,试验结果见表 2。

利用 Design Expert 10.0.7 软件对表 2 中的数据进行多元回归拟合,得二元回归方程:

$$Y = 10.93 - 0.12A - 0.51B + 0.22C - 0.20AB + 0.184C + 0.17BC - 1.56A^2 - 1.02B^2 - 0.21C^2 \quad (3)$$

由表 3 可知,回归模型 $P < 0.0001$,极显著;失拟项 $P = 0.0649 > 0.05$,不显著;模型相关系数 R^2 为 0.9924,校正相关系数 R^2_{Adj} 为 0.9825,说明 99.24% 的响应值变化来源于所选因素,回归模型与实际试验拟合程度较好^[11]。利用该模型可以很好地对八角中莽草酸纯化工艺中各因素

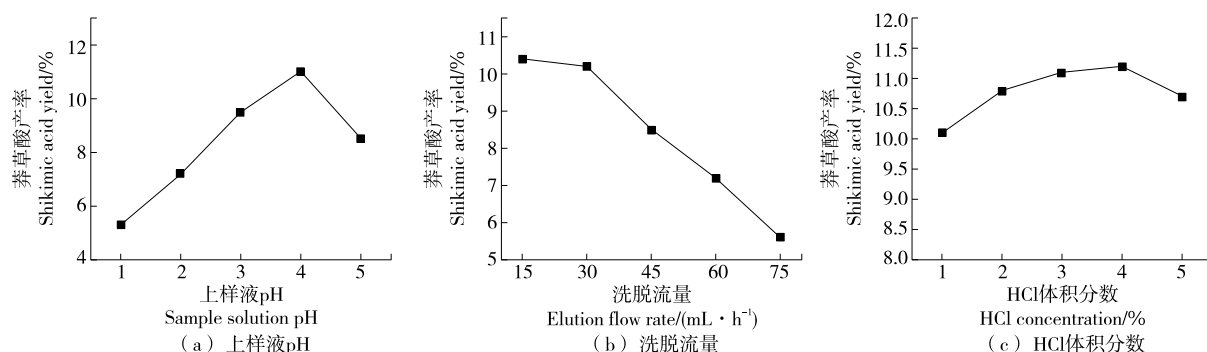


图4 各因素对莽草酸产率的影响

Figure 4 Effects of various factors on the yield of shikimic acid

表1 响应面试验因素水平

Table 1 Factors and levels of response surface experiment

水平	A 上样液 pH	B 洗脱流量/ (mL·h ⁻¹)	C 洗脱液 HCl 体积分数/%
1	3	15	3
0	4	30	4
-1	5	45	5

表2 响应面试验结果

Table 2 Results of response surface experiment

试验号	A	B	C	产率/%
1	-1	-1	0	8.61
2	1	-1	0	8.97
3	-1	1	0	8.13
4	1	1	0	7.68
5	-1	0	-1	9.35
6	1	0	-1	8.54
7	-1	0	1	9.43
8	1	0	1	9.33
9	0	-1	-1	10.23
10	0	1	-1	8.74
11	0	-1	1	10.32
12	0	1	1	9.52
13	0	0	0	10.83
14	0	0	0	10.94
15	0	0	0	10.87
16	0	0	0	11.01
17	0	0	0	11.02

进行分析和预测。由 F 检验值可知,各因素的影响程度分别为洗脱流量>洗脱液 HCl 体积分数>上样液 pH。

由图 5 可知,上样液 pH 与洗脱流量、上样液 pH 与洗脱液 HCl 体积分数、洗脱流量与洗脱液 HCl 体积分数两两交互图均呈椭圆形,且 3D 图中有极值,交互作用显著,说

表3 回归模型方差分析[†]

Table 3 Analysis of variance of regression model

方差来源	平方和	自由度	均值	F 值	P 值	显著性
模型	18.95	9	2.11	100.96	<0.000 1	**
A	0.12	1	0.12	5.99	0.044 2	*
B	2.06	1	2.06	98.81	<0.000 1	**
C	0.38	1	0.38	18.15	0.003 7	**
AB	0.16	1	0.16	7.87	0.026 3	*
AC	0.13	1	0.13	6.04	0.043 6	*
BC	0.12	1	0.12	5.71	0.048 2	*
A ²	10.29	1	10.29	493.43	<0.000 1	**
B ²	4.41	1	4.41	211.41	<0.000 1	**
C ²	0.18	1	0.18	8.76	0.021 1	*
残差	0.15	7	0.02			
失拟项	0.12	3	0.04	5.59	0.064 9	
纯误差	0.03	4	7.03E-003			
总变异	19.09	16				

[†] **表示差异极显著($P<0.01$);*表示差异显著($P<0.05$);
 $R^2=0.992\ 4$, $R^2_{\text{Adj}}=0.982\ 5$ 。

明交互因素对莽草酸的产率影响非常大^[12]。利用回归方程预测,莽草酸纯化工艺的最佳参数为:上样液 pH 3.999、洗脱流量 26.825 mL/h、洗脱液 HCl 体积分数 4.434%,此时莽草酸产率可达 11.035%。根据实际可操作性,将参数修正为 pH 4、洗脱流量 27 mL/h、洗脱液 HCl 体积分数 4.4%。为了验证该方案是否可行,按照修正后的参数进行验证实验,重复 3 次,莽草酸产率分别为 11.13%, 11.01%, 11.02%, 平均产率为 11.05%, RSD 为 0.603%,与响应面预测值误差<1%,表明该模型可用于莽草酸纯化工艺条件优化。

2.6 TLC 法对莽草酸和茴香油定性分析

由图 6 可知,经水蒸气蒸馏法提取精制的茴香油各成分的比移(R_f)值与标准品极其接近,说明所制得样品与

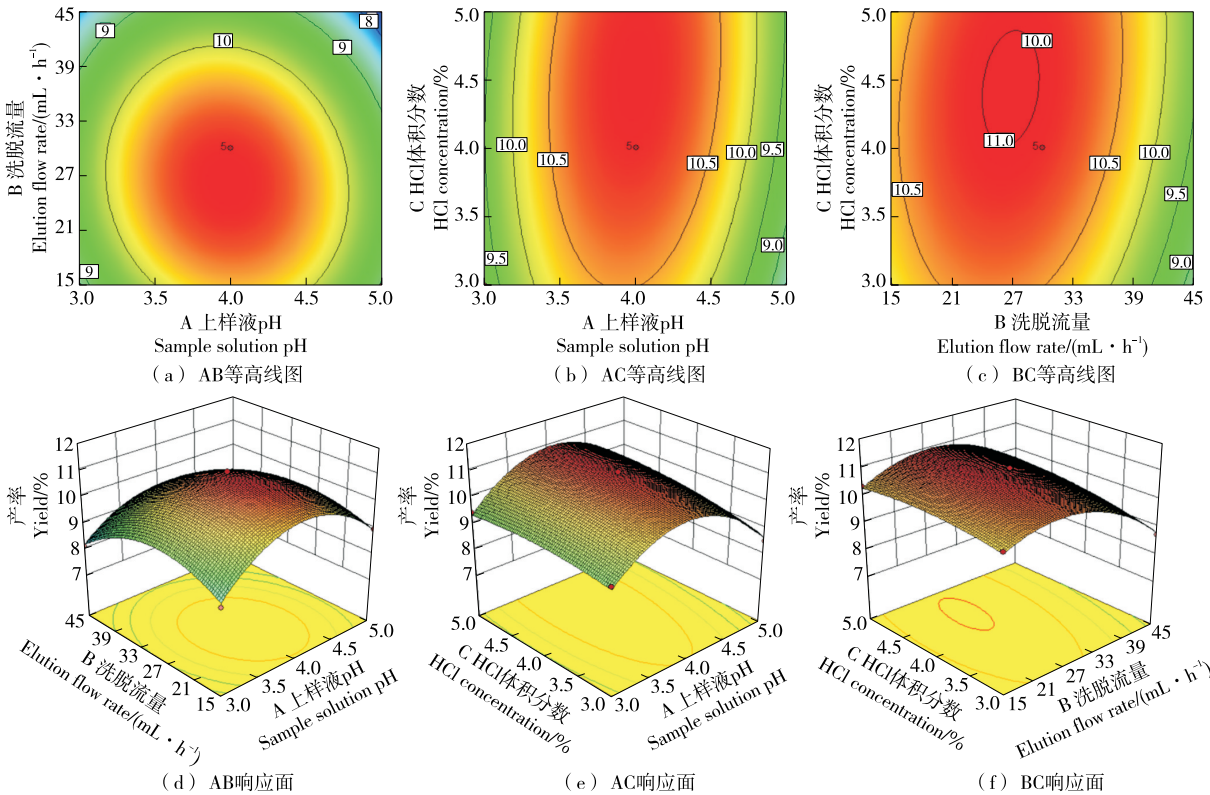


图 5 各因素交互作用对莽草酸产率影响的等高线图和响应面图
Figure 5 Response analysis of the interaction of various factors on the yield of shikimic acid

准茴香油成分基本一致。由图 7 可知,除去大量脂溶性杂质后的粗提液中含有一定量的莽草酸和极性杂质;经离子交换后,洗脱液中几乎无杂质;用乙醇溶液重结晶后莽草酸湿品的纯度与标准品很接近,干燥后的纯度达 98.50% 以上。

2.7 与热回流提取法对比分析

研究所用广西八角中的茴香油实测含量为 16.7%,莽草酸含量为 14.2%。由表 4 可知,采用水蒸气蒸馏法提取可以获得产率分别为 13.55% 的茴香油和 11.05% 的莽草

酸,而热回流法仅得到莽草酸,产率为 11.10%,其原因是热回流法在除渣后,采用石油醚萃取,萃取油相中因含有较多的挥发油、茴香油、脂肪油、树脂等组分^[13],颜色浑浊,进一步处理困难,分离成本高,不宜回收。

2.8 茴香油和莽草酸质量表征

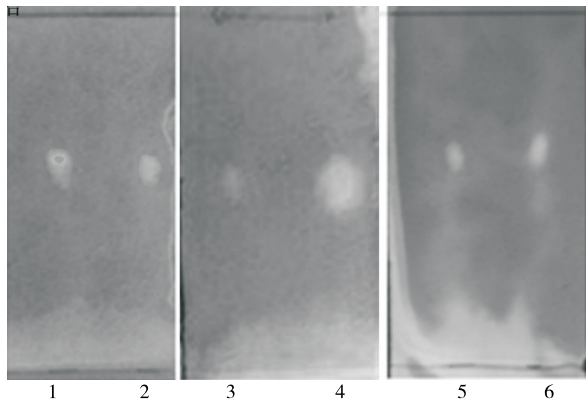
2.8.1 茴香油红外光谱分析 如图 8 所示,茴香油标准品



1. 茴香油精制品 2. 茴香油标准品

图 6 茴香油精制品分析

Figure 6 TLC analysis of refined anise oil samples



1. 粗提液 2、4、6. 莽草酸标准品 3. 离子交换后的洗脱液 5. 重结晶湿品

图 7 莽草酸分离纯化过程分析

Figure 7 TLC analysis of the separation and purification process of shikimic acid

表4 水蒸气蒸馏与热回流法提取比较

Table 4 Comparison between extraction of steam distillation and thermal reflux ($n=3$)

提取方法	提取时间/h	产品	产率/%	产品纯度/%	外观
水蒸气蒸馏法	1.5~2.0	茴香油	13.55±0.50		淡黄色透明液体
		莽草酸	11.05±0.20	99.90±0.05	白色粉末
热回流法	1.5	莽草酸	11.10±0.20	99.90±0.05	白色粉末

及茴香油均在 $3\,400, 2\,900, 1\,550, 1\,282\text{ cm}^{-1}$ 左右有特征指纹峰, 在 $2\,700\sim 2\,000\text{ cm}^{-1}$ 左右有较平稳的振动吸收峰^[14], 与 $1\,556.41\text{ cm}^{-1}$ 处的芳烃 C=C 骨架振动的吸收峰较强, 形成三角形峰, 与文献[15]图谱一致, 标准品与样品二者成分几乎完全一致。说明采用水蒸气蒸馏所提取的茴香油几乎为纯品。

2.8.2 莽草酸 HPLC 分析 采用 HPLC 色谱仪在 213 nm 下对制得的莽草酸进行定性定量分析, 在相同的液相条件下进样, 标准品的主峰保留时间为 3.95 min , 样品特征峰保留时间为 3.99 min , 特征峰之前基线较稳定 (见图 9), 可视为同一物质, 采用外标法定量检测, 莽草酸纯度均在 98.50% 以上。

2.8.3 产品质量性状 按照优化后工艺制备的茴香油在室温 ($25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右) 下为淡黄色透明液体, 有浓郁的八角大茴香脑香味, 降温至 $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 逐渐凝结为固体, 折光率为 1.556 , 红外光谱法鉴定与茴香油标准品吻合, 在 $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 贮藏, 具有良好的稳定性, 符合茴香油国家标准 (GB

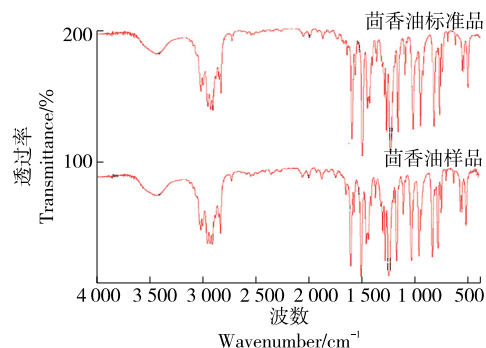


图8 茴香油红外吸收光谱图

Figure 8 Infrared absorption spectra of anise oil

1886.140—2015)。制备的莽草酸含量均在 98.50% 以上, 白色粉末, 味微酸, 粒度均匀, 水分含量低于 0.50% , 熔点为 $180\sim 183\text{ }^{\circ}\text{C}$, 产品避光保存 6 个月, 无结块, 无色泽变化, 稳定性良好, 符合中国医药保健品进出口商会团体标准 (T/CCCMHP1E 1.50—2019)。

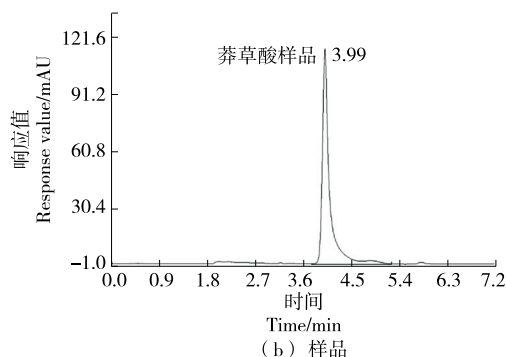
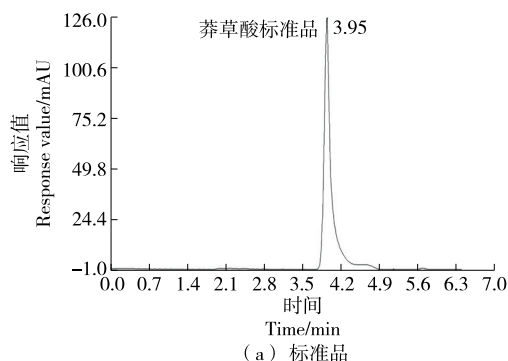


图9 莽草酸 HPLC 图

Figure 9 HPLC spectrum of shikimic acid

3 结论

水蒸气蒸馏法提取八角中的莽草酸及茴香油, 当八角颗粒粒度为 $100\text{ }\mu\text{m}$ 、料液比为 $1:15\text{ (g/mL)}$, 蒸馏 2 次后可实现莽草酸的最大程度提取, 茴香油也几乎完全回收, 提取后的莽草酸经离子交换层析分离纯化后, 最高产率可达 11.05% , 茴香油产率可达 13.55% , 这种综合提取方法实现了高产率提取、分离两种活性成分的目标。相比之下, 热回流法在相同工艺条件下只能分离莽草酸, 且产率

与前者基本持平。但这种综合提取方法是否可以同时高产率提取 3 种以上活性成分, 还有待于进一步研究。

参考文献

- [1] 包正宇, 李耀文, 李言, 等. 八角茴香的生物学活性及其应用[J]. 食品与发酵工业, 2023, 49(11): 323-329.
- BAO Z Y, LI Y W, LI Y, et al. Biological activity and application of *Illicium verum*[J]. Food and Fermentation Industries, 2023, 49(11): 323-329.

- [2] LI X, MO K B, TIAN G, et al. Shikimic acid regulates the NF-kB/MAPK signaling pathway and gut microbiota to ameliorate DSS-induced ulcerative colitis[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2023, 71(23): 8 906-8 914.
- [3] MIRELLA B, HELENA R. Shikimic acid in the light of current knowledge[J]. Journal of Cosmetic Dermatology, 2022, 21(2): 501-505.
- [4] 李健, 杨慧, 黎晨晨, 等. 八角茴香中精油和莽草酸提取工艺优化[J]. 食品科学, 2011, 32(20): 30-33.
- LI J, YANG H, LI C C, et al. Simultaneous extraction of volatile oil and shikimic acid from star anise[J]. Food Science, 2011, 32(20): 30-33.
- [5] 黄芳芳, 苏小建. 利用吸附法从八角中提取分离莽草酸的研究[J]. 时珍国医国药, 2010, 21(8): 1 977-1 980.
- HUANG F F, SU X J. Study on the extraction and separation of shikimic acid from *Illicium verum* by adsorption method[J]. Lishizhen Medicine and Materia medica Research, 2010, 21(8): 1 977-1 980.
- [6] 吕琪, 张耀元, 倪贺, 等. 八角中茴香油与莽草酸的提取和分离纯化[J]. 华南师范大学学报(自然科学版), 2019, 51(2): 69-75.
- LU Q, ZHANG Y Y, NI H, et al. Extraction, separation and purification of anise oil and shikimic acid from star anise[J]. Journal of South China Normal University (Natural Science Edition), 2019, 51(2): 69-75.
- [7] BAI J R, WU Y P, BU Q, et al. Comparative study on antibacterial mechanism of shikimic acid and quinic acid against *Staphylococcus aureus* through transcriptomic and metabolomic approaches[J]. LWT-Food Science and Technology, 2022, 153: 112441.
- [8] 周邦华, 龙杰凤, 王小羽, 等. 八角茴香渗漉法的工艺优化及莽草酸的薄层色谱鉴别[J]. 凯里学院学报, 2020, 38(3): 45-52.
- ZHOU B H, LONG J F, WANG X Y, et al. Process optimization of percolation method and TLC identification of shikimic acid in star anise[J]. Journal of Kaili University, 2020, 38(3): 45-52.
- [9] ZHANG S J, GONG X C, QU H B. A simple and effective method for the preparation of high-purity shikimic acid from chromatography wash effluent of *Ginkgo biloba* leaf extract by macroporous resin considering the effect of varying feed solution compositions[J]. Journal of Pharmacy and Pharmacology, 2021, 73(4): 447-459.
- [10] 于彩云, 穆阿丽, 杨在宾, 等. 水蒸气蒸馏法提取八角茴香油工艺参数的研究[J]. 中国粮油学报, 2018, 33(12): 63-68.
- YU C Y, MU A L, YANG Z B, et al. The process parameters of extracting star anise oil by steam distillation[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2018, 33(12): 63-68.
- [11] 郭明遗, 邓艳, 王天鑫, 等. 超声辅助酶解提取水蜜桃果核多酚工艺优化及抗氧化性研究[J]. 食品与机械, 2023, 39(11): 204-210.
- GUO M Y, DENG Y, WANG T X, et al. Optimization of extraction and antioxidant activities of polyphenols from honey peachkernel by ultrasonic-assisted enzymolysis approach[J]. Food & Machinery, 2023, 39(11): 204-210.
- [12] 桂正杰, 熊友鹏, 黄启东, 等. 多不饱和脂肪酸油脂微胶囊的工艺优化[J]. 食品与机械, 2022, 38(8): 202-206, 233.
- GUI Z J, XIONG Y P, HUANG Q D, et al. Process optimization of polyunsaturated fatty acid oil microcapsule[J]. Food & Machinery, 2022, 38(8): 202-206, 233.
- [13] NUNO R C, BENEDICTA A, SVILEN P. S. Production and synthetic modifications of shikimic acid[J]. Chemical Reviews, 2018, 118(20): 10 458-10 550.
- [14] 郭向阳. 八角茴香油化学成分、香气性能及活性研究[D]. 杭州: 浙江工业大学, 2013: 29-30.
- GUO X Y. Study on chemical composition, perfume property and activities of star anise oil[D]. Hangzhou: Zhejiang University of Technology, 2013: 29-30.
- [15] 孙素琴, 周群, 秦竹. 中药二维相关红外光谱鉴定图集[M]. 北京: 化学工业出版社, 2003: 324.
- SUN S Q, ZHOU Q, QIN Z. Atlas of two-dimensional correlation infrared spectroscopy for traditional Chinese medicine identification[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2003: 324.