

夹带剂对超临界 CO₂ 萃取茄尼醇过程的强化

赵亚梅, 胡小玲, 管萍, 杨峰

(西北工业大学应用化学系, 陕西 西安 710072)

摘要: 夹带剂强化技术可显著提高超临界 CO₂ 萃取茄尼醇的萃取效率. 本工作在分析讨论萃取机理及夹带剂强化作用的基础上, 研究了影响强化效应的夹带剂种类、用量、输入方式 3 个主要因素及其对茄尼醇萃取率的影响规律, 并讨论了夹带剂与茄尼醇从萃取混合物中二级选择性解析的问题. 在设计夹带剂强化萃取茄尼醇正交实验的基础上, 进一步分析了夹带剂用量、压力和温度影响茄尼醇萃取率的顺序及显著性. 最优强化萃取操作条件为压力 25 MPa, 温度 40 °C, 95% 乙醇用量为 1.5 mL/g. 并通过建立强化萃取茄尼醇的萃取率模型, 对最优条件下超临界 CO₂ 萃取茄尼醇的萃取率进行预测, 预测值为 82.4%, 与实验均值 81.5% 基本一致.

关键词: 夹带剂; 强化技术; 超临界 CO₂ 萃取; 茄尼醇

中图分类号: TQ028 **文献标识码:** A **文章编号:** 1009-606X(2007)02-0263-05

1 前言

茄尼醇作为重要的医药原料^[1], 是烟叶中一种弱极性的萜类化合物, 分子中含有多个非共轭双键, 吸收自由基的能力非常强. 当连接上茄尼醇这种长链烯基后, 许多化合物往往可以获得更优良的性能. 目前提取茄尼醇的方法主要有常规的有机溶剂萃取法及微波辅助萃取^[2]、超声辅助萃取^[3]等. 但这些方法的共同特点是萃取得到的茄尼醇纯度低, 约为 18% 左右, 而且萃取次数多, 原料与溶剂比为 1:4~1:10, 萃取剂用量大, 溶剂损失大, 回收费用高, 生产过程繁琐费时.

超临界 CO₂ 萃取作为一种新的分离技术, 在植物有效成分分离方面的研究尤其活跃. 采用超临界萃取分离茄尼醇是近年来的新技术, 在对茄尼醇这种弱极性目标组分的研究中发现, 超临界 CO₂ 流体对其有一定的溶解度, 但超临界萃取完成的时间较长, 形成萃取物少且茄尼醇萃取率低. 对超临界流体萃取技术的研究表明, 加入夹带剂可以强化超临界流体的溶解能力或选择性^[4,5], 提高有效成分的提取效率. 张海波等^[6]研究了超临界 CO₂ 萃取茄尼醇的条件, 并采用 75% 的乙醇作为夹带剂, 其最佳萃取效率为 79% 左右. 位华等^[7]采用超临界 CO₂ 流体从废次烟叶中萃取茄尼醇, 用 95% 乙醇进行强化, 并联合二级柱层析进行精制, 得到了高纯度的茄尼醇. 但夹带剂对超临界 CO₂ 萃取茄尼醇过程的强化机理及影响夹带剂强化效应的因素等研究还未见报道.

本工作着重从夹带剂强化萃取过程的角度, 对夹带剂强化萃取机理、影响夹带剂强化效应的因素、夹带剂强化萃取过程的优化设计及其过程的数学模型进行了

系统的分析讨论.

2 实验

2.1 实验仪器和试剂

超临界 CO₂ 萃取装置(南通华安超临界萃取有限公司), 旋转蒸发仪, 高效液相色谱(日本岛津), 正己烷、石油醚、乙酸乙酯、95% 乙醇均为分析纯.

2.2 材料及实验方法

2.2.1 实验材料及预处理

原料废次烟叶产地为陕西, 含水量 5%. 取 500 g 粉碎至 40 目(380 μm), 用 2000 mL 水浸泡 12 h, 经离心除液后在 50 °C 条件下干燥至恒重.

2.2.2 实验方法

精确称取预处理后的烟叶 100 g, 加入夹带剂 150 mL 或研究所需量, 浸润 30 min. 将处理好的烟叶置于 1 L 的萃取釜中, 通入 CO₂ 气体, 调节温度和压力使其在萃取釜中达到某一超临界状态点, 开始进行萃取. 萃取釜中的物流从萃取釜顶部出口流出进入两级分离釜中, 经恒温降压后溶质与溶剂发生分离解析, 形成的萃取物沉降于分离釜底部; 循环流动的 CO₂ 流体进入冷凝器冷凝液化, 再经高压泵升压、加热器升温后, 使其达到超临界状态而重新发挥良好的溶解性能. 此过程循环进行, 直至萃取完全结束.

2.3 分析方法

采用库仑滴定法测定萃取液中的茄尼醇含量^[8].

采用高效液相色谱分析法对萃取得到的茄尼醇进行分析. 分析条件: 色谱柱为 C18, 流动相为甲醇和乙醇的混合溶剂($V_{\text{甲醇}}:V_{\text{乙醇}}=1:1$), 柱温 35 °C, 流动相速度 2

收稿日期: 2006-04-21, 修回日期: 2006-07-18

基金项目: 西北工业大学研究生创业种子基金资助项目(编号: Z200581)

作者简介: 赵亚梅(1974-), 女, 陕西省宝鸡市人, 博士研究生, 从事超临界流体技术的研究, E-mail: ykdzym@nwpu.edu.cn.

mL/min, 检测波长 215 nm.

3 结果和讨论

3.1 夹带剂强化茄尼醇萃取的必要性

通过设计以下 2 组对比实验, 研究夹带剂对茄尼醇超临界萃取强化的必要性. 实验条件为压力 20 MPa, 温度 40 °C, CO₂ 的流速 20 L/h, 分离釜 I 的压力为 10 MPa, 分离釜 II 的压力与贮罐压力相同. 分别在有夹带剂和无夹带剂的条件下进行超临界 CO₂ 萃取茄尼醇的实验研究, 研究结果如表 1 所示. 研究表明, 在无夹带剂的条件下, 萃取物很少, 整个萃取过程持续的时间在 3 h 左右. 加入夹带剂对萃取过程进行强化后, 整个萃取完成的时间减少到 1.5 h 左右, 强化萃取的茄尼醇提取率为非强化萃取的 2.15 倍, 而且萃取物的体积是未强化时的 5 倍. 夹带剂的加入使超临界 CO₂ 的茄尼醇萃取速率明显得以强化.

表 1 夹带剂强化与未强化萃取的对比
Table 1 Comparison of enhanced extraction and non-enhanced extraction

Entrainer	Entrainer volume (mL)	Time (min)	Extractive volume (mL)	Extraction rate (%)
95% ethanol	120	90	114	79
None	0	180	23	31

3.2 不同夹带剂对茄尼醇萃取率的影响

根据极性的差异和挥发度的不同, 本实验选择石油醚、乙酸乙酯、95%乙醇、正己烷 4 种夹带剂进行研究. 实验条件为压力 20 MPa, 温度 40 °C, CO₂ 的流速 20 L/h, 分离釜 I 的压力 10 MPa, 分离釜 II 的压力与贮罐压力相同, 夹带剂用量均为 150 mL, 研究结果见图 1.

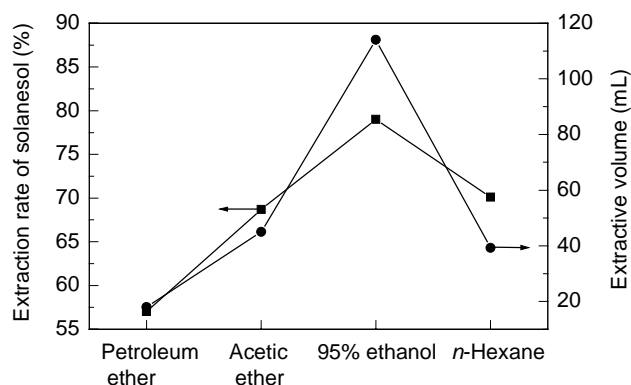


图 1 不同夹带剂对茄尼醇萃取率的影响
Fig.1 Influences of different entrainers on the extraction rate

分析实验结果, 在 4 种试剂中, 95%乙醇和正己烷作为夹带剂的萃取效率相近, 强化效果好, 其次是乙酸乙酯和石油醚. 这主要是由于茄尼醇分子末端的活性官能团为不饱和羟基, 可以与乙醇形成分子间的氢键作用.

而与乙醇相比, 正己烷和乙酸乙酯的分子较大, 分子量相近, 与茄尼醇之间的范德华力作用相对较弱. 因此采用乙醇作为夹带剂时, 乙醇与茄尼醇分子间的作用强, 乙醇强化效果最好, 茄尼醇的萃取率最高. 同时正己烷、石油醚和乙酸乙酯作为夹带剂时, 在分离釜中形成的萃取物体积小. 另外, 从经济角度考虑, 正己烷的售价高且具有一定毒性, 95%乙醇的价格约为正己烷的 1/3, 且毒性小, 萃取效率高, 萃取物体积最大且可回收再利用. 基于以上分析, 选择 95%乙醇作为超临界 CO₂ 萃取茄尼醇的优良夹带剂.

3.3 夹带剂用量对茄尼醇萃取率的影响

分别对加入不同量 95%乙醇的强化效应进行研究. 实验条件为萃取温度 40 °C, 萃取压力 20 MPa, 超临界 CO₂ 流量 20 L/h, 分离釜 I 的压力 10 MPa, 分离釜 II 的压力与贮罐压力相同.

研究结果(表 2)表明, 随夹带剂用量的增加, 其对超临界 CO₂ 萃取茄尼醇的强化效应不断增强, 150 mL 的强化效应约是 60 mL 的 2 倍. 其原因是在夹带剂用量较小时, 适当提高夹带剂的用量, 对超临界 CO₂ 流体的密度影响较小, 超临界流体的溶解能力未受到显著的影响, 而夹带剂用量的增加使更多的乙醇分子和茄尼醇分子形成分子间氢键, 使茄尼醇的萃取率提高. 当夹带剂用量达到 150 mL 时, 茄尼醇的萃取率最大, 为 81.3%; 当用量超过 150 mL 时, 夹带剂的加入对超临界流体密度的影响成为主导因素, 过量的夹带剂使超临界流体的密度显著降低, 茄尼醇在超临界流体中的溶解能力明显下降, 茄尼醇的萃取率出现了下降的趋势, 且下降程度较大. 同时过量的夹带剂也相应地提高了溶剂及其回收的费用, 增加了茄尼醇的提取成本. 因此适宜的 95%乙醇用量为 150 mL.

表 2 夹带剂用量对茄尼醇萃取率的影响
Table 2 Influence of the 95% ethanol content on the extraction rate

Entrainer volume (mL)	Extraction rate of solanesol (%)	Extractive volume (mL)
60	47.0	52.0
90	48.6	67.3
120	79.0	114.0
150	81.3	130.2
200	68.0	165.0
250	72.0	212.0

3.4 夹带剂输入方式对茄尼醇萃取率的影响

本实验研究的夹带剂输入方式有 3 种: 直接加入、一次泵输入和多次泵输入. 直接加入法是将经过预处理的烟叶与夹带剂直接搅拌均匀后, 直接加入萃取釜中进行浸润后再萃取. 一次泵输入是一次性将夹带剂输入萃取釜, 多次泵输入是分多次将夹带剂输入萃取釜中进行

强化萃取. 实验条件为萃取温度 40 °C, 萃取压力 20 MPa, 超临界 CO₂ 流量 20 L/h, 分离釜 I 的压力 10 MPa, 分离釜 II 的压力与贮罐压力相同, 夹带剂为 95% 乙醇, 用量 120 mL.

研究表明, 采用直接加入法茄尼醇的提取率最高, 而一次泵输入法提取率最低. 原因是直接加入法夹带剂直接作用于原料, 经过 30 min 的浸润后, 夹带剂分子与茄尼醇充分接触, 因此茄尼醇的萃取效率最佳, 不足之处是操作时劳动强度大. 一次性输入夹带剂, 夹带剂在有效成分周围的浓度大, 但与茄尼醇目标组分的相互接触作用时间短, 没有达到萃取的平衡状态, 使整个萃取效率降低. 分次泵输入法茄尼醇提取率介于直接加入法和一次泵输入法之间.

3.5 夹带剂与茄尼醇的选择性解析

实验研究采用的是恒温降压、一级萃取和二级选择性解析的工艺流程. 其中, 恒温降压主要是基于能耗最低的角度考虑, 二级分离解析过程主要是提高茄尼醇的含量, 便于后期纯化. 经过超临界萃取形成的萃取物仍为混合体, 如果能提供控制分离釜的操作条件, 使萃取剂、茄尼醇和杂质组分可以根据研究目的选择性析出, 这对后期茄尼醇的进一步纯化具有重要意义.

实验条件为预处理烟叶 100 g, 萃取压力 20 MPa, 超临界 CO₂ 流量 20 L/h, 分离釜 II 的压力与贮罐压力相同, 夹带剂为 95% 乙醇, 用量 120 mL, 萃取时间 1.5 h. 分离釜 II 的压力为操作系统的最低压力, 与贮罐压力相同, 主要是为了使超临界萃取物完全解析而与超临界流体分离. 因此通过控制分离釜 I 中的压力, 截留出大部分的杂质组分, 实现对萃取物的初次选择性解析分离.

研究表明, 调解分离釜 I 压力为 8 MPa 时, 夹带剂和茄尼醇的解析率高, 而茄尼醇含量最低, 这说明在此压力下, 分离釜 I 中茄尼醇和杂质组分同时发生解析, 导致茄尼醇解析的选择性差. 当压力调解为 12 MPa 时, 分离釜 I 中的夹带剂和茄尼醇的解析率低, 但茄尼醇在萃取物中含量却很高, 这说明如果分离釜 I 中的压力高, CO₂ 流体中溶解的有机物在分离釜 I 中的解析能力低, 过多的杂质与茄尼醇随流体的流动在分离釜 II 中析出, 使初次分离的效果差. 因此, 控制分离釜 I 的压力为 10 MPa.

分离釜 I 压力为 10 MPa 时的解析结果如表 3 所示. 夹带剂主要解析于分离釜 II 中, 且分离釜 II 中茄尼醇的解析率约为分离釜 I 中的 2 倍, 茄尼醇在分离釜 II 中的纯度为分离釜 I 的 5 倍, 分离釜 I 具有强的色素截留能力. 这说明在萃取釜中经过超临界 CO₂ 流体的充分萃取和二级选择性解析分离, 已经基本实现了超临界萃取

物中杂质与茄尼醇的初步分离. 同时大部分的夹带剂和茄尼醇组分共同解析于分离釜 II 中, 减压浓缩后夹带剂可以回收再利用. 本课题组对分离釜 II 中萃取物纯化结果也表明, 只需经过一级柱层析分离, 茄尼醇纯度可以达到 95% 以上; 对分离釜 I 中萃取物纯化, 经过一级柱层析分离, 茄尼醇纯度可以达到 78.3% 以上.

表 3 不同分离釜的萃取物

Table 3 The extractives obtained with different separation kettles

Separation kettle	Colour	Mass (g)	Solanesol content (%)	Solanesol separated rate (%)
I	Puce	25.2	6	20.1
II	Yellow	57.5	34.2	58.9

3.6 茄尼醇的夹带剂强化与萃取机理分析

在超临界 CO₂ 流体和原料组成的体系中, 夹带剂作为第三种物质的介入对提高萃取效率具有重要作用. 夹带剂主要从两方面影响溶质在超临界流体中的选择性和溶解度, 一方面, 夹带剂的加入在一定程度上降低了超临界 CO₂ 流体的密度, 影响了超临界流体对溶质的溶解能力; 另一方面则影响溶质与夹带剂分子间的相互作用^[9]. 夹带剂的使用量一般较小, 对超临界流体密度的影响不十分显著, 因此, 影响溶质溶解度和选择性的决定因素为夹带剂与溶质分子间的范德华力或特殊的化学作用, 如含有羟基基团的夹带剂可以与某些溶质之间形成氢键, 能有效地增大醇、酚及酯等在超临界 CO₂ 流体中的溶解度.

对超临界 CO₂ 萃取茄尼醇进行研究, 如果仅以超临界 CO₂ 流体作为萃取剂, 作为溶剂的超临界 CO₂ 流体在分子间引力作用下集聚于溶质分子周围形成包裹层, 然后溶质在浓度梯度作用下扩散至固体颗粒外表面与流体相中完成萃取^[10]. 但非极性 CO₂ 与弱极性茄尼醇间作用较弱, 因此形成的萃取物量极少且萃取时间长, 茄尼醇的萃取效率低. 若萃取体系中加入一定量适宜的夹带剂, 在一定程度上改变了超临界体系的性质. 95% 乙醇为夹带剂对超临界 CO₂ 流体萃取体系的改变和影响最大. 萃取时, 超临界 CO₂ 流体和乙醇均集聚在目标组分的周围形成包裹层, 乙醇作为夹带剂与茄尼醇分子末端的活性官能团即不饱和羟基之间形成了氢键作用, 这种特殊的化学作用导致局域的乙醇与茄尼醇分子的作用力大于超临界 CO₂ 溶剂与溶质分子的相互作用^[11], 在萃取过程中有助于克服烟叶基质本身对茄尼醇的束缚作用, 因此, 95% 乙醇作为夹带剂并适量应用, 增加了茄尼醇在流体相中的溶解度和选择性, 增强了茄尼醇溶解度对温度、压力的敏感程度, 同时强化了茄尼醇的超临界萃取过程, 提高了茄尼醇的萃取效率.

4 超临界 CO₂ 萃取茄尼醇的强化过程优化

除了夹带剂因素外,对超临界流体萃取过程的研究表明,压力和温度变化对有效成分的萃取具有重要的影响.基于前期工作对压力、温度等工艺参数的研究,在夹带剂强化的条件下,进一步对茄尼醇的超临界萃取工艺进行优化研究.

4.1 正交实验及结果分析

设计三因素三水平的正交实验(见表4),并对研究结果进行分析和讨论,从而寻求最优超临界 CO₂ 萃取茄尼醇的操作工艺条件.其中,A为压力,B为温度,C为夹带剂的使用量, K_i 为各列中*i*水平所对应的实验数据之和, R 为极差, T 为实验数据之和.

表4 正交实验设计与结果分析

No.	Pressure, A (MPa)	Temperature, B (°C)	Entrainer volume, C (mL)	Error	Extraction rate (%)
1	20	40	90	1	48.6
2	20	45	120	2	53.2
3	20	50	150	3	53.6
4	25	40	120	3	79.2
5	25	45	150	1	77.3
6	25	50	90	2	65.4
7	30	40	150	2	75.2
8	30	45	90	3	60.6
9	30	50	120	1	62.2
K_1	155.4	203	174.6	188.1	
K_2	221.9	191.1	194.6	193.8	
K_3	198	181.2	206.1	193.4	$T=575.3$
R	66.5	21.8	31.5	5.7	

首先,采用直观分析方法对实验结果进行讨论.根据表中极差确定超临界萃取茄尼醇的提取率影响因素的主次顺序为 A>C>B.压力和夹带剂用量的变化对茄尼醇提取率的平均效应值影响较为敏感,而温度变化的影响效应较小,随机误差造成的影响最小.因此通过直观分析法,超临界 CO₂ 萃取茄尼醇较优的操作条件为 A₂B₁C₃ 和 A₂B₂C₃.

从理论上分析,压力的升高不仅增大了超临界 CO₂ 流体的密度,减小了分子间的传质距离,提高了溶质和超临界流体间的传质效率,而且也使超临界流体的粘度增大,导致扩散性能和萃取效率降低.温度对超临界流体萃取率的影响是两个相互竞争的因素共同作用的结果.随着温度的升高,超临界 CO₂ 流体密度降低,溶剂化效应减弱,同时温度升高为溶质组分提供从基质解离时越过其动能势垒所必需的能量.对于复杂的超临界萃取体系,夹带剂的介入使超临界 CO₂ 萃取茄尼醇的过程变得更为复杂.

为了进一步分析和区分各因素各水平所对应的实验结果的误差来源,采用方差分析方法对正交实验的研究结果进行更为深入的分析和讨论.从表5可以得出,压力和夹带剂用量2个因素对超临界 CO₂ 萃取茄尼醇的影响显著,尤其是压力影响最为显著.压力和夹带剂用量的水平按照效应值最大来选择,因此压力选择为 25 MPa,夹带剂用量为 1.5 mL/g,温度对萃取茄尼醇过程的影响不显著,故从能耗的角度考虑,选择最低温度 40 °C.因此, A₂B₁C₃ 为最优操作条件.

表5 正交实验的方差分析

Factor	Sum of squares of deviation	Freedom number	Mean variance	F	Significance
A	756.469	2	378.235	159.26	$P<0.05$
B	79.429	2	39.715	16.72	$P>0.05$
C	169.389	2	84.695	35.66	$P<0.05$
e	6.749	2	2.375		

Note: The e denotes random error; $F_{0.01}(2,2)=99$, $F_{0.05}(2,2)=19$.

4.2 夹带剂强化下的茄尼醇萃取率模型

在分析各因素对茄尼醇萃取过程影响显著性的基础上,利用数学方法进一步对上述实验结果进行统计分析^[12].首先,建立实验数据的线性数学模型为 $Y_i = \mu + a_i + b_i + c_i + \varepsilon_i$, $\varepsilon_i (i=1, 2, \dots, 9)$ 是一组相互独立且服从 $N(0, \sigma^2)$ 的随机变量, a_i, b_i, c_i 分别为因素 A, B 和 C 各水平的效应,满足关系式

$$\sum_{i=1}^3 a_i = \sum_{i=1}^3 b_i = \sum_{i=1}^3 c_i = 0.$$

采用所建立的强化过程的数学模型,分析并对 A, B 和 C 各水平的效应进行估计, $\hat{a}_i, \hat{b}_i, \hat{c}_i$ 分别为其效应估计.在 A₂B₁C₃ 优化条件下预测超临界 CO₂ 萃取茄尼醇的提取率,其结果为

$$Y_{\text{优}} = \frac{\hat{a}_2 + \hat{b}_1 + \hat{c}_3}{3} - 2\bar{y} = 82.4.$$

在优化操作条件下,即实验操作条件为预处理烟叶 100 g,萃取压力 25 MPa,超临界 CO₂ 流量 20 L/h,分离釜 I 压力 10 MPa,分离釜 II 的压力与贮罐压力相同,夹带剂为 95% 乙醇且用量为 150 mL,萃取时间为 1.5 h,对超临界萃取茄尼醇提取率数学模型的预测值进行实验验证.

如表6所示,通过3次平行实验对数学模型的预测结果进行验证,在超临界 CO₂ 萃取茄尼醇的优化条件下,实验研究的茄尼醇提取率平均值为 81.5%,高于文献[6]的 79%.实验结果与数学模型的茄尼醇提取率预测值基本一致.

表6 实验验证的茄尼醇提取率

Experiment	Extraction rate of solanesol (%)	Mean value
1	82.0	
2	80.7	81.5
3	81.9	

5 结论

研究表明, 夹带剂的加入能显著地强化超临界 CO₂ 流体萃取茄尼醇过程, 提高茄尼醇的萃取效率. 主要得到了如下结论:

(1) 夹带剂对超临界萃取茄尼醇的萃取作用和萃取机理为: 在超临界流体萃取过程中, 95%乙醇作为优良的夹带剂可以聚集于茄尼醇周围, 并与茄尼醇分子间形成氢键作用, 使超临界 CO₂ 萃取茄尼醇的过程得以强化.

(2) 深入分析了夹带剂种类、用量以及输入方式对超临界 CO₂ 流体萃取茄尼醇的影响和变化规律.

(3) 通过控制分离釜 I 中的压力, 调节和控制溶质在分离釜中的溶解度和解析度, 夹带剂、茄尼醇和杂质在串联的二级分离釜中发生选择性解析, 减少了后期纯化的难度. 茄尼醇粗品经过一级柱层析纯化, 纯度可达 95% 以上.

(4) 对夹带剂强化过程进行优化设计和研究, 最优的茄尼醇萃取率为 81.5%, 高于文献[6]的 79%. 最优操作工艺条件为: 100 g 处理烟叶, 95%乙醇作为夹带剂, 最佳用量 150 mL, 萃取压力 25 MPa, 温度 40 °C, CO₂ 流量 20 L/h, 分离釜 I 的压力 10 MPa, 分离釜 II 的压力与贮罐压力相同.

(5) 建立了强化萃取过程的数学模型, 可对优化萃取条件下的茄尼醇萃取率进行预测, 预测值与实验结果基本一致.

参考文献:

- [1] 王幼君, 李淑芬. 茄尼醇和尼古丁的提取与工艺研究 [J]. 天津化工, 2003, 17(3): 37-40.
- [2] 张征, 武永昆, 尹海川, 等. 微波辅助萃取应用于提取烟叶中茄尼醇的研究 [J]. 云南大学学报, 2005, 27(2): 157-160.
- [3] 赵春建, 春英, 付玉杰, 等. 废次烟叶中茄尼醇的超声提取及 HPLC 分析测定 [J]. 应用化学, 2005, 22(11): 1265-1267.
- [4] Iwai Y, Uno M, Nagano H, et al. Measurement of Solubilities of Palmitic Acid in Supercritical Carbon Dioxide and Entrainer Effect of Water by FTIR Spectroscopy [J]. J. Supercrit. Fluids, 2004, 28(2/3): 193-200.
- [5] Ruckenstein E, Shulgin I. The Solubility of Solids in Mixtures Composed of a Supercritical Fluid and an Entrainer [J]. Fluid Phase Equilibria, 2002, 200(1): 53-67.
- [6] 张海波, 王洪新. 烟叶中茄尼醇的超临界 CO₂ 萃取 [J]. 烟草科技, 2005, (5): 29-31.
- [7] 位华, 宓鹤鸣, 柳正良. 超临界流体萃取结合柱色谱法从废次烟叶中分离纯化茄尼醇的研究 [J]. 中草药, 2005, 36(5): 690-692.
- [8] 刘快之, 李德亮, 陈伯森, 等. 库仑滴定法测定烟叶提取物中茄尼醇 [J]. 化学研究, 1997, 8(3): 56-59.
- [9] 段先志, 夏红英, 罗平. 夹带剂性质对超临界二氧化碳萃取的影响 [J]. 化工技术与开发, 2003, 32(6): 23-26.
- [10] 赵亚梅, 胡小玲, 王燕梅. 超临界 CO₂ 萃取植物有效成分的过程模型化 [J]. 化学通报(网络版), 2006, 69(2): 159.
- [11] 韩布兴. 超临界流体科学与技术 [M]. 北京: 中国石化出版社, 2004. 22-24.
- [12] 赵选民, 徐伟, 师义民, 等. 数理统计 [M]. 北京: 科学出版社, 2002. 208-223.

Enhancement of Entrainer on Supercritical CO₂ Extraction of Solanesol from Tobacco

ZHAO Ya-mei, HU Xiao-ling, GUAN Ping, YANG Feng

(Department of Applied Chemistry, Northwest Polytechnical University, Xi'an, Shaanxi 710072, China)

Abstract: Entrainer enhancing technology can significantly improve the solanesol separation efficiency of supercritical CO₂ extraction. Based on the principles of supercritical CO₂ extraction and enhancing effects from entrainer, three influential factors of the solvents including the type, content and addition method on the extraction of solanesol are examined. How the solanesol and entrainer are selectively separated from the extractive is also discussed. By the orthogonal test of extracting solanesol with entrainer enhancing technology, the importance sequence and prominence are analyzed for the influential factors of entrainer content, pressure and temperature. The optimum conditions for the extraction process are obtained: 25 MPa, 40 °C, 150 mL of 95% ethanol for 100 g tobacco. A mathematical model is established with which the yield of the optimum extraction rate of solanesol can be predicted in the present study. Under the optimum conditions of the process, the solanesol extraction rate by designed experiments, 81.5%, is consistent with the prediction value, 82.4%.

Key words: entrainer; enhancing technology; supercritical CO₂ extraction; solanesol