



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113680102 A

(43) 申请公布日 2021.11.23

(21) 申请号 202110998732.4

(22) 申请日 2021.08.27

(71) 申请人 湖南绿蔓生物科技股份有限公司
地址 410001 湖南省长沙市高新区竹韵路
52号

(72) 发明人 张宝堂 廖娜 谭家忠 张建

(74) 专利代理机构 长沙启昊知识产权代理事务
所(普通合伙) 43266
代理人 张海应

(51) Int. Cl.

B01D 11/02 (2006.01)

B01D 15/08 (2006.01)

B01D 15/22 (2006.01)

B01D 15/36 (2006.01)

B01D 15/18 (2006.01)

权利要求书2页 说明书7页

(54) 发明名称

制备无外源性污染物植物提取物的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种制备无外源性污染物植物提取物的方法,该方法包括:步骤一:将待提取的植物原料粉碎后通过溶剂提取,以得到粗提液;步骤二:将所述粗提液通过第一层析柱进行吸附,收集吸附流出液;吸附完成后,通过洗脱液进行洗脱,并收集洗脱流出液;将所述吸附流出液、洗脱流出液去除溶剂,并加水稀释以得到初次层析液;步骤三:将所述初次层析液通过第二层析柱,收集流出液,以得到无外源性污染物植物提取物;第一层析柱中填充有活性炭,所述第二层析柱中填充有离子交换树脂。该制备植物提取物的方法能够高效地去除植物提取物中农药残留、多环芳烃、重金属等外源性污染物,去除产品安全隐患。

1. 一种制备无外源性污染物植物提取物的方法,其特征在于,所述方法包括:

步骤一:将待提取的植物原料粉碎后通过溶剂提取,以得到粗提液;

步骤二:将所述粗提液通过第一层析柱进行吸附,收集吸附流出液;吸附完成后,通过洗脱液进行洗脱,并收集洗脱流出液;将所述吸附流出液、洗脱流出液去除溶剂,并加水稀释以得到初次层析液;

步骤三:将所述初次层析液通过第二层析柱,收集流出液,以得到所述无外源性污染物植物提取物;

其中,外源性污染物包括农药残留物、多环芳烃和重金属;所述第一层析柱中填充有活性炭,所述第二层析柱中填充有离子交换树脂。

2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在步骤一中,所述提取的次数为2-4次;

优选地,在步骤一的单次提取过程中,所述植物原料、溶剂的重量比为1:6-12;

优选地,在步骤一的单次提取过程中,所述提取至少满足以下条件:温度为75-85℃,时间为1-2h。

3. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在步骤一中,所述植物原料粉碎后的平均粒径为0.2-0.7cm;

优选地,在步骤一中,所述溶剂为有机溶剂水溶液,体积浓度为50-80%,有机溶剂选自甲醇、乙醇、乙酸乙酯中至少一种。

4. 根据权利要求1-3中任意一项所述的方法,其特征在于,在步骤二中,所述活性炭的平均粒径为24-100目;

优选地,在步骤二中,所述活性炭为48-80目颗粒活性炭,更优选地为48-80目果壳颗粒活性炭;

优选地,所述第一层析柱至少满足以下条件:径高比为1:3-10,柱温为50-80℃;

优选地,所述粗提液的上柱流速为1-3BV/h,所述吸附的时间为30-100min。

5. 根据权利要求1-3中任意一项所述的方法,其特征在于,所述洗脱液为有机溶剂水溶液,体积浓度为50-80%,有机溶剂选自甲醇、乙醇、乙酸乙酯中至少一种;

优选地,所述洗脱液至少满足以下条件:温度为60-80℃,用量为0.5-2BV;

优选地,去除溶剂采用浓缩的方式进行;

优选地,所述初次层析液的浓度为相当于0.8-1.2g/mL的生药浓度。

6. 根据权利要求1-3中任意一项所述的方法,其特征在于,在步骤二中,所述第一层析柱的外部设置有加热保温装置;

优选地,所述加热保温装置采用循环水加热保温。

7. 根据权利要求1-3中任意一项所述的方法,其特征在于,在步骤三中,所述第二层析柱至少满足以下条件:径高比为1:3-10。

8. 根据权利要求1-3中任意一项所述的方法,其特征在于,在步骤三中,所述初次层析液的上柱流速为1-3BV/h。

9. 根据权利要求1-3中任意一项所述的方法,其特征在于,所述离子交换树脂为丙烯酸系凝胶型、大孔型弱酸阳离子交换树脂、丙烯酸系凝胶型和大孔型强酸阳离子交换树脂中的至少一种;

优选地,所述离子交换树脂选自离子交换树脂D001、离子交换树脂D113、离子交换树脂

D201中的至少一种。

10. 根据权利要求1-3中任意一项所述的方法,其特征在于,在步骤二之后,所述方法还包括活性炭再生步骤:将质量百分数为1-5%氢氧化钠溶液添加至所述第一层析柱中;所述活性炭浸泡0.5-2h后,通过水洗脱所述第一层析柱直至流出液为中性;

优选地,所述植物原料为中药材;

更优选地,所述植物原料选自人参、芍药或红景天。

制备无外源性污染物植物提取物的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及植物提取领域,具体地,涉及一种制备无外源性污染物植物提取物的方法。

背景技术

[0002] 中国是植物资源大国,从20世纪80年代植物提取物出口大热,近几十年我国植物提取物出口热度不减,但是随着制度越来越规范,提取物经常出现因外源性污染物如农药残留、重金属等导致产品不合格的现象,严重制约着产品的贸易活动。

[0003] 多环芳烃(PAHs)是包含2个及2个以上苯环碳氢化合物的总称。多环芳烃具有致畸、致癌和致突变等作用,美国环保总署将萘、苯并(a)芘等16种多环芳烃列为重点监控污染物。我国药材大部分来自农户自种,在药材采收、干燥环节有可能带入多环芳烃,如在沥青地面暴晒药材,沥青中的多环芳烃在高温的作用下会转移到药材中,有的药材会使用炭火烘烤,木炭燃烧产生的多环芳烃也会在药材中有残留,药材中微量的多环芳烃经过提取等环节,在提取物中很容易有超标的风险,因此一方面需要对药材采收、干燥等环节进行规范化管理,另一方面可以通过去除提取物中的多环芳烃来解除超标风险。

[0004] 中药材中农药残留一般来源途径主要为人工喷洒、土壤残留、水体残留、运输过程等。人工喷洒的农药一般在生长过程中经光照等会有少量降解,通过土壤或水体等途径施用的农药一般残留于药材内部。虽然现代中药材种植采用GAP规程生产,而且杀虫技术越来越先进,所用农药大多可降解,但是农户散种还是会使用到部分毒性较强的农药,而且之前有机氯、有机磷等农药滥用,土壤中存在大量残留农药,部分农药的降解需要长达30多年的时间,因此来自土壤残留的农药会在中药材中富集,尤其是以块根、根茎类入药的中草药中,由于药材的根部长长期接触土壤加上其中含有大量的挥发油等成分,可以大量富集有机氯、有机磷农药,如人参、芍药、红景天等。

[0005] 中药材中重金属的来源一方面与其生长的环境条件有关,另一方面与植物自身的遗传特性。主动吸收功能和对重金属元素的富集能力有关。被动吸收是导致植物中重金属蓄积的重要原因之一。

[0006] 中药材中外源性污染物的去除跟其他介质如水等有区别,既要保障有效成分损失率降低,又要有效去除污染物。目前应用的比较多的方法有:物理去除方法如储存、炮制、超声波清洗、超临界流体萃取、亚临界流体萃取、大孔树脂吸附等;化学方法如利用臭氧分解农残,生物方法如利用微生物或酶将农残进行降解。这些方法能去除污染物的种类较为单一,而且有些对有效成分有影响,另外工业化生产难度较大,成本投入也较高。

[0007] 如公开号CN108339024A专利文献公开了一种去除植物提取物中有害物质的方法,该方法将需要提取的植物原料预处理后进行提取,再往植物原料的提取液或者植物提取物重新溶解的溶液中加入吸附有害物质的吸附剂,加热搅拌,抽滤所得滤液经干燥后的固体即为去除有害物质的植物提取物。

[0008] 该方法所用的吸附剂为粉末状活性炭、氧化镁等物质,直接往提取液中添加,后续

还有分离去除吸附剂等步骤,另外粉末状活性炭等再生较为困难,污染物去除不彻底,工业化生产可操作性不强。

发明内容

[0009] 本发明的目的是提供一种制备无外源性污染物植物提取物的方法,该制备植物提取物的方法能够高效地去除植物提取物中农药残留、多环芳烃、重金属等外源性污染物,去除产品安全隐患。

[0010] 为了实现上述目的,本发明提供了一种制备无外源性污染物植物提取物的方法,该方法包括:

[0011] 步骤一:将待提取的植物原料粉碎后通过溶剂提取,以得到粗提液;

[0012] 步骤二:将所述粗提液通过第一层析柱进行吸附,收集吸附流出液;吸附完成后,通过洗脱液进行洗脱,并收集洗脱流出液;将所述吸附流出液、洗脱流出液去除溶剂,并加水稀释以得到初次层析液;

[0013] 步骤三:将所述初次层析液通过第二层析柱,收集流出液,以得到所述无外源性污染物植物提取物;

[0014] 其中,外源性污染物包括农药残留物、多环芳烃和重金属;所述第一层析柱中填充有活性炭,所述第二层析柱中填充有离子交换树脂。

[0015] 在上述技术方案中,本发明通过第一层析柱、第二层析柱相配合的方式去除植物提取物中外源性污染物,即通过活性炭、离子交换树脂和柱层析三者相结合的方式去除外源性污染物,发明人通过试验观察到:粗提液的颜色较深,经过活性炭柱、离子交换树脂柱(离子交换色谱柱)后提取液的颜色变浅,利用活性炭对部分色素、农药残留、多环芳烃、重金属可以被吸附,另外离子交换树脂也可以去除流出液中的农药残留、多环芳烃、重金属和色素等,对提取液进行进一步净化除杂,可得到色泽更好、安全性更高的提取物。

[0016] 此外,在本申请中,将活性炭固定在第一层析柱中,可通过碱洗、水洗简单步骤再生活性炭,再生后吸附性能为吸附之前的90-103%,可实现活性炭重复利用。同理,离子交换树脂柱在第二层析柱中也十分容易进行再生。

[0017] 相比于现有技术的缺点和不足,本发明有以下有益效果:

[0018] 1、本发明首次将活性炭柱运用到提取物去除外源性有害物质中,吸附效果好,且在一定的条件下对提取物中的有效成分吸附较少,可有效控制有效成分损失率,且可再生,可简化步骤,节约成本。

[0019] 2、本发明联合吸附剂柱(活性炭柱)和离子交换树脂柱可最大限度去除多种外源性污染物且对提取液有脱色的效果,可获得色泽感更好的提取物。

[0020] 本发明的其他特征和优点将在随后的具体实施方式部分予以详细说明。

具体实施方式

[0021] 以下对本发明的具体实施方式进行详细说明。应当理解的是,此处所描述的具体实施方式仅用于说明和解释本发明,并不用于限制本发明。

[0022] 本发明提供了一种制备无外源性污染物植物提取物的方法,该方法包括:

[0023] 步骤一:将待提取的植物原料粉碎后通过溶剂提取,以得到粗提液;

[0024] 步骤二:将所述粗提液通过第一层析柱进行吸附,收集吸附流出液;吸附完成后,通过洗脱液进行洗脱,并收集洗脱流出液;将所述吸附流出液、洗脱流出液去除溶剂,并加水稀释以得到初次层析液;其中,所述吸附流出液、洗脱流出液可以分别去除溶剂,也可以合并后同时去除溶剂;在此基础上,初次层析液可以是所述吸附流出液、洗脱流出液分别去除溶剂、稀释后得到的,也可以是所述吸附流出液、洗脱流出液合并后去除溶剂、稀释后得到的;

[0025] 步骤三:将所述初次层析液通过第二层析柱,收集流出液,以得到所述无外源性污染物植物提取物;

[0026] 其中,外源性污染物包括农药残留物、多环芳烃和重金属;所述第一层析柱中填充有活性炭,所述第二层析柱中填充有离子交换树脂。

[0027] 在本发明的步骤一中,所述提取可以采取一步进行,也可以通过多步进行,为了尽可能地将植物原料中的有效成分提取出来,优选地,在步骤一中,所述提取的次数为2-4次。

[0028] 此外,在本发明中,需要说明的是,为了提高提取效果,优选地,所述提取通过将植物原料、溶剂在搅拌条件下进行。

[0029] 在步骤一的单次提取过程中,对溶剂的用量不作具体限定,但是为了进一步提高提取效果,优选地,在步骤一的单次提取过程中,所述植物原料、溶剂的重量比为1:6-12。

[0030] 在步骤一的单次提取过程中,对单次提取条件不作具体限定,但是为了进一步提高提取效果,优选地,在步骤一的单次提取过程中,所述提取至少满足以下条件:温度为75-85℃,时间为1-2h。

[0031] 在步骤一的单次提取过程中,对单次提取条件不作具体限定,但是为了进一步提高提取效果,优选地,在步骤一中,所述植物原料粉碎后的平均粒径为0.2-0.7cm。

[0032] 在本发明中,所述溶剂的种类可以在宽的范围选择,但是为了进一步提高提取效果,优选地,在步骤一中,所述溶剂为有机溶剂水溶液,其浓度为50-80%,所述有机溶剂选自甲醇、乙醇、乙酸乙酯中至少一种。

[0033] 在本发明中,所述活性炭的平均粒径的大小可以在宽的范围选择,但是为了进一步提高活性炭的吸附效果,优选地,在步骤二中,所述活性炭的平均粒径为24-100目。

[0034] 在本发明中,吸附剂可以为粉末状活性炭,也可以为颗粒活性炭,粉末状活性炭吸附效果较好,但是再生性能差,为了便于吸附剂的再生,优选地,在步骤二中,所述活性炭为48-80目颗粒活性炭,更优选地为48-80目果壳颗粒活性炭。

[0035] 在本发明中,所述第一层析柱的规格可以在宽的范围变化,但是为了提高吸附效果,优选地,所述第一层析柱至少满足以下条件:径高比为1:3-10,柱温为50-80℃。

[0036] 在本发明中,所述第一层析柱的使用条件可以在宽的范围变化,但是为了提高吸附效果,优选地,所述粗提液的上柱流速为1-3BV/h,所述吸附的时间为30-100min;更优选地,上柱流速为1.5-2.5BV/h,第一层析柱的温度为60-70℃

[0037] 在本发明中,所述洗脱液的种类可以在宽的范围变化,但是为了提高吸附效果,优选地,所述洗脱液为有机溶剂水溶液,其体积浓度为50-80%,所述有机溶剂选自甲醇、乙醇、乙酸乙酯中至少一种。

[0038] 在本发明中,所述洗脱液的温度和用量可以在宽的范围变化,但是为了提高吸附效果,优选地,所述洗脱液至少满足以下条件:温度为60-80℃,用量为0.5-2BV。

[0039] 在本发明中,去除溶剂的方式具有多种,但是为了提高去除效率,优选地,去除溶剂采用浓缩的方式进行。

[0040] 在本发明中,所述初次层析液的浓度可以在宽的范围变化,但是为了所述第二层析柱的吸附效果,优选地,所述初次层析液的浓度为相当于0.8-1.2g/mL的生药浓度。

[0041] 此外,在本发明中,所述第一层析柱的温度提供方式可以具有多种,但是为了便于操作,优选地,所述第一层析柱的外部设置有加热保温装置;更优选地,所述加热保温装置采用循环水加热保温。

[0042] 在上述方法中,所述第二层析柱的规格可以在宽的范围变化,但是为了提高吸附效果,优选地,在步骤三中,所述第二层析柱至少满足以下条件:径高比为1:3-10。

[0043] 在上述方法中,所述初次层析液的上柱流速可以在宽的范围变化,但是为了提高吸附效果,优选地,在步骤三中,所述初次层析液的上柱流速为1-3BV/h。

[0044] 在上述方法中,所述离子交换树脂的种类可以在宽的范围变化,但是为了提高所述第二层析柱的吸附效果,优选地,所述离子交换树脂为丙烯酸系凝胶型、大孔型弱酸阳离子交换树脂、丙烯酸系凝胶型和大孔型强酸阳离子交换树脂中的至少一种;更优选地,所述离子交换树脂选自离子交换树脂D001、离子交换树脂D113、离子交换树脂D201中的至少一种。

[0045] 在本发明中,活性炭再生方法可在宽的范围选择,但是为了提高再生效果,优选地,在步骤二之后,所述方法还包括活性炭再生步骤:将质量百分数为1-5%氢氧化钠溶液添加至所述第一层析柱中;所述活性炭浸泡0.5-2h后,通过水洗脱所述第一层析柱直至流出液为中性。

[0046] 在本发明中,为了便于提取物的保存和运输,优选地,在步骤三之后,所述方法还包括将所述流出液进行浓缩、干燥。

[0047] 此外,在本发明中,对所述植物原料的种类也不作具体限定,但是从应用前景上考虑,优选地,所述植物原料为中药材;更优选地,所述植物原料选自人参、西洋参、芍药或红景天。

[0048] 以下将通过实施例对本发明进行详细描述。六六六(BHC)(α -BHC, β -BHC, γ -BHC, δ -BHC)、滴滴涕(DDT)(p,p' -DDE, p,p' -DDD, o,p' -DDT, p,p' -DDT)及五氯硝基苯(PCNB)9种农药残留的检测方法采用中国药典2020版四部通则农药残留测定法1;苯并(a)芘、并(a)蒽、二苯并(a,h)蒽、苯并(b)荧蒽4种多环芳烃的检测方法采用DB 34/T 3304—2018中草药中16种多环芳烃的测定气相色谱质谱法方法;砷、铜、汞、镉、铅的检测方法采用中国药典2020版四部通则重金属检查法。

[0049] 下述乙醇的浓度、乙酸乙酯的浓度均指的是体积浓度。

[0050] 实施例1

[0051] 1) 经过检测有机氯农药残留、多环芳烃、重金属砷超标的干燥红景天,粉碎至过二号筛(筛孔为 $850\mu\text{m}\pm 29\mu\text{m}$),取100g上述粉末,加入8倍重量的浓度为65%的乙醇于85℃下提取1.5h,共提取3次,合并提取液。

[0052] 2) 取50目活性炭颗粒使用浓度为65%乙醇装柱,径高比为1:5,活性炭柱外装可调温循环水加热装置,将温度调至80℃,提取液趁热以2BV/h的流速通过活性炭柱,吸附时间为30min,吸附完成后使用浓度为65%的乙醇(2BV、80℃)淋洗,收集两次流出液,流出液浓

缩至无醇味,加水稀释至其浓度相当于生药浓度为1g/mL。

[0053] 3) 取D001离子交换树脂用水装柱,径高比为1:6,上述稀释后的溶液以1BV/h的流速通过离子交换树脂柱,收集流出液,浓缩,干燥,送检,具体结果见表1。

[0054] 实施例2

[0055] 1) 经过检测有机氯农药残留、多环芳烃、重金属铬超标的干燥人参,粉碎至过二号筛(筛孔为 $850\mu\text{m} \pm 29\mu\text{m}$),取100g上述粉末,加入12倍浓度为50%乙酸乙酯于80℃下提取1h,共提取3次,合并提取液。

[0056] 2) 取24目活性炭颗粒以浓度为50%乙酸乙酯装柱,径高比为1:10,活性炭柱外装可调温加热套,将温度调至70℃保持,提取液以2BV/h的流速通过活性炭柱,吸附时间1h,吸附完成后使用浓度为50%乙酸乙酯(2BV、70℃)淋洗,收集两次流出液,浓缩至无乙酸乙酯味,加水稀释至其浓度相当于生药浓度为0.8g/mL。

[0057] 3) 取D201离子交换树脂用水装柱,径高比为1:10,上述稀释后的溶液以2BV/h流速通过D201离子交换树脂柱,收集流出液,浓缩,干燥,送检。

[0058] 实施例3

[0059] 1) 经过检测有机氯农药残留、多环芳烃、重金属镉超标的干燥芍药药材,粉碎至过二号筛(筛孔为 $850\mu\text{m} \pm 29\mu\text{m}$),取10kg上述药材粉末,加入6倍浓度为80%乙醇于80℃下提取1.5h,共提取3次,合并提取液。

[0060] 2) 取100目活性炭颗粒用浓度为80%乙醇装柱,径高比为1:3,活性炭柱外装可调温循环水系统,将温度调至50℃保持,提取液以3BV/h的流速通过活性炭柱,吸附时间2h,吸附完成后使用浓度为80%乙醇(0.5BV,50℃)淋洗,收集两次流出液,浓缩至无醇味,加水稀释至其浓度相当于生药浓度为1.2g/mL。

[0061] 3) 取D113离子交换树脂装柱,径高比为1:8,上述稀释后的溶液以1.5BV/h的流速通过D113离子交换树脂柱,收集流出液,浓缩,干燥,送检。

[0062] 实施例4

[0063] 1) 经过检测有机氯经过检测有机氯农药残留、多环芳烃、重金属镉超标的干燥红景天药材,粉碎至平均粒度为0.4cm,取500kg上述药材粉末,加入8倍浓度为50%乙醇于85℃下提取2h,共提取3次,合并提取液。

[0064] 2) 取24目活性炭颗粒用浓度为50%乙醇装柱,径高比为1:8,活性炭柱外装可调温循环水系统,将温度调至70℃保持,提取液以2BV/h的流速通过活性炭柱,吸附时间2.5h,吸附完成后使用浓度为50%乙醇(0.5BV,70℃)淋洗,收集两次流出液,浓缩至无醇味,加水稀释至其浓度相当于生药浓度为1.2g/mL。

[0065] 3) 取D113离子交换树脂装柱,径高比为1:10,上述稀释后的溶液以1.5BV/h的流速通过D113离子交换树脂柱,收集流出液,浓缩,干燥,送检。

[0066] 对比例1

[0067] 按照实施例1的方法进行,所不同的是,将步骤2)中的活性炭颗粒换为D001离子交换树脂,并且使用水装柱,具体方式如下:

[0068] 1) 经过检测有机氯农药残留、多环芳烃、重金属砷超标的干燥红景天药材,粉碎至过二号筛(筛孔为 $850\mu\text{m} \pm 29\mu\text{m}$),取100g上述粉末,加入8倍重量的浓度为65%乙醇于85℃下提取1.5h,共提取3次,合并提取液。

[0069] 2) 取D001离子交换树脂用水装柱,径高比为1:5,离子交换树脂柱外装可调温循环水加热装置,将温度调至80℃,提取液趁热以2BV/h的流速通过D001离子交换柱,吸附时间为30min,吸附完成后使用浓度为65%的乙醇(2BV、80℃)淋洗,收集两次流出液,流出液浓缩至无醇味,加水稀释至其浓度相当于生药浓度为1g/mL。

[0070] 3) 取D001离子交换树脂用水装柱,径高比为1:6,上述稀释后的溶液以1BV/h的流速通过离子交换树脂柱,收集流出液,浓缩,干燥,送检,具体结果见表1。

[0071] 对比例2

[0072] 按照实施例1的方法进行,所不同的是,将步骤3)中的D001离子交换树脂换为50目活性炭颗粒,并且使用水装柱,具体方式如下:

[0073] 1) 经过检测有机氯农药残留、多环芳烃、重金属砷超标的干燥红景天药材,粉碎至过二号筛(筛孔为850 μm ±29 μm),取100g上述粉末,加入8倍重量的65重量%乙醇于85℃下提取1.5h,共提取3次,合并提取液。

[0074] 2) 取50目活性炭颗粒使用浓度为65%乙醇装柱,径高比为1:5,活性炭柱外装可调温循环水加热装置,将温度调至80℃,提取液趁热以2BV/h的流速通过活性炭柱,吸附时间为30min,吸附完成后使用浓度为65%的乙醇(2BV、80℃)淋洗,收集两次流出液,流出液浓缩至无醇味,加水稀释至其浓度相当于生药浓度为1g/mL。

[0075] 3) 取50目活性炭颗粒用水装柱,径高比为1:6,上述稀释后的溶液以1BV/h的流速通过活性炭柱,收集流出液,浓缩,干燥,送检,具体结果见表1。

[0076] 对比例3

[0077] 按照实施例1的方法进行,所不同的是,将步骤2)与步骤3)顺序调换,具体方式如下:

[0078] 1) 经过检测有机氯农药残留、多环芳烃、重金属砷超标的干燥红景天药材,粉碎至过二号筛(筛孔为850 μm ±29 μm),取100g上述粉末,加入8倍重量的65重量%乙醇于85℃下提取1.5h,共提取3次,合并提取液。

[0079] 2) 取D001离子交换树脂用水装柱,径高比为1:6,提取液以1BV/h的流速通过离子交换树脂柱,收集流出液。

[0080] 3) 取50目活性炭颗粒使用浓度为65%乙醇装柱,径高比为1:5,活性炭柱外装可调温循环水加热装置,将温度调至80℃,2)中流出液以2BV/h的流速通过活性炭柱,吸附时间为30min,吸附完成后使用浓度为65%的乙醇(2BV、80℃)淋洗,收集两次流出液,流出液浓缩干燥,送检。

[0081] 检测例1

[0082] 对上述实施例和对比例中的进行外源性污染物检测,其中包括检测农药残留六六六、滴滴涕、五氯硝基苯;多环芳烃苯并芘(a)、苯并(a)蒽、二苯并(a,h)蒽、苯并(b)荧蒽;重金属砷、铜、汞、镉、铅,具体结果见表1;表中的各数值表示污染物浓度,单位为 $\mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。

[0083] 表1

污染物名称	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	对比 例 1	对比 例 2	对比 例 3
α -BHC	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	3.80	2.43	0.91
β -BHC	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	5.95	3.11	1.43

[0085]	γ -BHC	<0.1	<0.1	0.21	<0.1	2.83	3.54	2.69
	δ -BHC	0.15	<0.1	<0.1	<0.1	3.84	0.83	0.64
	p,p'-DDE	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	12.1	6.87	5.24
	p,p'-DDD	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	6.78	7.87	1.28
	o,p'-DDT	<0.1	0.18	<0.1	<0.1	4.25	4.52	0.58
	p,p'-DDT	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	15.5	3.54	1.59
	PCNB	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	1.4	0.87	2.48
	苯并(a)芘	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	6.54	3.48	4.59
	苯并(a)蒽	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	2.58	1.95	2.57
	二苯并(a,h)蒽	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	2.97	0.57	3.68
	苯并(b)荧蒽	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	3.57	3.41	2.57
	砷	2.57	1.05	0.98	1.84	987	529	568
	铜	0.53	0.79	1.58	1.21	54.8	287	427
	汞	<0.5	0.63	<0.5	0.57	34	54	26
	镉	2.47	1.84	2.57	3.54	358	217	361
	铅	3.86	2.51	1.58	5.47	841	1289	814

[0086] 通过上述检测结果与美国药典植物分册规定的参考值进行对比,其中,实施例1-4中各检测项目均符合美国药典植物分册规定的参考值,而对比例1-3中各检测项目中存在多环芳烃如苯并芘、重金属镉不符合美国药典植物分册规定的参考值。

[0087] 应用例1

[0088] 向实施例1-3中的活性炭柱中加入浓度为3%氢氧化钠溶液(w/v),浸泡1h后使用纯净水洗至中性,然后检测活性炭的吸附性能,其中,吸附性能采用次甲基蓝吸附测定方法进行检测,具体结果见表2,其中,将实施例1-3中的活性炭柱在初次使用时的吸附能力定义为100%。

[0089] 表2

	实施例1	实施例2	实施例3
吸附性能	90%	95%	103%

[0091] 以上详细描述了本发明的优选实施方式,但是,本发明并不限于上述实施方式中的具体细节,在本发明的技术构思范围内,可以对本发明的技术方案进行多种简单变型,这些简单变型均属于本发明的保护范围。

[0092] 另外需要说明的是,在上述具体实施方式中所描述的各个具体技术特征,在不矛盾的情况下,可以通过任何合适的方式进行组合,为了避免不必要的重复,本发明对各种可能的组合方式不再另行说明。

[0093] 此外,本发明的各种不同的实施方式之间也可以进行任意组合,只要其不违背本发明的思想,其同样应当视为本发明所公开的内容。