

屈二军,张亚飞,谢展,等. 辛夷精油 CO₂ 超临界提取技术条件优化[J]. 江苏农业科学,2013,41(12):277-279.

辛夷精油 CO₂ 超临界提取技术条件优化

屈二军,张亚飞,谢展,马梦星,张朝红,韩连涛

(河南城建学院生物工程系,河南平顶山 467036)

摘要:首先通过单因素试验确定 CO₂ 超临界萃取辛夷精油的最优条件,然后采用 Box-Behnken 中心组合试验,根据 CO₂ 流量、萃取压强和温度进行 3 因素 3 水平的响应面试验,得出最优条件为:压力 12.9 MPa,温度 34.1 ℃,CO₂ 流量 19.7 kg/h,颗粒直径大小 1 mm 以下,萃取时间 80 min。在此条件下,理论出油率为 4.53%,实测出油率为 4.46%。

关键词:响应面法;CO₂ 超临界萃取;辛夷精油

中图分类号:R284.2 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-1302(2013)12-0277-02

辛夷始载于《神农本草经》^[1],为木兰科植物望春玉兰(*Magnolia biondii* Pamp.)、玉兰(*M. denudata* Desr.)或武当木兰(*M. sprengeri* Pamp.)的干燥花蕾^[2-3]。辛夷是一种名贵的中药材,有祛风、发散、通鼻窍之功效,主要用于风寒头痛、鼻塞、鼻渊、鼻流浊涕等症。同时,辛夷也是很好的香精原料,提取的精油能用于食用香精、烟用香精和日化香精的生产^[4]。辛夷的主要成分为挥发油,辛夷挥发油具有广泛的药理活性,有较好的抗炎、抗过敏、抗组胺和肥大细胞膜稳定作用^[5-6]。辛夷精油因其易挥发的特性,提取时采用传统的水蒸汽蒸馏法会导致其有效成分损失。此外,还可用超声波法和微波法进行辅助提取^[2]。超临界 CO₂ 萃取技术是 20 世纪 80 年代发展起来的一种新型的分离提取技术,与传统的水蒸汽蒸馏法相比,超临界流体萃取具有室温下操作、无有机溶剂残留、能够保持被提取物的天然特性等优点^[7]。赵欧使用此方法提取辛夷精油,得率为 4.38%^[4]。据研究,影响辛夷中挥发油 CO₂ 超临界提取得率的因素有样品量、颗粒大小、萃取温度、萃取压力、萃取时间、CO₂ 流量等因素。若以 5 因素 3 水平设计传统正交试验进行提取工艺条件的优化,试验过程较为繁琐,本试验利用响应面分析法进行辛夷精油 CO₂ 超临界萃取工艺条件的优化,为辛夷精油大规模生产奠定基础。

1 材料和方法

1.1 材料

试验用辛夷为取自河南省南召县云阳镇的玉兰。设备与仪器:10+2L 型超临界 CO₂ 萃取装置(杭州华黎泵业有限公司);植物高速粉碎机;SAS 8.0 软件。

1.2 方法

1.2.1 萃取流程 辛夷经干燥、去壳、破碎后入萃取釜,达到设定温度后通入经过液化冷箱液化、预热器预热和再次净化的 CO₂,升压到设定值,达到超临界流体状态进行萃取。

1.2.2 单因素试验 选择颗粒大小、萃取温度、萃取压力、萃取时间、CO₂ 流量 5 个因素进行单因素试验。

1.2.3 提取条件的优化试验设计 在单因素试验的基础上采用 Box-Behnken 中心组合试验设计,以萃取温度、萃取压力、CO₂ 流量为响应因子,得率为响应值进行试验,借助 SAS 8.0 进行结果分析,确定最佳工艺条件。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

通过单因素试验,确定各因素最优条件为:辛夷颗粒粒径 14 目,压力 14 MPa,温度 35 ℃,萃取时间 40 min,CO₂ 流量 25 kg/h。

2.2 响应面法优化提取条件

2.2.1 显著性检验 依据单因素试验结果,以萃取压力(x_1)、CO₂ 流量(x_2)和萃取温度(x_3)3 因素为响应自变量,出油率为响应因变量,根据 Box-Behnken 中心组合试验设计原理,进一步进行 3 因素 3 水平响应面分析,因素及水平见表 1,试验方案和结果见表 2。15 个试验点可以分为 2 类,其一是析因点,自变量取值在 x_1 、 x_2 、 x_3 所构成的三维顶点,共有 12 个析因点;其二是零点,为区域的中心点,零点试验重复 3 次,用以估计试验误差。根据试验结果,试验因素和水平设计响应面试验得到出油率(y)对萃取压力(x_1)、CO₂ 流量(x_2)和萃取温度(x_3)3 因素的回归方程为 $y = 4.5 + 0.0625x_1 + 0.5125x_2 - 0.2x_3 - 5x_1^2 - 0.1x_1x_2 - 0.225x_1x_3 - 0.55x_2^2 - 0.275x_2x_3 - 0.525x_3^2$ 。

表 1 辛夷精油提取 Box-Behnken 试验因素及水平

编码	x_1 : 压力 (MPa)	x_2 : CO ₂ 流量 (kg/h)	x_3 : 温度 (℃)
-1	12	15	31
0	14	18	35
1	16	21	39

出油率对各因素的二次回归方程 F 值为 11.654 97,平均出油率为 3.9%, $P = 0.007329 < 0.05$,即模型显著;模型的校正决定系数 $r_{Adj}^2 = 87.26\%$,该模型能解释 87.26% 响应值的变化;决定系数 $r^2 = 95.45\%$,模型拟合程度良好,预测值与实测值之间有良好的相关性。所以可以利用该模型来分析及预测出油率随各因素的变化。

用 SAS 软件对表 2 结果进行多元回归分析,结果(表 3)表明,方程一次项、二次项的影响都是显著的,交互项作用影

收稿日期:2013-05-01

基金项目:河南城建学院校科研基金(编号:2011JZD008)。

作者简介:屈二军(1975—),男,河南平顶山人,硕士,副教授,主要从事生化工程与发酵工程教学与科研工作。E-mail:qejun@163.com。

表 2 辛夷精油提取 Box – Behnken 试验设计及结果

试验号	x_1 :压力	x_2 :CO ₂ 流量	x_3 :温度	出油率(%)
1	-1	-1	0	3.2
2	-1	1	0	4.3
3	1	-1	0	3.7
4	1	1	0	4.4
5	0	-1	-1	2.9
6	0	-1	1	2.8
7	0	1	-1	4.6
8	0	1	1	3.4
9	-1	0	-1	3.8
10	1	0	-1	4.2
11	-1	0	1	4.1
12	1	0	1	3.6
13	0	0	0	4.5
14	0	0	0	4.4
15	0	0	0	4.6

响不显著,故交互项可以省略,也可以看出各具体试验因子对响应值的影响不是简单的线性关系。根据回归方程可得响应面图(图 1、图 2、图 3)。回归模型响应曲面及其等高线直观地反映了各因素对响应值的影响。等高线的形状反映出各因素交互作用的强弱。若等高线呈现椭圆形,则表示 2 因素交互作用显著;若等高线呈现圆形,则表示交互作用显著性小。

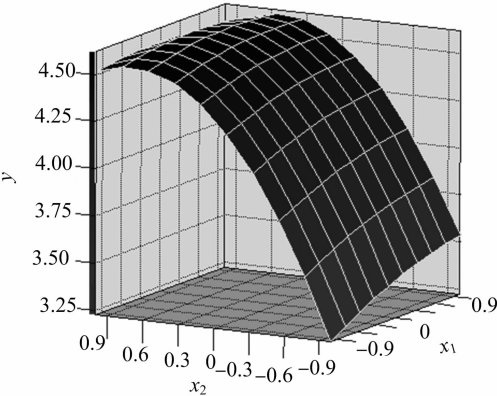


图 1 萃取压力(x_1)与 CO₂ 流量(x_2)响应面和等值线

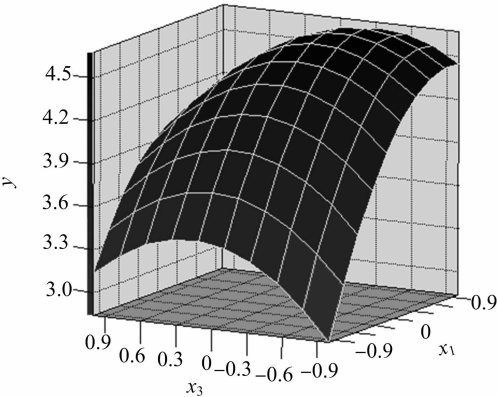
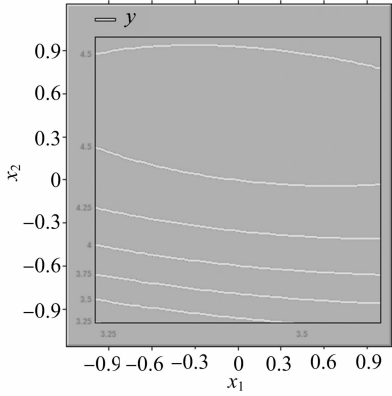
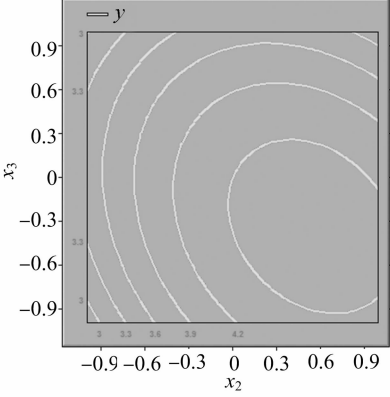


图 2 CO₂ 流量(x_2)与萃取温度(x_3)的响应面和等值线



3 结论

本试验利用超临界提取技术,通过单因素试验和 Box – Behnken 试验设计以及响应面分析对辛夷精油提取条

表 3 辛夷精油提取率拟合方程的方差分析					
回归模型					
来源	df	SS	MS	F 值	P 值
x_1	1	0.031 25	0.031 25	0.657 895	0.454 166
x_2	1	2.101 25	2.101 25	44.236 84	0.001 159
x_3	1	0.320 00	0.320 00	6.736 842	0.048 510
$x_1 x_1$	1	0.009 23	0.009 23	0.194 332	0.677 743
$x_1 x_2$	1	0.040 00	0.040 00	0.842 105	0.400 894
$x_1 x_3$	1	0.202 50	0.202 50	4.263 158	0.093 865
$x_2 x_2$	1	1.116 92	1.116 92	23.514 17	0.004 677
$x_2 x_3$	1	0.302 50	0.302 50	6.368 421	0.052 943
$x_3 x_3$	1	1.017 69	1.017 69	21.425 10	0.005 690
模型	9	4.982 50	0.553 61	11.654 97	0.007 329
误差	5	0.237 50	0.047 50		
总计	14	5.220 00			

件进行优化,得到最优提取条件为:压力 12 MPa、温度 34.1 ℃、CO₂ 流量 19.7 kg/h、颗粒直径 1 mm 以下、萃取时间 80 min。此条件大大提高了辛夷精油的出油率,为辛夷药用价值的深入研究和开发利用奠定了基础。

高培仁,王石华. CaCl_2 处理对丽江雪桃形态和理化指标的影响[J]. 江苏农业科学,2013,41(12):279-281.

CaCl_2 处理对丽江雪桃形态和理化指标的影响

高培仁,王石华

(丽江师范高等专科学校生命科学系,云南丽江 674199)

摘要:以丽江雪桃为试验材料,分析比较了不同浓度的 CaCl_2 处理对低温贮藏条件下雪桃果实硬度、褐变和腐烂 3 个形态指标以及可溶性固形物和可滴定酸 2 个理化指标的影响。结果表明, CaCl_2 处理对丽江雪桃的形态指标无明显影响,然而对其理化指标的影响较为明显,其中,6 g/L 和 10 g/L 的 CaCl_2 处理能分别有效延缓丽江雪桃可滴定酸和可溶性固形物含量的升高。

关键词:丽江雪桃; CaCl_2 ;贮藏;形态;理化指标

中图分类号:S662.101

文献标志码:A

文章编号:1002-1302(2013)12-0279-03

丽江雪桃是经过多年精心优化培育出来的优良桃树品种,适合于云南丽江海拔 2 000~2 600 m 的原生态高原地区种植,具有色彩鲜艳、口感甜脆、果形端正美观等特点。来自国家农业部农产品质量监督检验测试中心的检验报告表明,在 39 项检测指标中,丽江雪桃有 33 项指标明显高于其他著名的桃品种。自 2009 年以来,丽江雪桃已连续 5 年被选定为中国国庆招待宴会珍稀果品。目前,丽江市雪桃总种植面积

已达到 1 000 hm^2 ,丽江雪桃产业为丽江市社会主义新农村建设起到了积极的推动作用。然而,由于桃属于典型的呼吸跃变型果实,采后在常温条件下迅速出现呼吸高峰和乙烯释放高峰,发生软化腐烂现象,使耐贮藏性下降^[1]。目前,关于丽江雪桃的贮藏防褐保鲜仅有很少研究^[2-5]。

基于 CaCl_2 对于众多植物具有比较明显的保鲜效果^[6-13]。本试验采用不同浓度的 CaCl_2 处理丽江雪桃,分析比较其果实低温贮藏过程中形态与理化指标变化,筛选适合雪桃贮藏防褐保鲜的 CaCl_2 浓度,旨在探索延长丽江雪桃贮藏期的可行性方法。

收稿日期:2013-05-10

基金项目:云南省教育厅科学研究基金项目“丽江雪桃贮藏防褐保鲜研究”(项目编号:2010Y461)。

作者简介:高培仁(1965—),男,云南永仁人,硕士,副教授,长期从事生物学教学及相关研究。E-mail: gpr126@163.com。

通信作者:王石华,博士,副教授,主要从事植物遗传育种及果蔬保鲜的教学与科研工作。E-mail: wangshihua1983@163.com。

1 材料与方法

1.1 供试材料

在素有“丽江水果之乡”美誉的丽江市玉龙县拉市乡雪

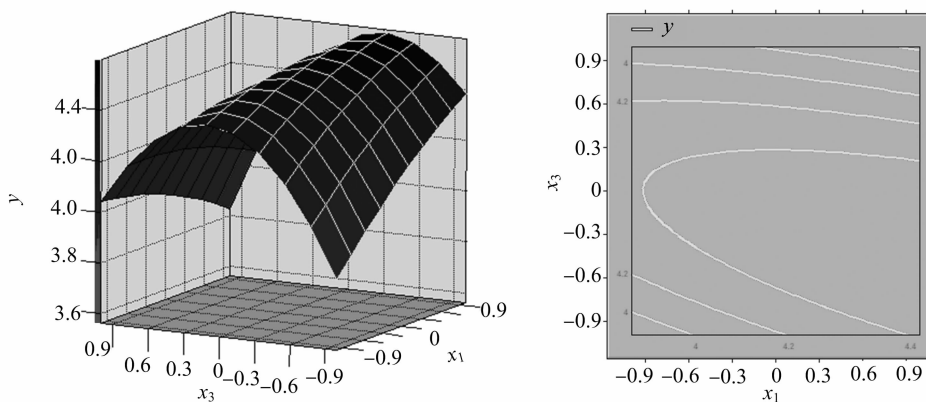


图3 萃取压力(x_1)与萃取温度(x_3)的响应面和等值线

参考文献:

- [1] 林尚泽. 变应性鼻炎(AR)流行病学病理发生及治疗的一些方面[J]. 国外医学:中医中药分册,2001,25(3):179.
- [2] 丁丽凤,吴敏. 辛夷挥发油的提取工艺研究[J]. 上海中医药大学学报,2007,21(2):64-66.
- [3] 南京中医药大学. 中药大辞典(上册)[M]. 上海:上海科学技术出版社,2006:1616-1619.

- [4] 赵欧,梁逸曾. 辛夷挥发油不同提取方法的研究[J]. 质谱学报,2007,28(2):106-113.
- [5] 李小莉,张永忠. 辛夷挥发油的抗过敏实验研究[J]. 中国医院药学杂志,2002,22(9):520-521.
- [6] 王文魁,沈映君,齐云,等. 辛夷抗炎作用的实验研究[J]. 成都中医药大学学报,2000,23(1):58-61.
- [7] 张坤,朱凤岗,曲祥金. 超临界流体萃取辛夷精油的组分分析[J]. 化学分析计量,2005,14(3):25-27.