

蜂花粉 CO₂ 超临界萃取研究

谢国秀^{1,2}, 黄康, 吴小波, 颜伟玉*

(1. 江西省劳动卫生职业病防治研究所, 江西南昌 330006; 2. 江西农业大学动物科学技术学院, 江西南昌 330045)

摘要 [目的] 探讨应用超临界 CO₂ 萃取技术萃取蜂花粉。[方法] 采用 4 因素 3 水平的正交设计法和方差分析, 研究萃取温度和萃取压力对萃取效果的影响。[结果] 蜂花粉超临界 CO₂ 萃取最佳条件: 萃取温度 50 ℃、萃取压力 20 MPa、分离 1 温度 40 ℃、分离 1 压力 7 MPa、分离 2 温度 35 ℃、分离 2 压力 5 MPa、萃取时间 3 h。[结论] 超临界 CO₂ 萃取技术在养蜂生产及蜂产品加工业中有广泛的应用前景, 值得进一步研究。

关键词 蜂花粉; 超临界 CO₂ 萃取

中图分类号 S11 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2008)04-01303-02

Study on the Supercritical CO₂ Extraction of Bee Pollen

ME Guo-xiu et al (Jiangxi Institute of Labor Sanitation and Occupational Disease Prevention and Treatment, Nanchang, Jiangxi 330006)

Abstract [Objective] The aim of the research was to discuss the application of supercritical CO₂ extraction in extracting bee pollen. [Method] The orthogonal design with 4-factor and 3-level and variance analysis were used to study the influences of extracting temperature and extracting pressure on the extraction effects. [Result] The optimum conditions for supercritical CO₂ extraction of bee pollen were as follows: the extracting temperature was 50 ℃, the extracting pressure was 20 MPa, the 1st separation temperature was 40 ℃, the 1st separation pressure was 7 MPa, the 2nd separation temperature was 35 ℃, the 2nd separation pressure was 5 MPa and the extracting time was 3 h. [Conclusion] Supercritical CO₂ extraction technology had a broad application foreground in the beekeeping production and the processing industry of bee products.

Key words Bee pollen; Supercritical CO₂ extraction

蜂花粉是植物的精华, 营养及药用价值很高^[1-2]。CO₂ 超临界萃取技术^[3-6]已在蜂产品提取中得到初步应用, 在蜂花粉中也得到了初探。冯武等应用 CO₂ 超临界萃取技术对云南松花粉进行脱脂研究, 确定了云南松花粉 CO₂ 超临界萃取脱脂的最佳工艺^[7]。雷华平等报道了采用超临界萃取技术对蜂花粉中脂类物质的分离, 提出了最佳的工艺条件并对萃取物的成分做了 GC-MS 分析^[8]。笔者应用 CO₂ 超临界萃取技术萃取蜂花粉, 取得了进展。

1 材料与方 法

1.1 试验材料 蜂花粉, 由南京九蜂堂蜂业有限公司提供的油菜花粉。HA120-50-01 型超临界萃取仪, 江苏省南通市华安超临界萃取有限公司; 索氏脂肪提取器。

1.2 试验方法 精确称取原料花粉 G 200 g 左右, 装入萃取釜中(精确到 0.01 g)进行超临界萃取。萃取结束后, 从分离 1 中取出萃取物称重(G1)。萃取率(%) = G1/G × 100%。采用正交设计法和方差分析。正交设计 4 因素 3 水平(表 1)。

表 1 蜂花粉正交试验因素水平

Table 1 Factors and levels in orthogonal experiment on bee pollen

水平 Levels	因素 Factors			
	温度 A Temperature A	压力 B Pressure B	温度 C Temperature C	时间 D Time D
		MPa		h
1	40	20	30	1
2	45	25	35	2
3	50	30	40	3

注: 分离 1 压力为 7 MPa; 分离 2 温度为 35 ℃; 分离 2 压力为 4~6 MPa。

Note: Pressure for first separation is 7 MPa; Temperature for second separation is 35 ℃; Pressure for second separation is 4~6 MPa.

2 结果与分析

2.1 蜂花粉正交试验结果 从表 2 可以看出, (A) $\bar{K}_3 > \bar{K}_2 >$

\bar{K}_1 (B) $\bar{K}_1 > \bar{K}_3 > \bar{K}_2$ (C) $\bar{K}_3 > \bar{K}_2 > \bar{K}_1$ (D) $\bar{K}_3 > \bar{K}_1 > \bar{K}_2$ 。因此, 蜂花粉的最佳萃取条件为 A₃B₁C₃D₃, 即萃取温度 50 ℃, 萃取压力 20 MPa, 分离 1 温度 40 ℃, 萃取时间 3 h。

表 2 蜂花粉正交萃取试验结果

Table 2 Results of orthogonal extraction experiment on bee pollen

序号 No.	A	B	C	D	提取率 Extraction rate %
1	1	1	1	1	1.10
2	1	2	2	2	1.55
3	1	3	3	3	5.30
4	2	1	2	3	3.15
5	2	2	3	1	4.45
6	2	3	1	2	0.70
7	3	1	3	2	5.70
8	3	2	1	3	2.00
9	3	3	2	1	2.90
K ₁	7.95	9.95	3.80	8.45	
K ₂	8.30	8.00	7.60	7.95	T = 107.4
K ₃	10.60	8.90	15.45	10.45	
\bar{K}_1	2.65	3.32	1.27	2.82	
\bar{K}_2	2.77	2.67	2.53	2.65	u = 2.98
K ₃	3.53	2.97	5.15	3.48	
R	0.88	0.65	3.88	0.83	

注: K₁、K₂、K₃ 分别为 1、2、3 水平对应分离 1 萃取率结果之和; 离差 R 越大, 表明该因素水平变化对萃取率影响较大; T 为分离 1 萃取率总和, u 为萃取率平均值。

Note: K₁、K₂、K₃ indicate sum of extraction rate in separation 1 at corresponding level 1, 2 and 3, respectively; The larger value of R means extraction rate was influenced by the factor and lever heavier; T is sum of extraction rate in separation 1, u is the mean of extraction rate.

表 3 方差分析

Table 3 Variance analysis

方差来源 Source of variance	离均差异 平方和 SS	自由度 DOF	均方 MS	F 值 F value	显著性 Significance
A	0.46	2	0.23	0.06	不显著
B	0.21	2	0.11	0.03	不显著
C	7.84	2	3.92	0.99	不显著
D	0.39	2	0.19	0.05	不显著
误差 Error	71.21	18	3.96		

基金项目 江西农业大学青年科学基金资助项目。

作者简介 谢国秀(1978-), 女, 江西南丰人, 实习研究员, 从事卫生毒理方面的研究。* 通讯作者。

收稿日期 2007-07-19

2.2 萃取温度对萃取效果的影响 萃取温度是超临界萃取重要的参数之一,它对萃取能力具有双重效应。升温一方面增加了物质扩散系数而有利于萃取;另一方面却因降低了CO₂的密度,使物质的溶解度降低而不利于萃取。温度对萃取效果的影响是这两种竞争效应综合作用的结果^[9]。在试验中设定的几个温度参数中50 时的萃取率最高,因此适宜条件下的萃取温度定为50 。

2.3 萃取压力对萃取效果的影响 在恒定的温度条件下,在超临界流体萃取过程中,萃取压力和温度决定了流体的密度。流体密度越大,其溶解能力越大。在恒定的温度条件下,当压力增大时密度也增大,流体的溶解能力也随之增大;在恒定的压力条件下,超临界流体的溶解能力可能因温度的变化而出现增大、不变或降低的状况。因为温度升高,溶剂(流体)缔合机会增加,溶质的挥发性提高,扩散系数增大,相对增大了流体的溶解能力;由于超临界流体又具有气体的特性,当温度升高时,也会使其密度降低而导致溶解能力下降。这就存在着一个最佳的压力和温度条件,使上述矛盾达到平衡。当萃取压力在20 MPa 时,萃取率较高。

2.4 分离1 温度与萃取时间的影响 分离1 的温度对蜂花粉的萃取率也有影响。随着温度的升高,萃取率也提高。但是温度过高对产品的品质多少会有影响,因此试验确定蜂花粉萃取的分离1 温度为40 。理论上萃取时间越长,各种有效成分的萃取率越高。但萃取时间过长,萃取率虽有上升,但并不显著,且又加大产品成本,因此,确定蜂花粉的萃取时

间为3 h。

3 讨论

(1) 超临界CO₂ 萃取受很多因素的影响,主要有压力、温度、萃取时间、CO₂ 流量、原料粒度等。在众多的影响因素中,改变其中一个就可能導致萃取成分的变化。由于超临界流体密度在一定范围内对温度和压力变化很灵敏,而其溶解能力在一定范围内与密度成正比例关系,所以可通过改变温度与压力来改变物质的溶解度,达到选择性萃取的目的^[10]。因此,应根据萃取的主要成分来确定压力、温度等。

(2) CO₂ 超临界萃取作为一种高新分离提取技术,在蜂生产及蜂产品加工业中有广泛的应用前景,值得进一步探讨。

参考文献

[1] 曾志将. 养蜂学[M]. 北京: 中国农业出版社,2003.
 [2] 陈盛禄. 中国蜜蜂学[M]. 北京: 中国农业出版社,2001.
 [3] 李凤林,张丽丽,刘波,等. 超临界萃取法提取大蒜油的研究[J]. 江苏农业科学,2005(5):109-111.
 [4] 冯雷,刘道杰. 萃取新技术在食品工业中的应用[J]. 聊城大学学报:自然科学版,2004(1):27-30.
 [5] 陈立军,沈慧芳,黄洪,等. 超临界萃取技术及其在日用化工中的应用[J]. 日用化学工业,2004(5):304-307.
 [6] 曾志将,杨明,杨新跃,等. CO₂ 超临界和乙醇提取蜂胶对大鼠降血脂效果[J]. 江西农业大学学报,2006,28(3):433-435.
 [7] 冯武,范国栋,刘嘉宝. 云南松花粉超临界CO₂ 脱脂研究[J]. 云南林业科技,2003,102(1):63-65.
 [8] 雷华平,史庆龙,葛发欢,等. 蜂花粉脂肪油超临界CO₂ 萃取及GC MS 分析[J]. 中药材,2004,27(3):177-179.
 [9] 高疆生,易晓华,陈毓荃,等. 超临界二氧化碳萃取扁桃油的研究[J]. 西北农业学报,2001,10(1):11-13.
 [10] 陈淑莲,游静,王国俊. 超临界流体萃取在食品分析中的应用[J]. 食品研究与开发,2000,21(1):37-39.

(上接第1281 页)

部分抵消了它对单株产量的直接作用,造成它对产量只是一种表面影响,从而使相关系数大而对产量的实际影响(途径系数)却很小。如果在生产中消除这种间接影响,那么产量会相对提高。

研究表明,蓬数/果枝对产量的贡献最大,其次是树冠径,树高对产量的直接作用是负向的(对产量是负贡献)。在板栗选育种过程中,以高产为选种指标时,可以把树体矮化(降低X₃的负作用)、蓬数/果枝和树冠径大作为主要选择性状,从而达到选择目标。

表2 板栗主要性状与单株产量的通径分析

Table 2 Path analysis on main traits and yield per plant of Chinese chestnut

性状 Traits	相关系数 Correlation coefficient	直接作用 Direct effect	间接作用 Indirect effect							
			X ₁ Y	X ₂ Y	X ₃ Y	X ₄ Y	X ₅ Y	X ₆ Y	X ₇ Y	X ₈ Y
X ₁	0.551	14.927		-0.277	0.117	1.495	64.547	-0.083	0.003	-1.766
X ₂	0.430	-0.387	7.350		-0.351	0.038	42.225	0.066	0.015	-0.765
X ₃	0.261	0.238	10.700	0.216		-0.497	20.367	0.105	0.004	-0.615
X ₄	0.695*	3.762	5.932	-0.004	-0.031		84.980	-0.179	-0.033	-0.502
X ₅	0.924**	92.112	9.080	-0.154	0.046	3.013		-0.128	-0.011	-1.104
X ₆	-0.099	0.321	-3.873	-0.079	0.078	-2.096	-42.243		0.047	1.647
X ₇	0.175	0.173	0.265	-0.034	0.006	-0.708	-6.715	0.088		1.337
X ₈	-0.062	4.916	-5.364	0.060	-0.030	-0.384	-23.840	0.108	0.047	

2.3 园艺性状对单株产量的多元回归分析 为了便于实际操作,通过对尽量少的性状进行调控而取得尽量大的增产效果。进行多元逐步回归分析,舍去那些对单株产量影响不明显的自变量,得到最佳回归方程:

$$Y = 0.022 X_5 + 0.246 X_6 + 0.669 X_7 - 3.825 \quad (1)$$

回归方程(1)反映出的关系与上面通径分析结果基本一致。回归方程说明,当其他性状维持在平均水平时,蓬数/果枝、单果重量、粒/蓬3 个性状每提高1 个标准单位,单株产量可分别提高0.022、0.246、0.669 个标准单位,其中粒

对产量的贡献最大;R² 达0.989,表明这3 个性状对板栗单株产量的决定系数已达98.9%,可以认为这3 个性状是影响板栗单株产量的关键性状。

参考文献

[1] 杜国坚,张都海,许天龙,等. 我国板栗生产现状与发展对策[J]. 浙江林业科技,2000(5):79-82,88.
 [2] 袁嘉祖. 我国经济林发展中的问题及思考[J]. 河北林果研究,1997,10(2):226-232.
 [3] 刘庆忠. 板栗种质资源描述规范和数据标准[M]. 北京: 中国农业出版社,2006:8.