

超临界 CO₂ 萃取紫苏油单因素参数的研究

马尧 庄云, 张瑶 (吉林农业科技学院, 吉林吉林 132101)

摘要 [目的] 确定超临界 CO₂ 萃取紫苏子油的单因素工艺参数。[方法] 采用超临界 CO₂ 萃取法提取紫苏子油, 通过 4 因素 5 水平试验, 考察萃取温度、萃取压力、CO₂ 流量、萃取时间对紫苏子出油率的影响。[结果] 随着 CO₂ 流量的增加, 出油率增大, CO₂ 流量在 25 ~ 30 L/h 较合适。随着萃取温度的增加, 出油率增大, 萃取温度的适宜变化范围为 35 ~ 40 ℃。随着萃取压力的增加, 出油率增大, 萃取压力在 20 ~ 25 MPa 较合适。随着萃取时间的增加, 出油率增大, 萃取时间的适宜变化范围为 1.5 ~ 2.0 h。[结论] 超临界 CO₂ 萃取法提取紫苏子油的单因素试验最佳工艺参数为: CO₂ 流量 25 ~ 30 L/h, 萃取温度 35 ~ 40 ℃, 萃取压力 20 ~ 25 MPa, 萃取时间 1.5 ~ 2.0 h。

关键词 紫苏子油; 超临界 CO₂ 萃取; 工艺参数; 出油率

中图分类号 S567.21⁺9 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2008)33-14575-02

Single Factor Experimental Study on Perilla Oil Extraction with Supercritical CO₂

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

Abstract [Objective] The study was to determine the technological parameters of single factor on perilla oil extraction with supercritical CO₂. [Method] Extraction method with supercritical CO₂ was taken to extract perilla seed oil. Through experiment with 4 factors and 5 levels, the effects of extraction temperature, extraction pressure, CO₂ flow and extraction time on oil yielding rate of perilla seed were investigated. [Result] With the increase of CO₂ flow, the oil yielding rate increased, and it was suitable when CO₂ flow was 25 - 30 L/h. With the increase of extraction temperature, the oil yielding rate increased and the suitable variation range of extraction temperature was 35 - 40 ℃. With the increase of extraction pressure, the oil yielding rate increased and it was suitable when extraction pressure was 20 - 25 MPa. With the increase of extraction time, the oil yielding rate increased and the optimum variation range of extraction time was 1.5 - 2.0 h. [Conclusion] The optimum technological parameters of single factor experiment on perilla oil extraction with supercritical CO₂ were CO₂ flow of 25 - 30 L/h, extraction temperature of 35 - 40 ℃, extraction pressure of 20 - 25 MPa and extraction time of 1.5 - 2.0 h.

Key words Perilla oil; Extraction with supercritical CO₂; Technological parameter; Oil yielding rate

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。此技术在我国实施中药现代化进程中被列为中药高效提取分离新技术, 受到国人重视^[1-6]。

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^[7-8], 紫苏子油中的 α -亚麻酸的作用广泛。笔者进行该研究, 目的是通过应用超临界流体技术更好地提取紫苏子油, 从而确定萃取紫苏油的单因素工艺参数, 为正交试验设计萃取紫苏油提供最佳工艺参数奠定基础。

1 材料与试验方法

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。HA 121-50-01 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); FWM00 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); 101A-2E 型电热鼓风干燥箱 (上海实验仪器厂)。

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。超临界 CO₂ 萃取法。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, 对储罐进行冷却。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。

1.2.3 超临界 CO₂ 萃取单因素试验参数的选择。经过查找资料^[9], 得知紫苏油超临界萃取的压力在 20 ~ 30 MPa、萃取温度在 30 ~ 40 ℃、作用时间一般在 2.0 h、CO₂ 流量为 25 ~ 35 L/h。因此, 该试验的单因素及水平安排见表 1。

表 1 单因素试验因素水平

Table 1 Factors and levels of single factor test

| 水平 Level | 因素 Factors | | | |
|----------|------------------------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|-----------------------|
| | CO ₂ 流量 L/h CO ₂ flow | 萃取温度 Extraction temperature | 萃取压力 MPa Extraction pressure | 作用时间 h Action time |
| 1 | 15 | 25 | 15 | 1.0 |
| 2 | 20 | 30 | 20 | 1.5 |
| 3 | 25 | 35 | 25 | 2.0 |
| 4 | 30 | 40 | 30 | 2.5 |
| 5 | 35 | 45 | 35 | 3.0 |

2 结果与分析

在某一因素变化时, 其他因素都选择统一的数值。该试验中, 当其他因素变化时, 萃取压力取 25 MPa、萃取温度取 40 ℃、作用时间取 2.0 h、CO₂ 流量取 30 L/h。

2.1 单因素 CO₂ 流量的变化对紫苏出油率的影响 在萃取温度为 40 ℃、萃取压力为 25 MPa、作用时间为 2.0 h 下, 设 CO₂ 流量分别为 15、20、25、30、35 L/h, 测得相应的紫苏出油率分别为 19.5%、20.1%、34.6%、37.6%、37.8%。

由此可以看出, 随着 CO₂ 流量的逐渐增加, 出油率逐渐增大。通过方差分析和多重比较可知: CO₂ 流量为 30 与 35 L/h, 出油率差异不显著; 其余 CO₂ 流量变化时, 各处理之间出油率差异极显著。CO₂ 流量从 25 L/h 以上对出油率影响明显但不超过 30 L/h, 流量超过 35 L/h 时对紫苏出油率的影响与流量为 30 L/h 时对紫苏的出油率影响一样。因此,

CO₂ 流量变化范围应选25 ~30 L/h 较合适。

2.2 单因素萃取温度的变化对紫苏出油率的影响 在CO₂ 流量为30 L/h、萃取压力25 MPa、作用时间2.0 h下,设萃取温度分别为25、30、35、40、45,则得出相应的紫苏出油率依次为21.5%、25.6%、27.4%、30.3%、30.4%。

由此可以看出,随着萃取温度的逐渐增加,出油率逐渐增大。通过方差分析和多重比较可知:萃取温度增大到40和45时出油率差异不显著,其余温度变化时,各处理之间出油率差异极显著。因此,出油率的温度应在40以下,而在25时,出油率最低,所以温度变化范围应在35~40。

2.3 单因素萃取压力的变化对紫苏出油率的影响 在CO₂ 流量30 L/h、萃取温度40、作用时间2.0 h下,设萃取压力分别为15、20、25、30、35 MPa,则相应的紫苏出油率依次为26.1%、35.3%、35.6%、34.6%、34.7%。

由此可以看出,随着萃取压力的逐渐增加,出油率逐渐增大。当萃取压力增大到30和35 MPa时的出油率逐渐下降。通过方差分析和多重比较可知:萃取压力20与25 MPa的出油率差异不显著;30和35 MPa的出油率差异不显著;其他各处理之间出油率差异显著或极显著。萃取压力15 MPa的出油率与各处理之间差异极显著;20和25 MPa的出油率与30和35 MPa的差异显著。在15 MPa时出油率最低,25 MPa时最高。因此,萃取压力变化范围应在20~25 MPa。

2.4 单因素作用时间的变化对紫苏出油率的影响 在CO₂ 流量30 L/h、萃取温度40、萃取压力25 MPa下,设作用时间分别为1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 h,则相应的紫苏出油率依次为25.4%、32.6%、33.7%、33.1%、33.4%。

由此可以看出,随着萃取作用时间的逐渐增加,出油率

逐渐增大。当萃取作用时间增大至2.5 h时,出油率不再增加。2.0~3.0 h出油率相差不大。通过方差分析和多重比较可知:作用时间1.0 h与其余处理之间的出油率差异极显著。其余处理之间的出油率差异不显著。因此,萃取作用时间变化范围应在1.5~2.0 h。

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) 采用单因素试验确定了超临界CO₂ 萃取紫苏子油的最佳工艺条件:CO₂ 流量变化范围应选25~30 L/h;温度变化范围在35~40;萃取压力变化范围在20~25 MPa;萃取作用时间变化范围在1.5~2.0 h。分离釜的温度38、压力8 MPa,分离釜的温度35、压力5 MPa。

(3) 超临界CO₂ 萃取法单因素试验工艺参数的确定为进一步采用正交试验设计法萃取紫苏子油提供了优化条件。

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, HINKSTON 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.

(上接第14573页)

紫苏。多重比较的结果表明,白苏和灰苏之间差异不显著,与选育紫苏差异显著,与紫苏差异极显著;选育紫苏与紫苏之间差异极显著。说明紫苏之间发芽率以及和白苏、灰苏之间的发芽率与品种有关。白苏、灰苏之间的发芽率与品种无关。

从种子的千粒重可以看出,灰苏>白苏>选育紫苏>紫苏。多重比较的结果表明,紫苏各品种之间差异极显著,种子的千粒重与品种有关联。

从紫苏籽的平均产量可以看出,选育紫苏>白苏>紫苏>灰苏。多重比较的结果表明,紫苏各品种之间差异极显著,紫苏籽的平均产量与品种有关。

从紫苏籽的出油率可以看出,选育紫苏>紫苏>白苏>灰苏。多重比较的结果表明,紫苏各品种之间差异极显著,紫苏籽的出油率与品种有关。

3 结论

从以上分析可以知道,紫苏品种的颜色也决定于它的品种。紫苏的生育期中白苏为早熟品种,紫苏为较晚熟品种,生育期决定于品种。

从种子的发芽率方面来看,白苏、灰苏之间的发芽率与品种无关,紫苏之间发芽率与品种有关。

从种子的千粒重、产量、出油率方面来看,种子脂肪含量与籽粒某些性状有一定关系,种子粗脂肪含量与种皮颜色、籽粒大小和千粒重有关,种皮褐色且千粒重小的种子脂肪含量高;而灰色、白色且千粒重大的脂肪含量低。小粒型的脂肪含量高,大粒型含量较低。并随种子千粒重的增加,粗脂肪含量降低。因此,不同颜色的紫苏从种子颜色、生育期、种子千粒重、产量、出油率等方面都与紫苏的品种有关。选育紫苏的产量、出油率都高于其他品种。

参考文献

- [1] 李锡文. 中国植物志[M]. 北京: 科学出版社, 1977:283.
- [2] 刘月秀, 张卫明. 紫苏属植物的研究与利用[J]. 中国野生植物资源, 1996(3):24-27.
- [3] 崔凯. 苏子油资源的开发利用[J]. 中小企业科技, 1997(8):29-32.
- [4] 黄启飞, 丁德蓉. 紫苏的研究进展[J]. 中国野生植物资源, 1999, 18(2):12-15.
- [5] 刘建仙. 功能性食品学[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2006:258-284.
- [6] 马成亮. 紫苏的栽培与利用[J]. 林业科技, 2004, 29(2):51-52.
- [7] 郭新竹, 宁正祥. 保健食用油——紫苏油研究进展[J]. 食品科技, 2001(4):58-59.
- [8] 江苏省南通农业学校. 作物遗传与育种学(下册):作物育种和良种繁育[M]. 北京: 中国农业出版社, 1995:322-323.