

超临界 CO₂ 萃取紫苏油的工艺优化研究

马尧 庄云, 张瑶 (吉林农业科技学院, 吉林吉林 132101)

摘要 [目的] 优化超临界 CO₂ 萃取技术提取紫苏油的工艺, 为开发紫苏资源提供科学依据。[方法] 利用超临界 CO₂ 流体作为萃取溶剂从紫苏子中提取紫苏油。以紫苏子萃取后的出油率为指标, 通过 L₉(3³) 正交试验筛选超临界 CO₂ 提取紫苏子油的最佳工艺, 研究萃取温度、萃取压力、CO₂ 动态流量 3 种因素对萃取紫苏子油产率的影响。[结果] 萃取紫苏子油的最佳工艺为萃取压力 20 MPa、萃取温度 40 ℃、CO₂ 动态流量 30 L/h。在 3 种影响因素中, 萃取压力的影响作用最显著, CO₂ 动态流量的影响次之, 萃取温度影响最小。[结论] 采用超临界 CO₂ 萃取法提取脂溶性成分具有速度快、效率高和无污染的特点, 其溶媒 CO₂ 可循环利用, 因此, 选用超临界 CO₂ 萃取法提取紫苏子油非常可行。

关键词 紫苏子油; 超临界 CO₂ 萃取; 工艺条件

中图分类号 S567.21⁺9 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2008)33-14577-01

Study on Optimization of Technology for Extracting Perilla Oil by Supercritical CO₂ Extraction

MA Yao et al (Jilin College of Agricultural Science and Technology, Jilin, Jilin 132101)

Abstract [Objective] The propose of study was to optimize the technology for extracting perilla oil by supercritical CO₂ extraction and provide the scientific basis for the development of the resources of perilla. [Method] The supercritical CO₂ fluid was used as the extraction solvent to extract the perilla oil from the drug material of perilla seed. With the oil yielding rate of the extracted perilla seed as the index, the optimum technology for extracting perilla seed oil by supercritical CO₂ extraction through L₉(3³) orthogonal test was screened and the effects of 3 factors including extraction temperature, extraction pressure, and CO₂ dynamic flow on the yield of perilla seed oil extraction were studied. [Result] The optimum technology for extracting perilla seed oil by supercritical CO₂ extraction was the extraction pressure of 20 MPa, extraction temperature of 40 ℃ and CO₂ dynamic flow of 30 L/h. Among the 3 influence factors, the effect of the extraction pressure was most significant, that of CO₂ dynamic flow was next and that of extraction temperature was lowest. [Conclusion] Using supercritical CO₂ extraction technique to extract the liposoluble constituents had the characters of quick speed, high efficiency and no pollution, with the cyclic utilization of nonstrum CO₂, so it is highly feasible to extract the perilla oil by supercritical CO₂ extraction.

Key words Perilla seed oil; Supercritical CO₂ extraction; Technology conditions

超临界流体萃取 (supercritical fluid extraction, 简称 SFE) 技术是近年来发展起来的一项新型分离技术^[1], 具有高密度、低黏度的特性。目前研究较多的是超临界 CO₂ (Tc 31.06 ℃、Pc 7.39 MPa) 萃取技术, 具有无毒、不易燃、价格低廉等优点^[2-6]。

中药紫苏子为唇形科一年生草本植物紫苏 [Perilla frutescens (L.) Britte] 的干燥成熟果实^[7]。近年来, 随着对紫苏子油中 α -亚麻酸研究的不断深入, 其降血脂、降血压、抗血栓、防治动脉粥样硬化、提高机体免疫和抗癌等作用正日益受到医药及食品保健界的高度重视^[8]。

笔者进行该研究, 就是希望应用超临界流体技术更好地提取紫苏子油^[9], 使之产率增加, 以使紫苏子油更充分地应用到医药和食品保健方面, 发挥其有效作用。

1 材料与方 法

1.1 试验材料

1.1.1 药材。紫苏子, 购自长春市药材公司。

1.1.2 试剂。无水乙醇 (分析纯), 购自北京化工厂。

1.1.3 仪器。101A-2E 型电热鼓风干燥箱 (上海实验仪器厂); HA-221-50-06 型超临界萃取装置 (江苏南通华安超临界萃取装置有限公司); FM100 高速万能粉碎机 (天津泰斯特仪器有限公司); T5000 电子天平 (江苏常熟双杰测量仪器厂)。

1.2 试验方法

1.2.1 紫苏子的预处理。将紫苏子过 20 目筛后, 清水洗净、晾干, 于电热鼓风干燥箱中 80 ℃ 下烘烤 2 h 后于阴凉处密封保存, 临用时粉碎。

1.2.2 提取方法。利用超临界 CO₂ 流体作为萃取溶剂从药材中提取有效成分。将粉碎的紫苏子粉 300 g 装入料筒后放入萃取釜中, 对萃取釜、分离釜进行加热, 储罐进行冷却。当温度达到所设定的温度时, 打开高压泵对萃取釜、分离釜进行加压, 当压力分别达到选定的萃取压力和分离压力时, 开始循环萃取, 调节 CO₂ 动态流量, 待系统稳定后, 计时, 并随时分别接收分离釜、分离釜的产物。

表 1 正交试验因素水平

Table 1 Factors and levels of the orthogonal test

水平 Level	因素 Factors		
	A CO ₂ 流量 L/h CO ₂ flow	B 萃取温度 Extraction temperature	C 萃取压力 MPa Extraction pressure
1	25	35	20
2	30	40	25
3	35	45	30

表 2 正交试验结果

Table 2 The orthogonal test results

试验编号 Est. No.	因素 Factor			出油率 % Oil yielding rate
	A	B	C	
1	1	1	1	38.3
2	1	2	2	30.0
3	1	3	3	34.3
4	2	1	2	24.0
5	2	2	3	30.9
6	2	3	1	37.8
7	3	1	3	30.0
8	3	2	1	38.7
9	3	3	2	20.7
\bar{K}_1	34.20	30.77	38.27	
\bar{K}_2	30.90	33.20	24.90	
\bar{K}_3	29.80	30.93	31.73	
R	4.40	2.43	13.37	

作者简介 马尧 (1963-), 女, 吉林长春人, 硕士, 副教授, 从事植物生理生化的教学与研究。

收稿日期 2008-09-11

(下转第 14592 页)

1.2.2 麦冬多糖的提取分离^[8]。称取干燥麦冬块根粉末(过20目筛2.000 0 g,加入12 ml 95%乙醇,回流提取3次,每次60 min,过滤,将残渣晾干,加入20 ml 水,80℃水浴加热30 min,再超声提取30 min,过滤,重复上述步骤2次,合并提取液,滤液减压浓缩至1/10体积,加乙醇,使含醇量达70%~80%,冰箱冷置过夜,醇析物抽干用无水乙醇、丙酮、乙醚依次洗涤5次,60℃烘干。称取粗多糖适量,采用sevage法,用三氯甲烷-氯仿(6:1)回流提取2次,每次20 min,离心,沉淀,用水将其溶解并定容至100 ml。

1.2.3 麦冬多糖含量的测定。从供试品溶液中精密吸取1.0 ml置100 ml容量瓶中,定容,摇匀,精密吸取2.0 ml,按硫酸-苯酚法,在491 nm波长处测定吸光度,由回归方程计算糖含量。

1.2.4 方法学考察。试验表明,平均回收率($n=5$)平均99.53%,RSD=1.48,利用硫酸-苯酚比色法测定麦冬多糖,方法稳定,在24 h内试验结果重现性良好。

表1 不同生育期的麦冬多糖含量变化规律($n=7$)

Table 1 The change laws of polysaccharide content in *Ophiopogon japonicus* in different growth periods($n=7$)

麦冬生育时间 x d	麦冬多糖含量 y ng/g
Growth time of <i>O. japonicus</i>	Polysaccharide content in <i>O. japonicus</i>
1	0
120	104.15 ±5.42
150	195.24 ±9.45
180	278.68 ±13.68
365	369.24 ±19.24
545	397.68 ±19.70
730	427.06 ±20.98

1.2.5 数据处理与相关回归分析^[9]。试验测定数据($n=5$)采用 $\bar{x} \pm s$ 表示;假设麦冬多糖的积累量 y (ng/g)随生育期 x (d)增加而增长,符合 $y = a \ln x + b$ 变化规律,相关性检验标

(上接第14577页)

1.2.3 超临界CO₂萃取参数的选择。经过单因素考察的预试验得知,萃取温度、萃取压力、CO₂流量是该试验的3个主要影响因素。采用正交试验设计法对提取的最佳工艺参数进行研究,每个因素设3个水平。选用L₉(3³)正交表,因素水平安排见表1。

2 结果与分析

正交试验结果见表2。由表2中的极差R值可知,萃取因素条件的显著性大小关系为:萃取压力>CO₂流量>萃取温度,提取的最优化条件是:萃取温度为40℃,萃取压力为20 MPa,CO₂流量为30 L/h。方差分析结果与极差分析结果一致。

3 结论

(1)超临界CO₂萃取法提取脂溶性成分速度快、效率高,溶媒CO₂可循环利用、无污染。因此,选用超临界CO₂萃取法提取紫苏子油更可行。

(2)采用正交试验确定了超临界CO₂萃取紫苏子油的最

准为: $r > 0.05$,无显著差异; $r < 0.05$,较显著差异; $r < 0.01$,显著差异; $r < 0.001$,显著差异。

2 结果与分析

直立型川麦冬不同生育期的多糖含量测定结果见表1。由表1可知,直立型川麦冬的多糖含量与麦冬的生长发育时期呈显著的对数正相关增长($n=7,0 < x < 730,0 < y < 427.06, r_{0.01} = 0.95074, r = 0.9560$),直立型川麦冬中的多糖含量 y 与生育时间 x 的回归方程为: $y = 147.2122 \ln x - 34.3882$ 。

3 结论

以直立型川麦冬为试验材料,采用原位动态和硫酸-苯酚比色法,测定了不同生育期的麦冬块根中的多糖含量,试验表明:直立型川麦冬中的多糖含量 y 与生育时间 x 的变化规律为: $y = 147.2122 \ln x - 34.3882$ ($n=7,0 < x < 730,0 < y < 427.06, r_{0.01} = 0.95074, r = 0.9560$)。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[S]. 北京:化学工业出版社,2005:122.
- [2] 林晓,周强峰,徐德生. 麦冬药理作用研究进展[J]. 上海中医药杂志,2004,38(6):59-61.
- [3] 郭海林,刘建秀,杭悦. 麦冬研究进展[J]. 中国野生植物资源,2003,22(3):2-4.
- [4] 范俊,张旭. 麦冬多糖药理研究进展[J]. 中医药学刊,2006,24(4):626.
- [5] 陈兴福,丁德蓉,刘岁荣,等. 川麦冬土壤的成土因素与理化特性研究[J]. 土壤通报,1999,30(2):91-92.
- [6] 何佳奇,姚振生,熊耀康,等. 苯酚-硫酸法测定麦冬须根中多糖的含量[J]. 中国中医药信息杂志,2006,13(10):51-52.
- [7] 马军守,别继明,金虹. 根中多糖和黄酮类有效成分定量分析[J]. 西南科技大学学报,2008,23(1):1-4.
- [8] 汤军,黄琦,徐志瑛. 麦冬多糖的提取与初步分析[J]. 浙江中医学院学报,1999,23(1):59-60.
- [9] 明道绪. 相关与回归分析法. 田间试验与统计分析[M]. 北京:科学出版社,2005:165-171.
- [10] 冯怡,韩宁,徐德生. 麦冬多糖含量测定方法的研究[J]. 中成药,2006,28(5):705-706.
- [11] GUO X, CHENG F X, IIAO Z, et al. Preliminary research of the regular pattern between flavonoids content and the age of erect type *Ophiopogon japonicus*[J]. Agricultural Science & Technology, 2008,9(5):142-144.

佳工艺条件:萃取温度为40℃,萃取压力为20 MPa,分离釜的温度38℃、压力8 MPa,分离釜的温度35℃、压力5 MPa,CO₂流量为30 L/h左右。

(3)通过提取紫苏子的出油率可知,超临界CO₂萃取法的分离技术在工业化应用上优于传统分离方法。

参考文献

- [1] 朱自强. 超临界流体技术-原理与应用[M]. 北京:化学工业出版社,2000:18-55.
- [2] 马海乐. 生物资源的超临界流体萃取[M]. 合肥:安徽科学技术出版社,2000:1-44.
- [3] 郎庆勇,魏建谟. 超临界流体萃取技术的应用及展望[J]. 岩矿测试,1998(17):216-222.
- [4] 阎立解,陈文明. 超临界流体(SCF)技术进展[J]. 化学通报,1998(4):10-14.
- [5] 赵静,于淑玲. 药用紫苏的资源开发[J]. 资源开发与市场,2006,22(6):549-551.
- [6] CHESIERT L, HINKSON J D, RAYNE D E. Supercritical fluid chromatography and extraction[J]. Anal Chem, 1998,70:301-320.
- [7] 刘洪旭,陈海滨,吴春敏. 紫苏子的研究进展[J]. 海峡药学,2004(4):16.
- [8] 苏望懿,李江平,李俊,等. 紫苏油是一种优良的保健油[J]. 中国油脂,1998,23(3):55.
- [9] 葛发欢,辉国钧,李菁,等. 超临界CO₂流体萃取技术在天然产物提取及药物分析中的最新研究进展和前景[J]. 中药材,1995,18(6):316.