

# CO<sub>2</sub> 超临界萃取法提取玫瑰类黄酮及其保健功能研究

何熹, 韩宁 (山东轻工业学院成人教育学院, 山东济南 250353)

**摘要** [目的] 探讨采用 CO<sub>2</sub> 超临界萃取技术提取玫瑰黄酮的效果, 研究玫瑰黄酮的保健功能。[方法] 以玫瑰为材料, 采摘后用乙醇浸提、浓缩, 经过 CO<sub>2</sub> 超临界萃取, 在提取玫瑰精油的同时, 获得了玫瑰黄酮。以大鼠实验对象, 对提取的玫瑰黄酮调节血脂功能进行动物实验。[结果] 使用 CO<sub>2</sub> 超临界萃取技术从玫瑰中萃取的黄酮得率为 0.55%, 经喷雾干燥后的固体为紫红色粉末, 黄酮含量(干重)为 63 mg/g。动物实验证明, 饲喂一定剂量的玫瑰黄酮可降低大鼠血清 TC、TG 水平, 提升 HDL-C 水平, 具有降低血脂的功能。[结论] CO<sub>2</sub> 超临界萃取除萃取玫瑰黄酮外, 还能提取挥发性强的高价值产物玫瑰精油, 而且还具有浓缩的功能, 没有残留, 为开发高附加值的玫瑰及其制品提供了新的思路。

**关键词** CO<sub>2</sub> 超临界萃取; 玫瑰精油; 玫瑰黄酮

中图分类号 TQ028.32 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2009)26-12699-02

## Extraction of Flavones from Rose by Supercritical CO<sub>2</sub> Extraction Method and Research on Its Healthy Function

HE Xi et al (College of Adult Education, Shandong Institute of Light Industry, Jinan, Shandong 250353)

**Abstract** [Objective] The study aimed to discuss the effect of extracting the flavones from rose by supercritical CO<sub>2</sub> extraction method and research its health function. [Method] With rose as the tested material, after harvest it was extracted and concentrated by ethanol and then extracted by supercritical CO<sub>2</sub> extraction and finally the rose flavones was obtained at the same time of extracting the essential oil from rose. The rat was used as the test object to conduct the animal test on the regulation of blood lipid function with the extracted rose flavones. [Result] The flavones yield extracted from the rose by supercritical CO<sub>2</sub> extraction technique were about 0.55%, the dried solid through spraying was the purplish red powder with the flavones content of 63 mg/g dry weight. The animal test proved that feeding the rose flavones at some dosage could decrease the TC and TG levels in the rat serum and raise HDL-C level, which showed the function of reducing blood lipid. [Conclusion] The supercritical CO<sub>2</sub> extraction method could extract the strong volatility and high value product of essential oil from rose except of extracting rose flavones, and also had the concentrated function with any residue, which provided a new thinking for developing the rose and its products with high additional value.

**Key words** Supercritical CO<sub>2</sub> extraction; Refined rose oil; Rose flavones

植物类黄酮, 是一类具有广泛生物活性的植物次生代谢物, 其基本机构为苯基色原酮, 属于多酚类化合物家族, 目前已分离鉴定出 4 000 种以上的类黄酮物质, 按其结构, 可分为黄酮类、异黄酮类以及花色素等 13 大类。由于类黄酮具有抗氧化、消炎、抗病毒、防癌等生物功效, 近年来一直为人们所关注, 尤其是一些流行病学初步显示, 类黄酮物质的降血脂、抗血栓作用, 有利于预防心血管疾病的发生和发展<sup>[1]</sup>。

目前提取植物类黄酮, 主要采用醇类萃取技术。笔者以玫瑰为材料, 采用先进的 CO<sub>2</sub> 超临界萃取技术, 进行了提取尝试, 以期为医药行业生产改进提供理论依据。

### 1 材料与方

**1.1 试剂材料与试剂** 平阴 1 号玫瑰: 山东平阴玫瑰研究所自行培育; 健康 Wistar 大鼠 44 只, 雌性, 体重 150~200 g, 山东大学动物中心提供; 酶法测定 TC、TG、HDL-C 试剂盒, 由北京中生生物工程高技术公司提供; 95% 乙醇, 山东济南平阴县酒精厂生产; 食用级高压 CO<sub>2</sub> (纯度 99.99%), 济南化肥厂生产; 芸香苷, 亚硝酸钠, 硝酸铝, 氢氧化钠等均为分析纯。

**1.2 仪器设备** CO<sub>2</sub> 超临界萃取仪 HA121-50-01 型, 江苏南通华安超临界设备有限公司; 微型喷雾干燥仪 YC-015 型, 上海雅程仪器设备有限公司; 722 光栅分光光度计, 上海第 3 分析仪器厂。

### 1.3 方法

**1.3.1 工艺流程**(见图 1)。

**1.3.2 工艺过程。** 将刚采摘的玫瑰与 95% 乙醇按照 1:2 倍重量比于常温浸泡 24 h, 经真空浓缩制成玫瑰浸膏。

**作者简介** 何熹(1972-), 男, 山东济南人, 硕士, 讲师, 从事食品营养与加工研究。

**收稿日期** 2009-05-04

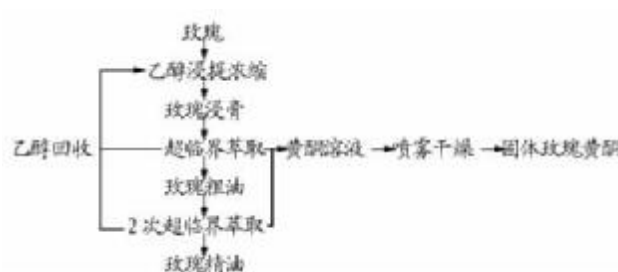


图 1 提取工艺流程

Fig.1 Extracting process

浸膏 500 ml 装入超临界萃取仪的萃取缸中, 按照 CO<sub>2</sub>→萃取缸→精馏柱→分离 I→分离 II→萃取缸的流程分别调整好萃取的温度和压力, 各参数稳定时开始计时, 2~4 h 后停机, 首先分离出玫瑰粗油和部分(大量)玫瑰黄酮溶液; 将玫瑰粗油收集后按体积比 3:2 添加夹带剂, 再按以上流程进行 2 次萃取, 最终产物是玫瑰精油和玫瑰黄酮溶液(少量); 把 2 次萃取获得的玫瑰黄酮溶液合并收集, 经喷雾干燥制成粉末状的玫瑰黄酮固体产物。同时萃取过程中可回收大量乙醇, 用于玫瑰浸提循环使用。

**1.3.3 玫瑰黄酮含量测定方法。** 精密称取 120 °C 干燥至恒重的芸香苷 10.000 0 mg, 加入 50 ml 60% 乙醇, 加水定容至 100 ml, 得浓度为 0.10 mg/ml 的溶液。精密量取上述溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 ml, 加入 5% 亚硝酸钠溶液和 10% 硝酸铝溶液各 0.3 ml, 放置 6 min, 加 4.0 ml 1 mol/L 的氢氧化钠溶液, 再分别加入 30% 的乙醇至 10 ml, 摇匀, 放置 15 min。用分光光度计在 510 nm 测吸光度, 并以浓度为纵坐标, 吸光度为横坐标, 绘制标准曲线。量取样品液 5 ml, 测定其吸光度后, 从标准曲线中计算黄酮类化合物含量<sup>[2]</sup>。

**1.3.4 玫瑰黄酮动物实验。** 以基础饲料喂大鼠 7 d 后, 空腹

取尾血,酶法测定血清中总胆固醇(TC)、甘油三脂(TG)、高密度脂蛋白胆固醇(HDL-C)。根据TC水平,将动物随机分为4组:高脂对照组和3个受试组。自正式试验开始,各组动物换用高脂饲料。受试物组灌胃给予不同剂量的玫瑰黄酮,高脂对照组灌胃给予等体积的蒸馏水,灌胃量按(体重)0.01 ml/g计算,每日1次,连续36 d,空腹取尾血,测定各项血脂指标。

分别将TC、TG、HDL-C试剂盒中提供的标准样品按要求在500 nm下比色绘制成不同标准曲线。在把大鼠血液用0.15 M NaCl按适当倍数稀释,通过测定其吸光度值来分别确定TC、TG、HDL-C含量。

## 2 结果与分析

### 2.1 萃取温度和压力对产物的影响

CO<sub>2</sub>超临界萃取技术是利用不同的物质在不同的CO<sub>2</sub>温度、压力条件的溶解度差异的原理从而分步沉降、分离。由于玫瑰油组成成分多为低分子化合物,在常温、常压下挥发性强,相比之下黄酮类物质则相对稳定,通过使用CO<sub>2</sub>超临界萃取技术,在研究萃取温度、压力对玫瑰黄酮和玫瑰精油的得率影响时发现:不同萃取温度、压力对玫瑰精油得率的影响较大,对玫瑰黄酮的影响却很小(表1)。因此为了同时获得玫瑰黄酮和精油,最终确定的萃取温度压力以玫瑰精油最大得率的最适条件为标准<sup>[3]</sup>。

表1 萃取温度压力对玫瑰油和黄酮得率的影响

萃取条件 Extraction condition	玫瑰粗油得率 Yield of rose crude oil	玫瑰精油得率 Yield of refined oil	玫瑰黄酮得率 Yield of rose flavones
50 °C, 20 MPa	0	0	0.54
50 °C, 30 MPa	0	0.08	0.55
70 °C, 20 MPa	0.23	0.09	0.54
70 °C, 30 MPa	0.34	0.11	0.56

表2 玫瑰黄酮对大鼠的TC、TG、HDL-C影响

Table 2 Effects of rose flavones on TC, TG, HDL-C level of rat

剂量//g/kg Dosage	动物数//只 Animal numbers	TC//mg/dl				TG//mg/dl				HDL-C//mg/dl			
		试验前( $\bar{x} \pm s$ )		试验后( $\bar{x} \pm s$ )		试验前( $\bar{x} \pm s$ )		试验后( $\bar{x} \pm s$ )		试验前( $\bar{x} \pm s$ )		试验后( $\bar{x} \pm s$ )	
		Before test	After test	Before test	After test	Before test	After test	Before test	After test	Before test	After test		
0	10	83.1	21.0	75.2	23.6	77.2	20.3	87.6	32.1	51.0	9.30	42.1	12.8
1.25	12	82.9	19.8	82.4	33.1	65.6	14.1	60.3	14.5	55.6	9.40	41.0	17.8
2.5	12	84.5	14.2	36.2	23.1	69.5	30.2	64.1	17.7	57.1	8.33	62.1	21.4
5	10	83.8	18.3	71.2	31.6	78.4	27.3	72.3	22.1	54.6	8.51	57.4	12.4

经过比较,中剂量玫瑰黄酮组明显降低大鼠的血清TC水平;低、中、高剂量组均能明显降低大鼠的血清TG水平;中、高剂量组均能明显升高大鼠的血清HDL-C水平。因此,玫瑰黄酮具有一定的调节血脂保健功能。

## 3 小结

(1)使用CO<sub>2</sub>超临界萃取技术从玫瑰中萃取黄酮,得率为0.55%,经喷雾干燥后的固体为紫红色粉末,黄酮含量为63 mg/g干重。

(2)大鼠动物实验证明,通过饲喂一定剂量的玫瑰黄酮,可降低血清TC、TG水平,提升HDL-C水平,具有降低血脂的功能。

(3)在CO<sub>2</sub>超临界萃取黄酮过程中,溶液中黄酮浓度随

常规使用的提取黄酮方法主要以醇类萃取法为主,由于是在开放的环境下进行的,如果提取玫瑰黄酮,会造成玫瑰精油挥发,两者不能同时提取,而CO<sub>2</sub>超临界萃取是在密闭环境下进行,可以利用这两类物质在超临界CO<sub>2</sub>流体中稳定性的差异,进行分离、分步提取,同时作为萃取溶剂的CO<sub>2</sub>在常温常压下自然挥发,不会在产物中残留,这体现了该技术的优势。

### 2.2 萃取过程中玫瑰黄酮含量变化

依据工艺流程分别对萃取前的玫瑰浸膏,2次超临界萃取的黄酮溶液中的黄酮含量进行测定(图2)。

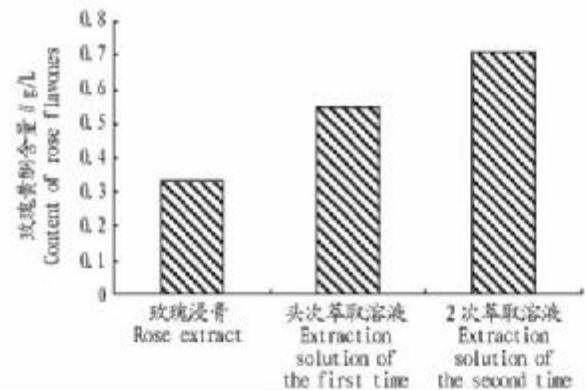


图2 不同萃取阶段中的玫瑰黄酮含量

Fig. 2 The content of rose flavones in different extraction stages

从图2可知,玫瑰黄酮含量随着萃取深度的发展而不断提高,这就从另一方面证明了超临界萃取不但具有分离、提取的功能,同时从某种程度上还具有富集、浓缩的作用。

### 2.3 玫瑰黄酮调节血脂功能

给予实验Wistar大鼠高脂饲料喂养一段时间,当大鼠的血清TC、TG均有明显增加后,分别按不同剂量((体重)1.25, 2.5, 5 g/kg)分别给3个实验组和1个对照组大鼠进行玫瑰黄酮灌胃,36 d后测定其血液中TC、TG、HDL-C水平,结果见表2。

着萃取进程的深入而升高,因此使用CO<sub>2</sub>超临界萃取技术不仅能萃取、分离产物,还可具有浓缩的功能。

(4)CO<sub>2</sub>超临界萃取是在密闭环境中进行,因此除了萃取玫瑰黄酮外,还能提取挥发性强的玫瑰精油,而且作用条件温和,溶剂不残留,不影响产品的品质,为开发高附加值的玫瑰及其制品提供了一条新的途径。

## 参考文献

- [1] 徐贵发, 蔺新英. 功能食品与功能因子[M]. 济南: 山东大学出版社, 2005: 220.
- [2] 迟玉森, 张桂香, 潘维峰, 等. 山楂叶中黄酮类化合物的提取方法研究[J]. 现代商贸工业, 1999(9): 78-79.
- [3] 何熹, 韩宁, 庄桂东. 利用CO<sub>2</sub>超临界二次萃取方法提取玫瑰精油[J]. 安徽农业科学, 2009, 37(8): 3353-3354, 3356.