超声强化超临界 CO_2 萃取柑橘落果中辛弗林

周鸣谦[1,2]，　王仁才[2]，　刘云鹤[1]

（1.淮海工学院 食品工程学院，江苏 连云港 222005；2. 湖南农业大学 园艺园林学院，湖南 长沙 410128）

摘要：对超声强化超临界 CO_2 萃取柑橘落果中活性成分辛弗林进行研究，并对不同方法的萃取物进行比较。结果表明：超声强化超临界 CO_2 萃取柑橘落果中辛弗林的最佳工艺条件为：超声功率 250 W、萃取温度 45 ℃、萃取压力 20 MPa、流体流量 9 L/h、夹带剂含量 12%、萃取时间 4.5 h，辛弗林萃取率达到 43.9%。其萃取物中辛弗林的含量为 51.2%，高于超临界 CO_2 法萃取物中辛弗林的含量(44.7%)，远高于溶剂法萃取物中辛弗林的含量(4.6%)。

关键词：柑橘；落果；辛弗林；超声强化；超临界 CO_2；萃取

中图分类号：TS 201.1　　**文献标志码**：A　　**文章编号**：1673—1689(2012)09—0963—10

Ultrasound-Assisted Extraction of Synephrine from Citrus Dropt Fruits in Supercritical CO_2

ZHOU Ming-qian[1,2]，　*WANG Ren-cai*[2]，　*LIU Yun-he*[1]

(1.College of Food Science and Technology, Huaihai Institute of Technology, Lianyungang 222005, China; 2.College of Landscape and Horticulture, Hunan Agriculture University, Changsha 410128, China)

Abstract: Ultrasound-assisted extraction of synephrine from citrus dropt fruits by supercritical CO_2 was studied in this paper. Then the content of synephrine extracted by ultrasound-assisted supercritical CO_2 was compared with synephrine extracted by ethanol and that extracted by supercritical CO_2. The result showed that the optimum extraction technique were ultrasound power 250 W, temperature 45 ℃, pressure 20 MPa, CO_2 flow rate 9 L/h, modifier 12%, time 4.5 h.Under above conditions the extraction rate could reach 43.9%. The content of synephrine extracted under above conditions was 51.2%, which was higher than that (44.7%) of synephrine extracted by supercritical CO_2 and far above that of synephrine (4.6%) extracted by ethanol.

Keywords: citrus, dropt fruit, synephrine, ultrasound-assisted, supercritical CO_2, extraction

在柑橘果实的发育过程中，会产生大量的生理落果。目前，对于这些落果的开发利用十分不足，仅有部分橙类的幼果(枳实)作为中药使用，而占我国柑橘产量 55%以上的宽皮柑橘[1]如温州蜜柑、椪柑的生理落果并未得到充分的利用。研究表明，多数橙类幼果中含有的辛弗林、橙皮苷等活性成分，在

收稿日期：2011-10-08

基金项目：江苏省产学研联合创新基金计划项目(BY2010127)。

* 作者简介：周鸣谦(1973—)，男，湖南常德人，农学博士，副教授，主要从事农产品深加工方面的研究。E-mail：yunheliu@126.com

© 1994-2013 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

升压、抗氧化、清除自由基、抑菌等方面都有着重要的生理作用[2-4],以前主要作为中药原料使用。近年来，辛弗林被认为具有潜在的减肥功效而受到青睐，以植物提取物的形式进入美国等西方国家,使得对于原料的需求大增。柑橘落果资源的开发正可解决这一问题。

柑橘活性成分的传统提取方法主要有水提法、有机溶剂提取法,均为将落果中的两类活性成分同时萃取出来,再将其分离提纯,工艺繁琐[5-8]。超临界CO_2萃取技术作为一种新型分离技术，具有工艺简单、安全无污染等优点,并可以通过改变工艺条件,针对性地萃取原料中的活性成分[9-11],但也存在萃取压力高、萃取时间长等不足,致使操作成本高,限制其大规模工业化应用。采用有效的强化手段是提高萃取效率、降低操作成本的一条途径,其中超声强化具有明显优势。作者以柑橘落果为原料,采用新型的超声强化超临界CO_2萃取技术进行活性成分辛弗林的提取工艺研究,为柑橘落果资源的利用提供新的工艺路线,并为超声强化超临界CO_2萃取技术的应用提供参考。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

试验原料:湖南石门收集的柑橘落果,主要为温州蜜柑,晒干后再经40 ℃烘干24 h,使其水分含量一致,充分混匀后经粉碎机粉碎、筛分后备用,其辛弗林含量为1.04%；食品级CO_2：纯度大于99.5%;辛弗林对照品:中国药品生物制品检定所,批号0727-200105;橙皮苷对照品:中国药品生物制品检定所,批号0721-200010;甲醇、乙腈:色谱纯;无水乙醇、十二烷基磺酸钠:分析纯。

1.2 仪器与设备

HA221-40-48型超临界萃取装置:江苏南通华安超临界萃取有限公司制造;超声强化装置:自行设计制造，具体结构参见作者发明专利200810031292.X;Agilent 1100高效液相色谱仪;RE-52AA旋转蒸发仪;9FQ-28型锤式粉碎机。

1.3 方法

1.3.1 *超声强化超临界CO_2萃取柑橘落果中辛弗林的单因素试验* 资料显示,影响超临界CO_2萃取效果的因素主要有原料颗粒度、萃取压力、萃取温度、夹带剂用量、流体流量、萃取时间,对于超声强化超临界CO_2萃取还有超声功率。根据试验设备的操作条件以及文献[12-19],确定各单因素试验条件范围。每次称取100 g柑橘落果粉末,装入萃取装置1 L萃取釜中进行萃取,试验所用夹带剂为乙醇,具体如下:

1)原料颗粒度对萃取的影响:在萃取温度50 ℃、萃取压力30 MPa、流体流量12 L/h、夹带剂用量10%、超声功率300 W、萃取时间5 h条件下，考察柑橘落果<20目、20~30目、30~40目、40~50目、50~60目、60~70目的不同颗粒度对于辛弗林提取率的影响。

2)萃取温度对萃取的影响:以50~60目的柑橘落果粉末为原料,在萃取压力30 MPa、流体流量12 L/h、夹带剂用量10%、超声功率300 W、萃取时间5 h条件下，考察不同的萃取温度35、40、45、50、55、60 ℃对于辛弗林提取率的影响。

3)萃取压力对萃取的影响:以50~60目的柑橘落果粉末为原料,在萃取温度50 ℃、流体流量12 L/h、夹带剂用量10%、超声功率300 W、萃取时间5 h条件下，考察不同的萃取压力15、20、25、30、35、40 MPa对于辛弗林提取率的影响。

4)流体流量对萃取的影响:以50~60目的柑橘落果粉末为原料，在萃取温度50 ℃、萃取压力30 MPa、夹带剂用量10%、超声功率300 W、萃取时间5 h条件下，考察不同的流体流量2、4、6、8、10、12 L/h对于辛弗林提取率的影响。

5)夹带剂用量对萃取的影响:以50~60目的柑橘落果粉末为原料,在萃取温度50 ℃、萃取压力30 MPa、流体流量12 L/h、超声功率300 W、萃取时间5 h条件下,考察不同的夹带剂用量2%、4%、6%、8%、10%、12%对于辛弗林提取率的影响。

6)萃取时间对萃取的影响:以50~60目的柑橘落果粉末为原料，在萃取温度50 ℃、萃取压力30 MPa、流体流量12 L/h、夹带剂用量10%、超声功率300 W条件下，考察不同的萃取时间1、2、3、4、5、6 h对于辛弗林提取率的影响。

7)超声功率对萃取的影响:以50~60目的柑橘落果粉末为原料，在萃取温度50 ℃、萃取压力30 MPa、流体流量12 L/h、夹带剂用量10%、萃取时间5 h条件下,考察不同的超声功率50、100、150、200、250、300 W对于辛弗林提取率的影响。

1.3.2 *超声强化超临界CO_2萃取工艺的优化* 由于超声强化超临界CO_2萃取的影响因素较多,而均

© 1994-2013 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

匀设计可以在较少的试验次数内安排更多的因素与水平数,考察多因素对于响应的综合影响,使得试验的精度提高。作者选用均匀设计表 $U_{12}^*(12^{10})$中的第 1、2、6、7、8、9 列安排试验,并通过拟水平设计进行六因素六水平的均匀试验设计,因素水平见表 1。对试验结果进行二次多项式回归,建立因素与响应的多元方程,计算出超声强化超临界 CO_2 提取柑橘落果中辛弗林的最优工艺条件,并通过试验进行验证。对因素与响应的多元方程进行响应面分析,考察两因素对响应的综合影响效果。

表 1 均匀设计因素水平表

Tab.1 Facts and levels of uniform design

水平	因素					
	超声功率/W	萃取温度/℃	萃取压力/ MPa	流体流量/ (L/h)	夹带剂/%	萃取时间/h
1	50	35	15	2	2	1
2	100	40	20	4	4	2
3	150	45	25	6	6	3
4	200	50	30	8	8	4
5	250	55	35	10	10	5
6	300	60	40	12	12	6

1.3.3 *辛弗林的测定及计算* 柑橘落果萃取物中辛弗林的测定采用《中华人民共和国药典》(2005 年版)所述高效液相色谱法,色谱条件如下:色谱柱为 ODS-A C18 柱(4.6 mm×150 mm,5 μm,YMC 公司);流动相为甲醇-水(体积比 55:45,水中含 0.05%十二烷基磺酸钠和 0.02%磷酸);检测波长为 275 nm;柱温为 40 ℃;流速为 0.7 mL/min。

$$\text{辛弗林萃取率}/\% = \frac{\text{提取物中辛弗林含量}\times\text{提取物质量}}{\text{原料中辛弗林含量}\times\text{原料质量}}\times 100$$

1.3.4 *超声强化超临界 CO_2 萃取物与超临界 CO_2 萃取物、溶剂法萃取物中活性成分的比较* 对超声强化超临界 CO_2 萃取物与超临界 CO_2 萃取物、溶剂法(乙醇)萃取物中活性成分进行色谱分析,方法如 1.3.3,比较不同萃取方法对柑橘落果中活性成分提取的影响。

1.4 数据处理 所有数据处理运用统计软件 STATISTICA6.0 进行,使用 Nonlinear Estimation 中的 User Specified Regression 进行多项式回归,使用 3D XYZ Graphs 中的 Custom Function Plots 做模型的响应面曲线、Contour Plots 做等高线。

2 结果与分析

2.1 超声强化超临界 CO_2 萃取柑橘落果中辛弗林的单因素试验

2.1.1 *原料颗粒度对辛弗林萃取率的影响* 植物中的有效成分多为细胞的代谢产物,包含在植物细胞内。通过对原料进行破碎处理,使原料的粒径变小,细胞的破坏程度也增大,增加了超临界 CO_2 与原料的接处面积和萃取通道,利于有效成分的萃取,但需综合考虑粉碎过程中有效成分的稳定性、粉碎成本等因素。如图 1 所示,随着原料粒径的逐渐减小,辛弗林萃取率逐渐增大,但达到 50~60 目后增加已不明显。因此,在萃取过程中选择颗粒度为 50~60 目的原料比较合适。

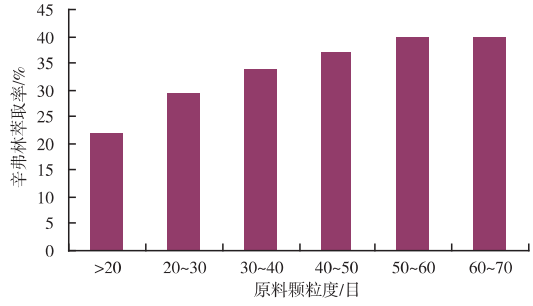


图 1 原料颗粒度对辛弗林萃取率的影响

Fig.1 Effect of material size on synephrine extraction yield

2.1.2 *萃取温度对辛弗林萃取率的影响* 萃取温度对超临界流体萃取过程的既有促进作用又有阻碍作用,在其综合作用下会出现一个的最适萃取温度。如图 2 所示,在 30 MPa 的萃取压力下,超声强化超临界 CO_2 萃取柑橘落果辛弗林的最适萃取温度为 45 ℃,此时辛弗林的提取率为 40.5%。当温度低于或高于 45 ℃时,辛弗林的提取率均下降,这正

© 1994-2013 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

是温度影响的几方面综合作用的结果。

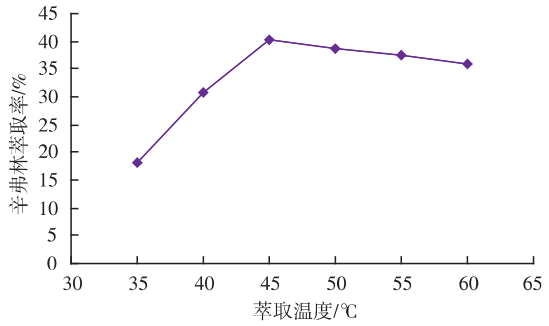


图 2 萃取温度对辛弗林萃取率的影响

Fig.2 Effect of extraction temperature on synephrine extraction yield

2.1.3 萃取压力对于辛弗林萃取率的影响 超临界流体对有效成分的溶解度与萃取压力密切相关，通过改变萃取压力可以使超临界流体的密度发生变化，从而改变超临界流体对物质溶解能力。如图 3 所示，在萃取温度为 50 ℃条件下，15~40 MPa 的范围内，随着压力的增大，辛弗林的提取率随之增大，压力达到 30 MPa 后，辛弗林提取率基本稳定在 41%左右，即最佳萃取压力为 30 MPa。

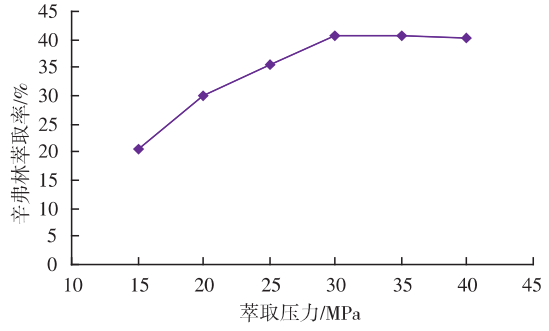


图 3 萃取压力对辛弗林萃取率的影响

Fig.3 Effect of extraction pressure on synephrine extraction yield

2.1.4 流体流量对辛弗林萃取率的影响 流体对于萃取过程的影响是双方面的：一方面流体流量增加，其通过料层速度加快，与物料的接触搅拌作用增强，传质系数和接触面积都相应增加，促进了流体的溶解能力；另一方面流体流量过大时，流体在萃取釜内的停留时间相对减少，使溶质与流体来不及充分作用，有效成分萃取率的提高受到限制，并导致流体的耗量增加，提高生产成本。如图 4 所示，超声强化超临界 CO_2 萃取柑橘落果辛弗林，其提取率均随着流体流量的增加而增加，当达到一定流量后增加变得缓慢(8 L/h)，即最佳流体流量为 8 L/h。

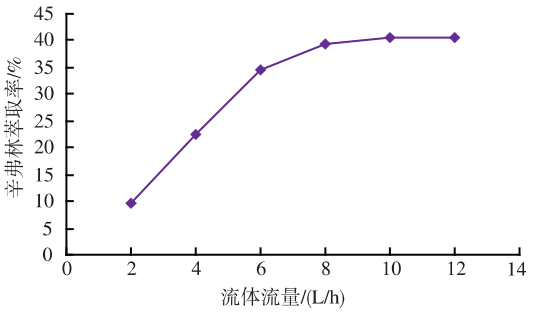


图 4 流体流量对辛弗林萃取率的影响

Fig.4 Effect of fluid flow rate on synephrine extraction yield

2.1.5 夹带剂含量对辛弗林萃取率的影响 夹带剂的加入可增大溶质的溶解度；同时其与溶质分子间的作用也是影响超临界流体溶解性的一个重要因素，但是夹带剂的用量受到一定的限制，当其加入量过多时，不仅不易与超临界流体完全混和，还会影响到超临界流体的临界状态，此外夹带剂的增加还会增加后续分离工作的成本。图 5 表明，初期随着夹带剂的增加，辛弗林提取率逐渐增加，但夹带剂含量超过 8%以后辛弗林萃取率趋于稳定。

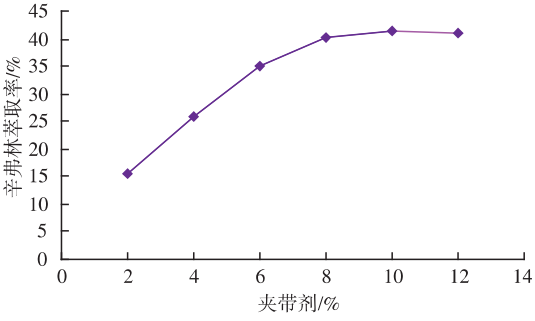


图 5 夹带剂含量对辛弗林萃取率的影响

Fig.5 Effect of modifier amount on synephrine extraction yield

2.1.6 萃取时间对辛弗林萃取率的影响 图 6 表明，随着时间的延长，辛弗林提取率不断提高。萃取到一定时间后，萃取过程已基本达到平衡，再延长萃取时间，提取率的增加已不明显，其最佳萃取时间为 4 h。

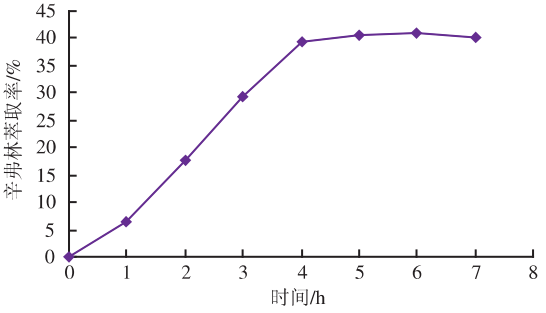


图 6 萃取时间对辛弗林萃取率的影响

Fig.6 Effect of extraction time on synephrine extraction yield

© 1994-2013 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

2.1.7 *超声功率对辛弗林萃取率的影响* 图 7 表明,随着超声功率的增大,辛弗林萃取率逐渐增大。这可能是由于随着超声波功率的增加,其强化效用也逐渐增大,使活性成分的提取率也增加,但当超声功率达到一定值后,这种强化效应开始变得不明显,推测萃取过程中其它影响因素开始起主导作用,而削弱了超声波的强化作用。

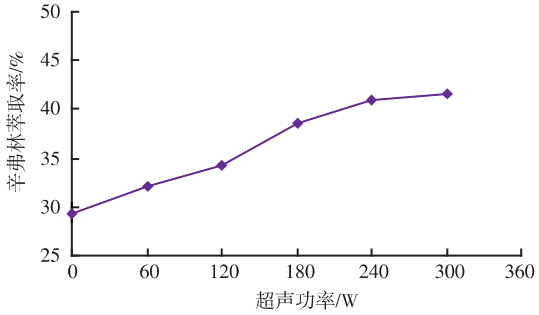


图 7 超声功率对辛弗林萃取率的影响

Fig.7 Effect of ultrasonic power on synephrine extraction yield

2.2 超声强化超临界 CO_2 萃取工艺的优化

均匀设计在多因素多水平的试验中可在保证结果准确性的前提下大大减少试验次数。通过均匀设计的试验结果能够构建因子与响应间的回归模型,拟合性好的回归模型对于试验过程的预测作用具有非常高的实用价值,不仅可以优化工艺参数,也可为工艺的设计及自动化控制提供重要的参考价值。作者通过六因素六水平的均匀设计对超声强化超临界 CO_2 萃取工艺进行优化。

2.2.1 *模型的建立* 均匀试验结果见表 2。将均匀设计试验结果利用逐步回归法进行多项式回归,排除不显著项,保留显著项,拟合出响应变量的二次模型中的系数。作者采用式 1 所示的六变量二次多项式模型:

$$y=b_0+\sum_{j=1}^{6}b_jx_j+\sum_{i<j}b_{ij}x_ix_j+\sum_{j=1}^{6}b_{ij}x_j^2 \quad (1)$$

式中,y 为预测响应值,b_0 为截距项,b_j 为线性项,b_{ij} 为交互项,b_{jj} 为二次项。

通过回归得到方程式(2),建立了响应值 y(辛弗林提取率)与因子 x_1(超声功率)、x_2(萃取温度)、x_3(萃取压力)、x_4(流体流量)、x_5(夹带剂含量)、x_6(萃取时间)之间的二次多项式模型:

$$y=-87.194\ 4+3.196\ 4x_2+2.083\ 2x_4+19.672\ 1x_6-0.031\ 5x_2^2-0.156\ 6x_4^2-1.780\ 0x_6^2+0.002\ 0x_1\cdot x_4-0.076\ 0x_2\cdot x_6+0.032\ 8x_4\cdot x_5 \quad (2)$$

回归方程的方差分析见表 3,模型系数的分析见表 4,该模型的 R 值接近于 1,表明实测值与模型有很好的一致性,系数方差分析也表明,模型是充足的,该模型在 95%的置信水平上显著。

从模型还可知,辛弗林提取率主要与一次项 x_2、x_4、x_6 以及交互项 $x_1\cdot x_4$、$x_4\cdot x_5$ 正相关,与二次项 x_2^2、x_4^2、x_6^2 及交互项 $x_2\cdot x_6$ 负相关,其中 x_2、x_4、x_6、x_2^2、x_4^2、x_6^2、$x_1\cdot x_4$ 对辛弗林提取率的影响较为显著。

表 2 超声强化超临界 CO_2 萃取均匀试验结果

Tab.2 Uniform experimental result of USFE

试验编号	超声功率/W	萃取温度/℃	萃取压力/MPa	流体流量/(L/h)	夹带剂/%	萃取时间/h	辛弗林提取率/%
1	50	35	25	8	10	5	36.74
2	50	40	40	4	6	4	35.34
3	100	45	25	12	2	2	24.18
4	100	50	40	6	10	1	17.97
5	150	55	20	2	6	6	27.18
6	150	60	35	10	2	4	31.62
7	200	35	20	4	12	3	30.22
8	200	40	35	12	8	1	15.28
9	250	45	15	8	4	6	37.87
10	250	50	30	2	12	5	33.48
11	300	55	15	10	8	3	37.98
12	300	60	30	6	4	2	25.57

© 1994-2013 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

表 3 回归方程的方差分析表

Tab.3 ANOVA of regression equation

R	R^2	Df_1	Df_2	S	F	sig
0.999 2	0.998 41	9	2	0.711 6	138.787 6	0.007 2

表 4 响应关系模型系数及置信区间

Tab.4 Coefficients of response surface model and confidence interval

项 目	系 数	偏相关	置信度为 95%的区间	
			下限	上限
常 数	−87.194 4		−87.198 7	−87.190 1
x_2	3.196 4	0.984 3	3.196 0	3.196 8
x_4	2.083 2	0.930 8	2.082 2	2.084 2
x_6	19.672 1	0.994 4	19.670 1	19.674 1
x_2^2	−0.031 5	−0.981 2	−0.031 5	−0.031 5
x_4^2	−0.156 6	−0.941 2	−0.156 6	−0.156 6
x_6^2	−1.780 0	−0.996 4	−1.780 0	−1.780 0
$x_1 \cdot x_4$	0.002 0	0.960 7	0.002 0	0.002 0
$x_2 \cdot x_6$	−0.076 0	−0.854 2	−0.076 0	−0.076 0
$x_4 \cdot x_5$	0.032 8	0.884 1	0.032 8	0.032 8

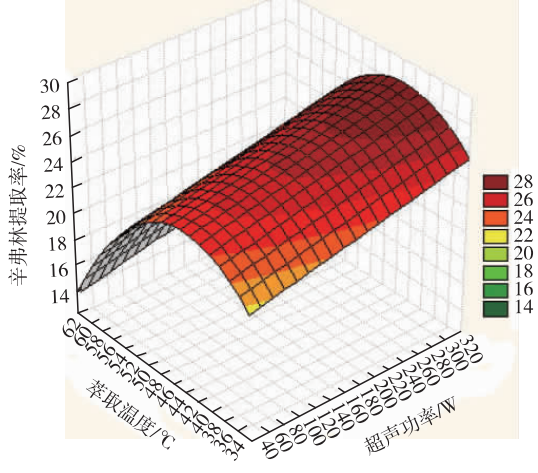
2.2.2 工艺条件的优化及验证 将回归方程 2 对各变量求偏导，计算出试验范围内 y（辛弗林提取率）为最大时各因素的组合：x_1=252.987 3，x_2=45.240 8，x_3=20.433 0，x_4=9.544 9，x_5=12.000 0，x_6=4.555 8，y=44.177 0。

根据各因素实际的操作水平进行调整，得到超声强化超临界 CO_2 萃取的最佳工艺条件：超声功率 250 W、萃取温度 45 ℃、萃取压力 20 MPa、流体流量 9 L/h、夹带剂含量 12%、萃取时间 4.5 h。以上述条件下进行验证试验，辛弗林提取率达到 43.9%。结果表明，以上操作条件即为最优的工艺条件。

2.2.3 各工艺参数的效应分析 响应面分析将体系的响应作为一个或多个因素的函数，运用图形技术将这种函数关系显示出来，可通过直觉的观察来选择试验设计中的最优化条件以及发现多因素的综合作用效果。对模型 2 进行响应面分析，考察两因素对辛弗林提取率的共同作用效果，结果见图 8。

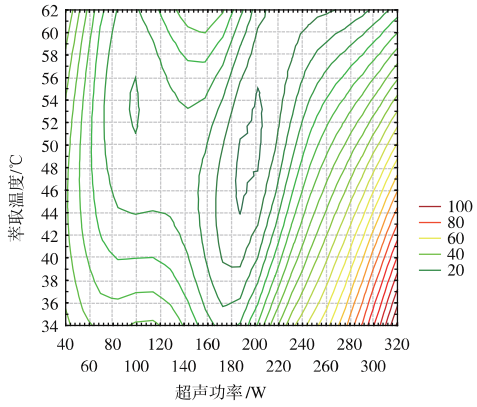
2.3 超声强化超临界 CO_2 萃取物与超临界 CO_2 萃取物、溶剂法萃取物中活性成分的比较

对柑橘落果的不同方法萃取物的 HPLC 色谱图（图 9）比较发现，超声强化超临界 CO_2 法萃取物、超临界 CO_2 法萃取物中杂质较少，其活性成分辛弗林的含量远高于溶剂法（乙醇）萃取物。通过对黄酮类物质的色谱分析发现，柑橘落果超声强化超临界 CO_2 法萃取物与超临界 CO_2 法萃取物中不含橙皮苷等黄酮类物质，即超临界 CO_2 选择性地萃取了柑橘落果中的辛弗林，通过计算得到各萃取物中活性成分的含量，强化超临界 CO_2 法萃取物中辛弗林的含量为 51.2%，高于超临界 CO_2 法萃取物中辛弗林的含量（44.7%），远高于溶剂法萃取物中辛弗林的含量（4.6%）。

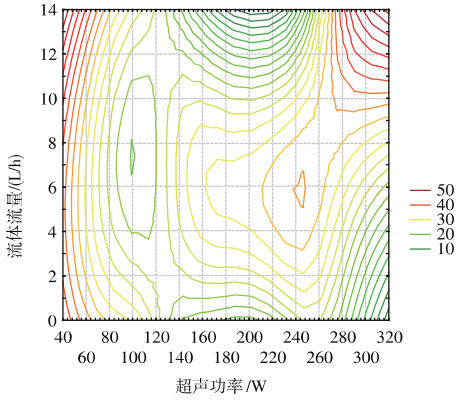


(a)

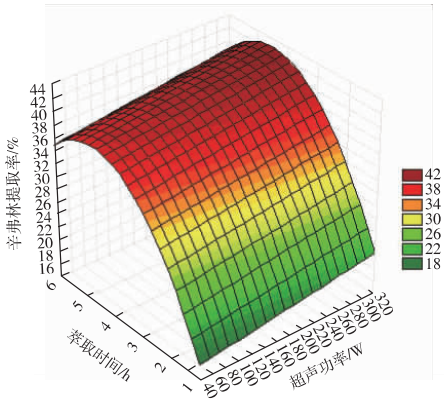
© 1994-2013 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net



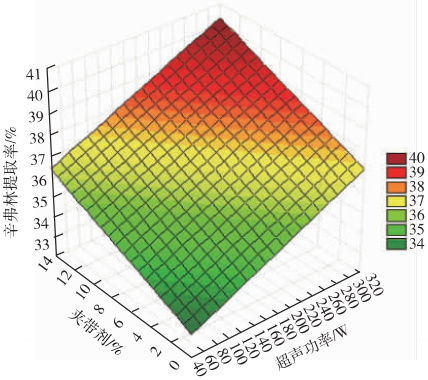
(b). 超声功率、萃取温度



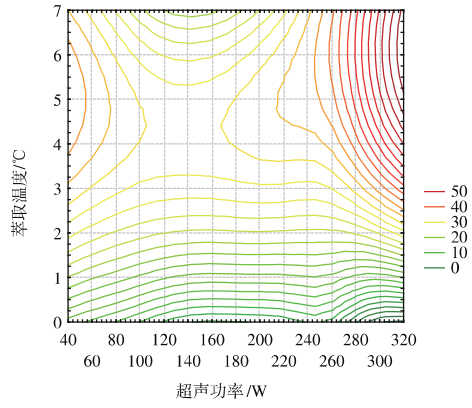
(f) 超声功率、流体流量



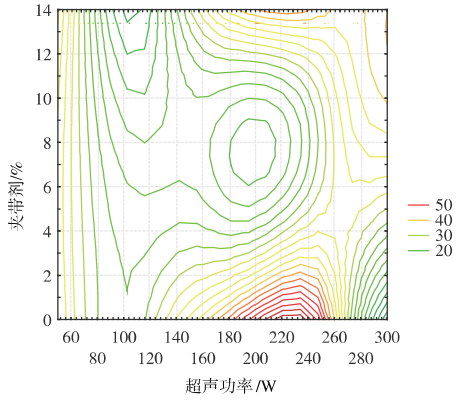
(c)



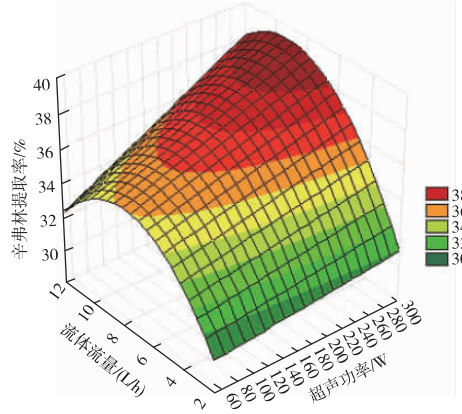
(g)



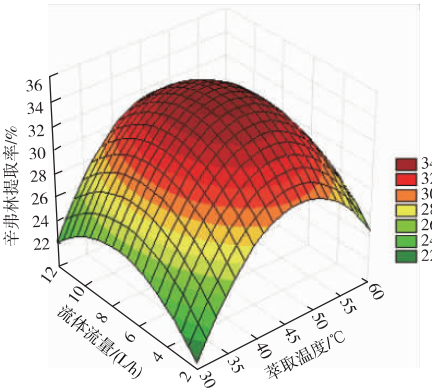
(d) 超声功率、萃取时间



(h) 超声功率、夹带剂含量

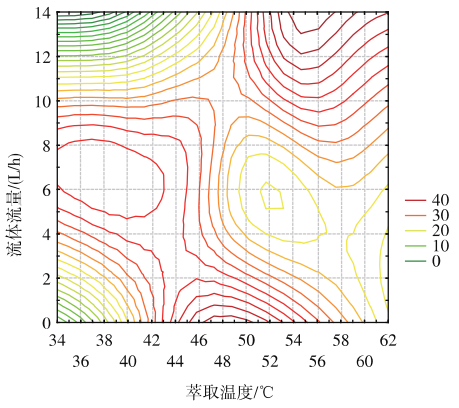


(e)

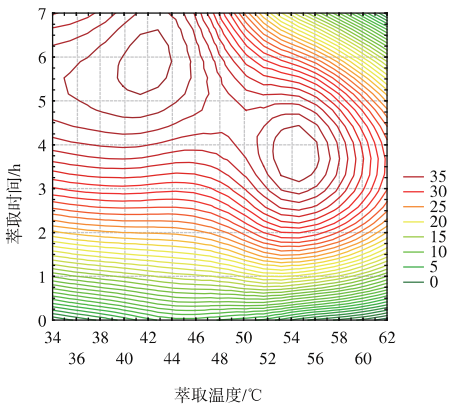


(i)

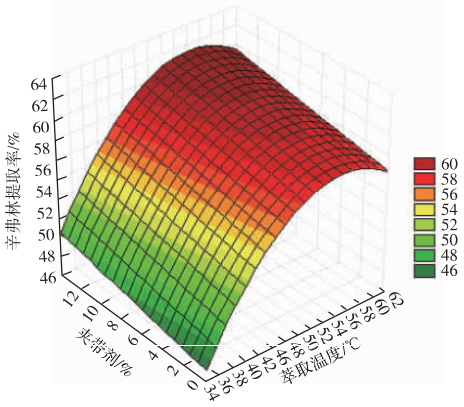
© 1994-2013 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net



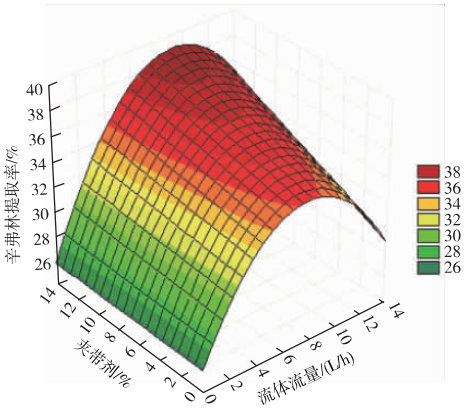
(j) 萃取温度、流体流量



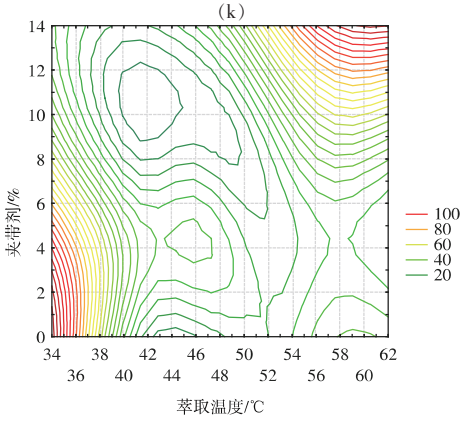
(n) 萃取温度、萃取时间



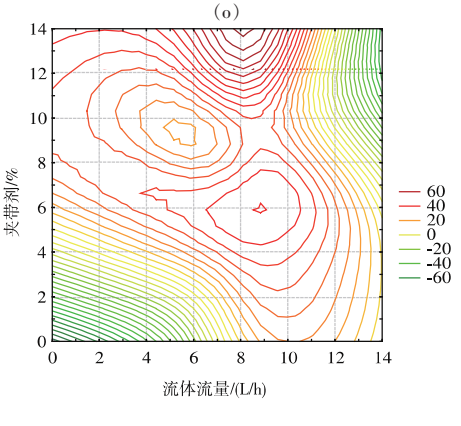
(k)



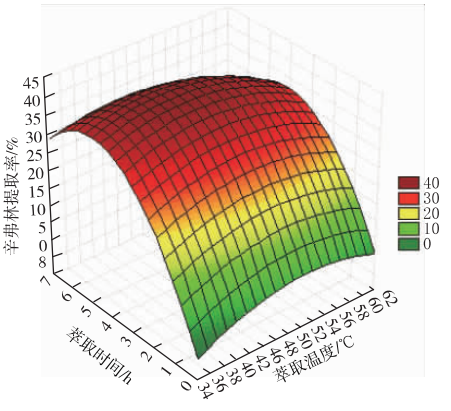
(o)



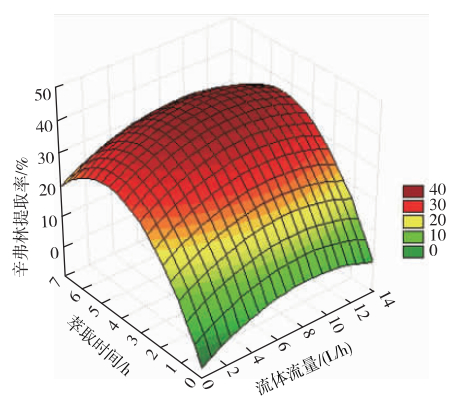
(l) 萃取温度、夹带剂含量



(p) 流体流量、夹带剂含量

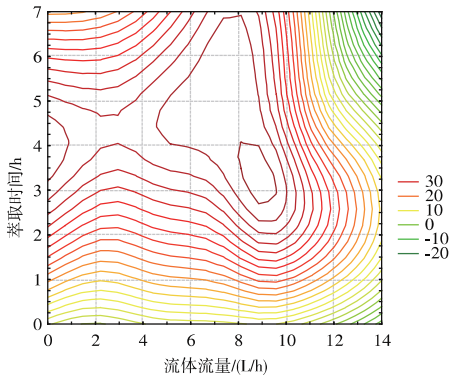


(m)

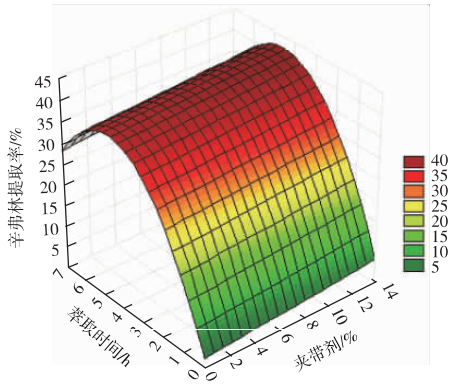


(q)

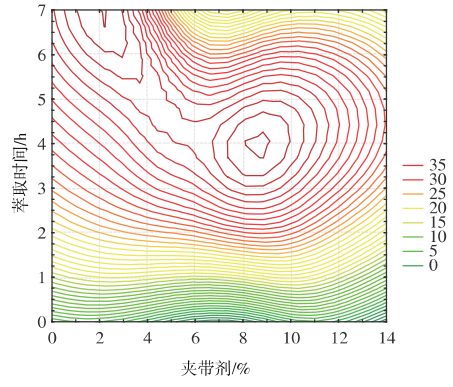
© 1994-2013 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net



(r) 流体流量、萃取时间



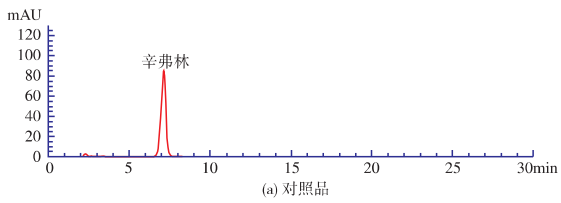
(s)



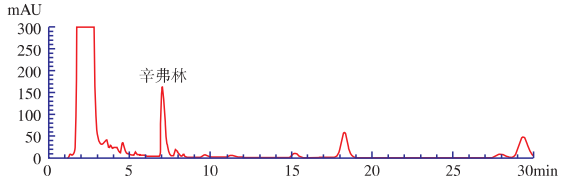
(t) 夹带剂含量、萃取时间

图 8　各因素交互影响的响应面图

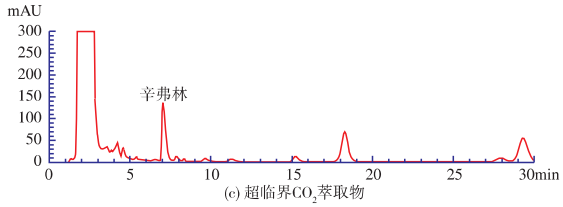
Fig.8　Response surface plots for the pairwise interactive effects of fourvariables on extraction efficiency of Synephrine



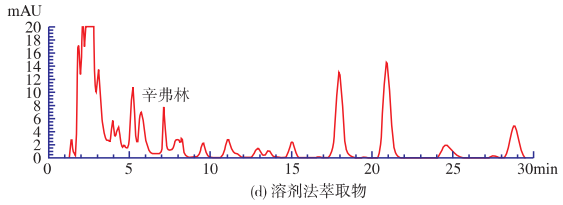
(a) 对照品



(b) 超声强化超临界CO_2萃取物



(c) 超临界CO_2萃取物



(d) 溶剂法萃取物

图 9　不同萃取物 HPLC 图谱

Fig.9　HPLC profiles of different extracts

3 结　语

通过单因素试验及均匀设计对超声强化超临界 CO_2 萃取柑橘落果中辛弗林的工艺进行研究，并对不同萃取方法的萃取物进行分析与比较，得到以下结论：

1）超声强化超临界 CO_2 萃取柑橘落果中辛弗林的最佳工艺条件：超声功率 250 W、萃取温度 45 ℃、萃取压力 20 MPa、流体流量 9 L/h、夹带剂含量 12%、萃取时间 4.5h，辛弗林提取率达到 43.9%；

2）超声强化超临界 CO_2 法选择性地萃取了柑橘落果中的辛弗林，其萃取物中辛弗林的含量为 51.2%，高于超临界 CO_2 法萃取物中辛弗林的含量（44.7%），远高于溶剂法萃取物中辛弗林的含量（4.6%）。

通过超声波的强化作用，不仅较普通超临界 CO_2 萃取法在辛弗林的提取率上有了一定程度的提高，更为重要的是萃取温度、萃取压力、夹带剂用量、流体流速等工艺参数均有不同程度的降低，萃取时间也可缩短，这样就降低了萃取过程的操作成本。同时，其萃取物中辛弗林含量更高，降低了其后纯化的成本。因此，超声强化超临界 CO_2 萃取法可作为一项柑橘落果辛弗林提取的备用技术进行研究。

© 1994-2013 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

参考文献:

[1] 单杨. 中国柑橘工业的现状、发展趋势与对策[J]. 中国食品学报, 2008, 8(1): 1-8.
SHAN Yang. Present situation, development trend and countermeasures of *Citrus* industry in China[J]. **Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology**, 2008, 8(1): 1-8. (in Chinese)

[2] 方修贵, 戚行江, 胡安生. 柑橘果实中抗癌活性物质的研究现状和前景[J]. 食品与发酵工业, 2003, 29(10): 79-82.
FANG Xiu-gui, QI Xing-jiang, HU An-sheng. Current studies and prospect on active substance of anticancer effect in *Citrus* fruit[J]. **Food and Fermentation Industries**, 2003, 29(10): 79-82. (in Chinese)

[3] 张璐, 范杰平, 曹婧, 等. 响应面法优化枳实中辛弗林的超声辅助提取工艺[J]. 食品科学, 2011, 32(14): 1-5.
ZHANG Lu, FAN Jie-ping, CAO Jing et a1. Optimization of ultrasound-assisted extraction process for synephrine from *Citrus* aurantium fruit by response surface methodology[J]. **Food Science**, 2011, 32(14): 1-5. (in Chinese)

[4] 李玉山. 枳实中有效成分的综合提取工艺研究[J]. 现代化工, 2011, 30(4): 57-59.
LI Yu-shan. Integrated extraction of effective components from *Fructus aurantii* immaturus[J]. **Modern Chemical Industry**, 2011, 30(4): 57-59. (in Chinese)

[5] Pellati F, Benvenuti S, Melegari M, et al. Determination of adrenergic agonists from extracts and herbal products of *Citrus aurantium L. var. amara* by LC[J]. **J Pharm Biomed Anal**, 2002, 29: 1113-1119.

[6] HUANG Wen, XUE An, NIU Hai, et al. Optimised ultrasonic-assisted extraction of flavonoids from *Folium eucommiae* and evaluation of antioxidant activity in multi-test systems in vitro[J]. **Food Chemistry**, 2009, 114(3): 1147-1154.

[7] Carvalho R N Jr, Moura L S, Paulo T V Rosa, et al. Supercritical fluid extraction from rosemary (*Rosmarinus oficinalis*): Kinetic data, extract s global yield, composition, and antioxidant activity[J]. **Journal of Supercritical fluids**, 2005, 35: 197-204.

[8] Riera E, Golas Y, Blanco A, et al. Mass transfer enhancement in supercritical fluids extraction by means of power ultrasound[J]. **Ultrasonics Sonochemistry**, 2004, 11: 241-244.

[9] Balachandran S, Kentish S E, Mawson R, et a1. Ultra sonic enhancement of the supercritical extraction fromginger[J]. **Ultrasonics Sonochemistry**, 2006, 13: 471-479.

[10] 刘庆文. 超声强化超临界 CO_2 萃取山楂果中原花青素的研究[J]. 食品研究与开发, 2010, 31(8): 234-237.
LIU Qing-wen. Ultrasound-assisted extraction of *Proanthocyandins* from hawthorn fruit in supercritical CO_2[J]. **Food Research and Development**, 2010, 31(8): 234-237. (in Chinese)

© 1994-2013 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net