

尿素包合法提取黑莓天然维生素 E 的工艺条件优化

李维林¹, 邓锡¹, 崔恩惠², 方亮², 赵慧芳², 吴文龙^{2*}

(1. 南方现代林业协同创新中心, 南京林业大学林学院, 南京 210037;

2. 江苏省中国科学院植物研究所, 南京 210014)

摘要: **目的** 优化尿素包合法提取黑莓中天然维生素 E 的工艺条件。 **方法** 采用尿素包合法从黑莓种籽油中提取天然维生素 E, 通过单因素试验及正交试验, 确定最佳工艺参数。 **结果** 最佳工艺参数为尿素与油脂的质量比 3:1, 加热时间 30 min, 加热温度 50 °C, 乙醇浓度 95%, 冷析时间 4 h, 冷析温度 0 °C。在此工艺条件下得到的提取物中, 维生素 E 含量可达 3.21%。 **结论** 本方法可有效提取黑莓中的维生素 E。

关键词: 黑莓; 提取; 维生素 E; 尿素包合法

Optimization of process conditions for extraction of blackberry natural vitamin E by urea complexation method

LI Wei-Lin¹, DENG Xi¹, CUI En-Hui², FANG Liang², ZHAO Hui-Fang², WU Wen-Long^{2*}

(1. Co-Innovation Center for the Sustainable Forestry in Southern China, College of Forestry, Nanjing Forestry University, Nanjing 210037, China; 2. Institute of Botany, Jiangsu Province and Chinese Academy of Sciences, Nanjing 210014, China)

ABSTRACT: Objective To optimize the process conditions for the extraction of natural vitamin E from blackberry by urea complexation method. **Methods** The natural vitamin E was extracted from the blackberry seed oil by urea complexation, and the optimal process parameters were determined by single factor test and orthogonal test. **Results** The optimum process parameters were mass ratio of urea to grease of 3:1, heating time of 30 min, heating temperature of 50 °C, ethanol concentration of 95%, cold settling time of 4 h, and cold settling temperature of 0 °C. The extract obtained under the conditions of the process had a vitamin E content of 3.21%. **Conclusion** This method can effectively extract vitamin E from blackberries.

KEY WORDS: blackberry; extract; vitamin E; urea complexation

1 引言

维生素 E(VE)是一种脂溶性的强抗氧化剂,自然界中只在植物和其他光合生物中合成,是人体和动物必须从食物中摄取的微量营养素之一,因其具有多种生理功能,历

来倍受重视,被广泛地应用于食品、化妆品、医药和动物饲料制品中^[1,2]。天然 VE 具有更高的活性,使用也更加安全,近年来已经广泛应用于医药、食品、饲料、化妆品、化工等方面,如在口香糖中加入 1%天然维生素 E 可以快速除去口中异味,以天然维生素 E 为营养添加剂的化妆品

*通讯作者: 吴文龙, 研究员, 主要研究方向为经济植物引种驯化, 经济林果育种栽培, 黑莓及蓝莓栽培育种及加工与利用。
E-mail:1964wwl@163.com

*Corresponding author: WU Wen-Long, Professor, Institute of Botany, Jiangsu Province and Chinese Academy of Sciences, Nanjing 210014, China. E-mail:1964wwl@163.com

可有效防止色素沉积\改善皮肤弹性,天然 VE 还可作为食品工业用塑料薄膜制品的抗氧化剂等^[1,2]。黑莓是蔷薇科悬钩子属(*Rubus* L.)浆果类果树,其果实中含有极为丰富的抗衰老物质 VE、花青素、多酚等,被誉为“生命之果”^[3]。据报道黑莓果实中天然 VE 的含量为 3.155 mg/100 g^[3],有良好的开发应用前景。关于天然 VE 的来源和提取技术,前人已经有很多研究^[4,5],已报道的其天然来源有大豆^[6-9]、葡萄籽^[10]、番茄^[11]、西兰花^[11]、螺旋藻、油棕等,其提取方法大多采用尿素包合法^[6-9]、溶剂萃取法^[10,11]、分子蒸馏法^[12-14]、皂化-冷析法^[15]、超临界 CO₂ 萃取法^[16-20]等,但是对黑莓天然 VE 提取技术的研究尚未见报道。作者前期研究发现黑莓果实中的 VE 主要存在于种籽中,并对其种籽油提取技术进行了研究^[21]。

本研究采用尿素包合法从黑莓种籽油中提取天然 VE,通过单因素实验和正交试验优化了工艺参数,以期为今后黑莓天然 VE 工业化生产提供技术基础,对于黑莓的深加工利用具有重要意义。

2 材料与方法

2.1 材料、试剂与设备

2.1.1 实验材料

前期研究中从黑莓‘Hull’品种种籽(南京新得力食品有限公司提供)获得的黑莓种籽油(VE 含量 3.21%)。

2.1.2 实验试剂

VE 标准品(含量≥96%,以 α-生育酚计,美国 Sigma 公司);无水乙醇、氯化铁、1,10-菲罗啉、磷酸、正己烷(分析纯,南京化学试剂有限公司)。

2.1.3 仪器设备

HH-S24 数显恒温水浴锅(国华电器有限公司);SHZ-III 型循环水式多用真空泵(上海知信实验仪器技术有限公司);RE-52AA 旋转蒸发器(北京佳源兴业科技有限公司);TU-1810 紫外-可见分光光度计(北京普析通用仪器有限公司);EX-200A 型电子分析天平(慈溪市天东衡器厂)。

2.2 实验方法

称取 1.5 g 黑莓种子油,加入 50 ℃尿素乙醇溶液进行络合,加热回流一段时间后,冷析、抽滤,得到的溶液用正己烷进行萃取,将萃取出的上清液在减压条件下去除正己烷,并在水浴锅内放置一段时间,使正己烷挥发干净后,恒重后称重,测定其中的 VE 含量。

维生素 E 的测定:参照崔恩惠等^[22]的方法,称取 VE 提取物 0.1 g,用正己烷定容到 50 mL,吸取 0.5 mL 定溶液,加入 2.11 mmol/L 氯化铁乙醇溶液 0.2 mL、7.32 mmol/L 10-菲罗啉乙醇溶液 0.31 mL 和 42.58 mmol/L 磷酸 0.31 mL,定容到 15 mL,反应 30 s,在 509 nm 下测定吸光度,用标准曲线法计算 VE 含量。

去脂率的测定:去脂率指从黑莓种籽油中分离剔除的游离脂肪酸和甘油酯的含量。利用 KOH 滴定法来测定,用 5 mL 移液管准确量取黑莓种籽油样 4 mL,用洗耳球吹入三角瓶中,再吹 3 次,每次间隔 3~5 s,加中性乙醚乙醇(2:1, V/V)混合溶液 50 mL,摇动使试样溶解,再加 3 滴酚酞指示剂,再用另一支移液管量取 0.1408 mol/L 的碱液进行滴定,滴定至出现微红色在 30 s 内不消失为止,记下消耗碱液的毫升数。

2.3 单因素试验

选取尿素与油脂质量比(A)、加热时间(B)、加热温度(C)、乙醇浓度(D)、冷析时间(E)、冷析温度(F)6 个因素进行试验,以 VE 含量与去脂率为指标,考察各因素对提取效果的影响。试验设计如表 1 所示。

表 1 单因素试验设计
Table 1 Design of single factor experiment

样品	A	B/min	C/℃	D/%	E/h	F/℃
1	1:1	15	30	100	1	4
2	2:1	30	40	95	2	0
3	3:1	45	50	90	4	-5
4	4:1	60	60	85	6	-10
5	5:1	75	70	80	8	-15

2.4 正交试验

根据单因素试验的结果,选择尿素与油脂质量比、加热温度、加热时间、乙醇浓度等 4 个在加热回流中起主要作用的因素进行正交试验,试验设计如表 2 所示。

表 2 正交试验设计
Table 2 Design of orthogonal test

样品	因素及因素水平			
	A	B/min	C/℃	D/%
1	2:1	15	40	100
2	3:1	30	50	95
2	4:1	45	60	90

3 结果分析

3.1 单因素试验

3.1.1 尿素与油脂质量比对 VE 含量的影响

尿素分子在乙醇溶液中形成六棱柱的笼状结构,与脂肪酸络合形成沉淀。如果尿素的量不足,则脂肪酸不能充分络合,VE 便不能很好地富集。

实验发现,提取物中 VE 的含量与去脂率显著相关。

由图 1 可知, 在尿素与油脂质量比达到 3:1 之前, 去脂率同尿素与油脂质量比成正比, 这表明此时尿素的量不足, 不能充分络合出油脂中脂肪酸。而在尿素与油脂质量比达到 3:1 之后, 去脂率曲线波动很小, 去脂率基本不变, 表明络合反应已经完成。尿素与油脂质量比达到 3:1 时, 尿素的量已经能够络合油脂中的脂肪酸, 再增加尿素的量对提高去脂率几乎没有影响。由图 2 可知, 在尿素与油脂质量比为 3:1 时, VE 含量也不再提高, 保持稳定, 因此, 投入尿素的量与油脂的质量比最好为 3:1。

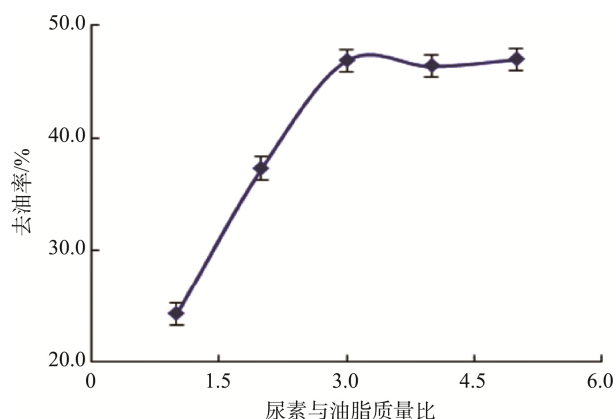


图 1 尿素与油脂质量比对去脂率的影响($n=3$)

Fig.1 Effect of urea to grease ratio on the ratio of removing lipid ($n=3$)

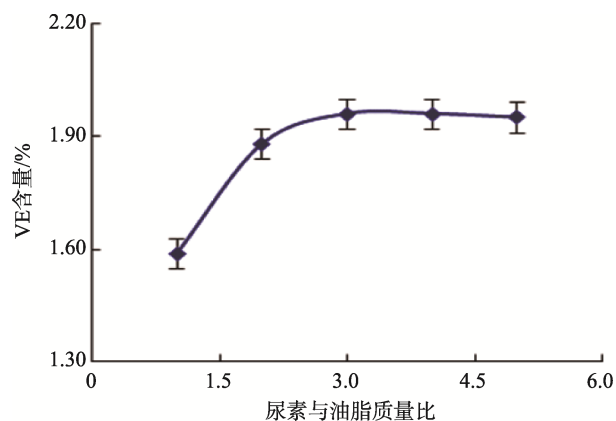


图 2 尿素与油脂质量比对 VE 含量的影响($n=3$)

Fig.2 Effect of urea to grease ratio on the concentration of VE ($n=3$)

3.1.2 加热时间对 VE 含量的影响

加热时间即络合反应的时间, 如果过短, 尿素分子不能与脂肪酸充分接触形成笼状结构, 从而被去除。但时间过长, 又会对油脂中的 VE 造成影响。

图 3 中去脂率的变化曲线表明, 加热 30 min 时, 去脂率达到了最高, 之后保持稳定。在加热时间不足 30 min 时, 去脂率随着加热时间的增加而提高, 说明络合反应一直在进行, 而加热 30 min 之后, 去脂率曲线基本不再波动, 即

络合反应已经完成, 表明络合反应需要 30 min。从图 4 可以看出, 在加热的最初阶段, VE 的含量随时间的增加而提高, 并在 30 min 时达到了最高, 之后又逐渐下降。产生这种变化是因为在加热最初阶段随时间的延长去脂率提高, VE 所占油脂的百分比增加, 但在 30 min 之后去脂率基本不变, 可是时间延长却增加了 VE 暴露在空气中的时间, VE 被氧化, 含量下降。

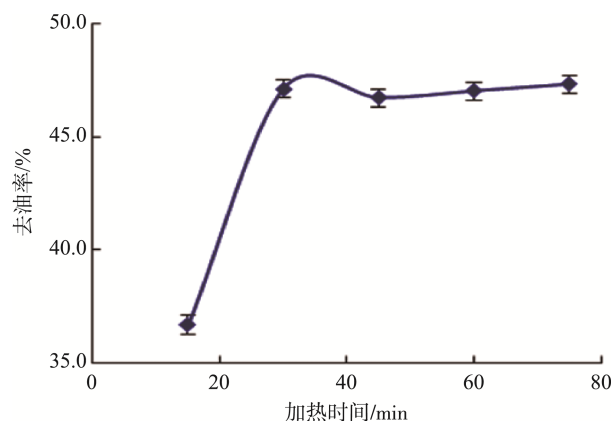


图 3 加热时间对去脂率的影响($n=3$)

Fig.3 Effect of heating time on the ratio of removing lipid ($n=3$)

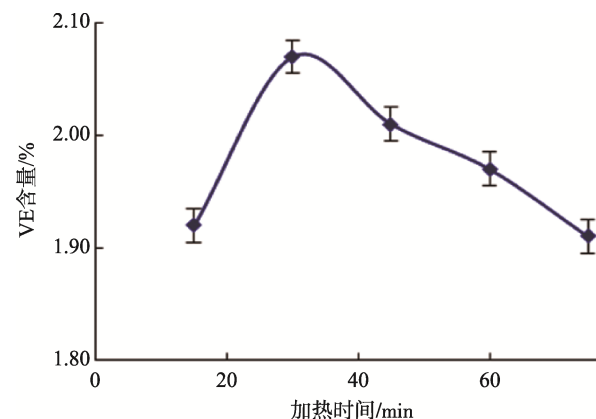
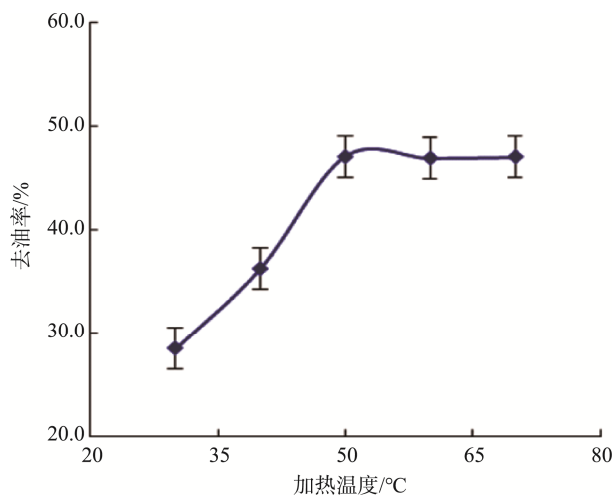
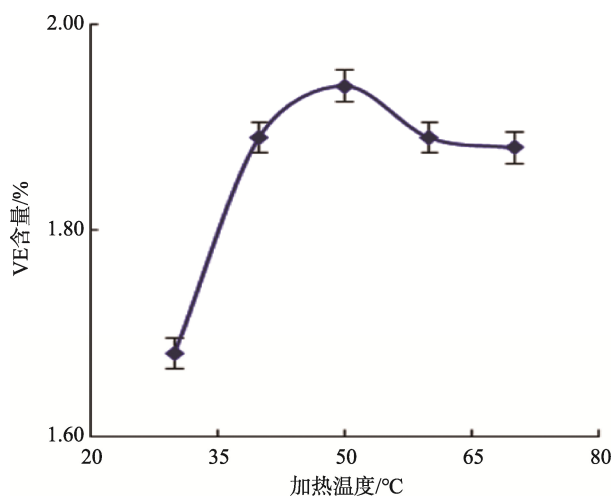


图 4 加热时间对 VE 含量的影响($n=3$)

Fig.4 Effect of heating time on the concentration of V_E ($n=3$)

3.1.3 加热温度对 VE 含量的影响

提高温度有利于溶液中尿素与油脂的络合, 但是高温也会促进氧化反应的进行, 导致 VE 的氧化。从图 5 可以看出, 去脂率先是随着温度的提高而增加, 而后逐渐平缓下来。在 50 °C 时, 去脂率曲线发生转折, 即 50 °C 即可满足络合反应的需要, 此时再进一步提高温度, 对去脂率的提高影响很小。从图 6 上可以看出, 在 VE 含量达到最高之前, VE 含量变化曲线与去脂率变化曲线转折之前趋势相似, 这是因为去脂率提高的同时增加了 VE 所占的份额, 但之后由于温度的提高, 加速了 VE 氧化反应的进行, VE 含量随之降了下来。

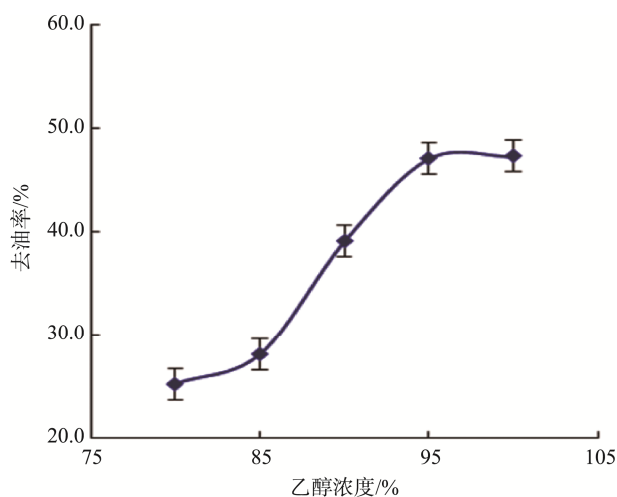
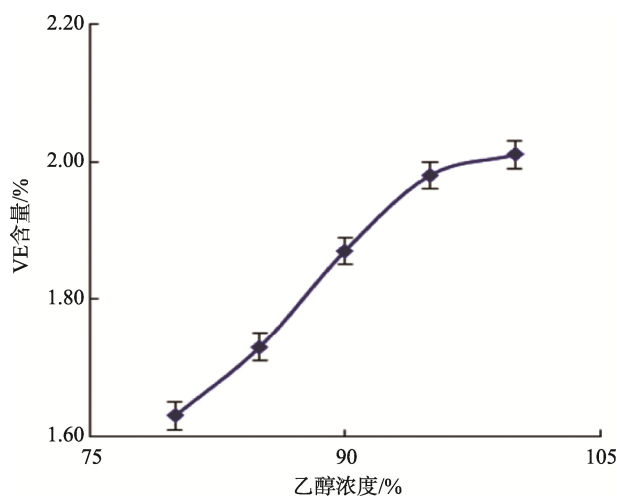
图 5 加热温度对去脂率的影响($n=3$)Fig.5 Effect of the heating temperature on the ratio of removing lipid ($n=3$)图 6 加热温度对 VE 含量的影响($n=3$)Fig.6 Effect of the heating temperature on the concentration of VE ($n=3$)

3.1.4 乙醇浓度对 VE 含量的影响

乙醇作为溶剂,它的浓度决定尿素与油脂溶解的情况。高浓度的乙醇对尿素的溶解性不好,但是对油脂的溶解效果好;低浓度的则反之。无水乙醇溶解尿素时非常困难,需要无水乙醇量很大,时间很长,且要不停的搅拌与加热,但溶解油脂时很容易。当乙醇浓度低于 95%时,尿素的溶解速度越来越快,可是溶解油脂速度降低,且溶液出现了分层,浓度越低分层越严重。

从图 7 可以看出,去脂率先是随着乙醇浓度的提高而提升,之后有所平缓。这是因为在低浓度的乙醇溶液中,尿素与部分油脂是两相分布的,这部分油脂不能与尿素发生络合,从而得不到分离,并且乙醇浓度越低,这部分油脂的量越多,所以出现去脂率曲线初段的现象:去脂率随乙醇浓度提高而增加。在乙醇浓度达到 95%之后,曲线平

缓,去脂率稳定。图 8 中 VE 含量的变化曲线与图 7 去脂率变化曲线趋势很相似,前期升高后期平缓。去脂率的升高,提高 VE 在油脂中的百分比,去脂率稳定,VE 含量也随之稳定。在较低浓度的乙醇溶液中进行络合,VE 含量低,原因可能是低浓度乙醇去脂率低,在回流加热时容易造成受热不均,VE 易被氧化。从图 7、8 中可以看出,无水乙醇与 95%乙醇络合油脂、提纯 VE 的能力基本相当。

图 7 乙醇浓度对去脂率的影响($n=3$)Fig.7 Effect of the ethanol concentration on the ratio of removing lipid ($n=3$)图 8 乙醇浓度对 VE 含量的影响($n=3$)Fig.8 Effect of the ethanol concentration on the concentration of VE ($n=3$)

3.1.5 冷析时间(因素 E)对 VE 含量的影响

尿素在络合油脂之后,在低温条件下可以把络合物逐渐析出,从而去除油脂。如果冷析时间过短,络合物结晶析出的时间不够充分,油脂就不能有效去除,提纯的目的就达不到。

从图 9 可知,去脂率先是随冷析时间的延长而增加,

之后平缓。在去脂率曲线前段, 由于所设定冷析时间不能使络合物全部析出, 冷析时间与去脂率呈正相关, 冷析时间延长, 去脂率提高。当冷析 4 h 之后, 曲线平缓下来, 表明络合物已基本析出, 去脂率曲线基本不再波动, 冷析 4 h 能够满足络合物完全析出。从图 10 可见, 当冷析时间不足 4 h 时, VE 含量随时间的增加而提高, 这是由于去脂率提高导致的; 4 h 之后 VE 含量稳定, 这是由于去脂率稳定了下来, 同时因为低温可以抑制 VE 氧化反应的进行, VE 含量在延长的时间段内没有损失。

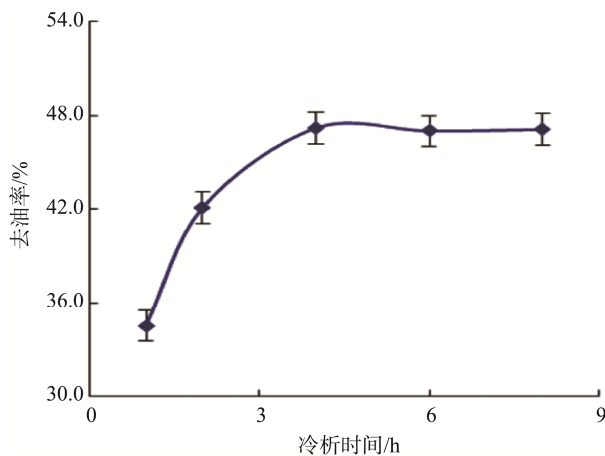


图 9 冷析时间对去脂率的影响($n=3$)

Fig.9 Effect of cold analysis time on the ratio of removing lipid

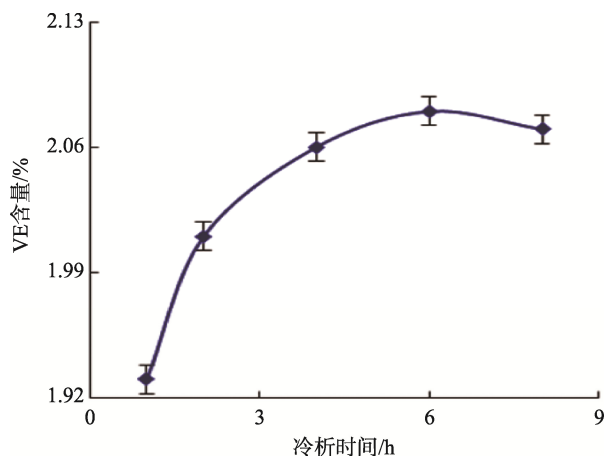


图 10 冷析时间对 VE 含量的影响($n=3$)

Fig.10 Effect of cold analysis time on the concentration of VE

3.1.6 冷析温度对 VE 含量的影响

由图 11 可以看出, 在温度低于 0 °C 时, 随着温度升高, 去脂率基本保持不变, 说明油脂已经基本被络合冷析出; 当冷析温度达到 0 °C, 曲线发生转折, 由于络合反应是一个放热过程, 降低温度利于络合物的生成, 加速络合物的析出, 使油脂去除更加彻底, 因此进一步升高温度时去脂率开始逐渐降低, 可见温度高于 0 °C 时, 冷析效果不好。

从图 12 中可见, 在温度低于 -10 °C 时, 随温度降低, VE 含量降低, 这可能是由于在温度很低的情况下, 络合物析出速度过快, 所产生的结晶较大, 把部分 VE 包裹在其中。在 -10 °C 到 0 °C 这一阶段, VE 含量基本保持不变。当温度高于 0 °C 时, 可能由于温度升高 VE 氧化作用的发生, VE 含量下降。所以在冷析时, 温度控制在 0 °C 左右即可。

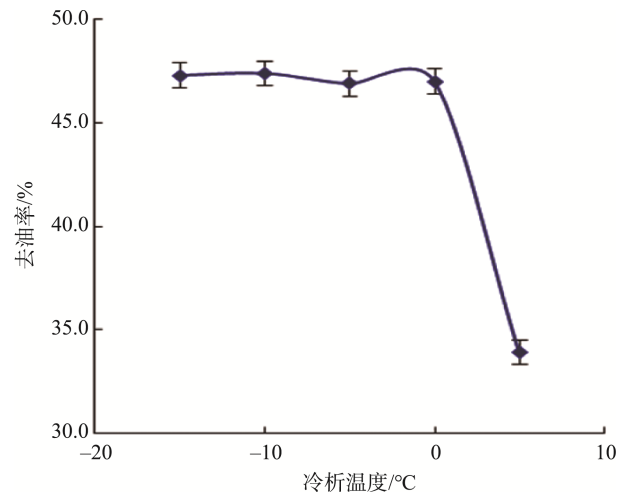


图 11 冷析温度对去脂率的影响($n=3$)

Fig.11 Effect of cold analysis temperature on the ratio of removing lipid ($n=3$)

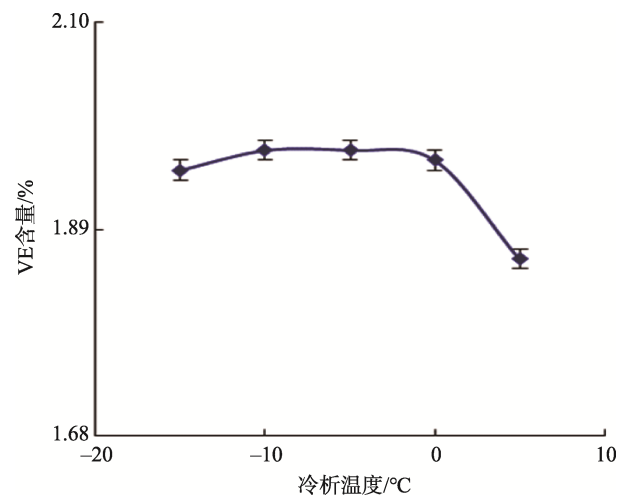


图 12 冷析温度对 VE 含量的影响($n=3$)

Fig.12 Effect of cold analysis temperature on the concentration of VE ($n=3$)

3.2 正交试验

表 3 是正交试验的设计与结果。对于未考虑的 2 个因素, 则选取单因素时最佳的试验结果, 即冷析时间 4 h, 冷析温度 0 °C。以偏差最小项来充当误差项, 对正交的数据进行分析, 结果见表 4。

表 3 正交试验结果
Table 3 Result of orthogonal test

编号	A	B/min	C/℃	D/%	VE 含量 /%	去脂率 /%
1	2:1	15	40	100	2.41	31.5
2	2:1	30	50	95	2.70	36.3
3	2:1	45	60	90	2.41	35.5
4	3:1	30	40	90	2.96	41.2
5	3:1	45	50	100	2.87	48.3
6	3:1	15	60	95	3.03	46.2
7	4:1	45	40	95	2.99	48.6
8	4:1	15	50	90	2.84	38.5
9	4:1	30	60	100	2.9	47.6
VE 含量						
K_1	7.521	8.361	8.280	8.181		
K_2	8.859	8.409	8.559	8.721		
K_3	8.730	8.340	8.271	8.211		
k_1	2.507	2.787	2.760	2.727		
k_2	2.953	2.803	2.853	2.907		
k_3	2.910	2.780	2.757	2.737		
R	0.446	0.023	0.096	0.180		
去脂率						
K_1	103.299	121.299	116.199	127.401		
K_2	135.699	123.099	125.100	131.100		
K_3	134.700	129.300	132.399	115.200		
k_1	34.433	40.433	38.733	42.467		
k_2	45.233	41.033	41.700	43.700		
k_3	44.900	43.100	44.133	38.400		
R	10.800	2.667	5.400	5.300		

综合分析表 3、表 4 数据,可以确定 VE 含量最高的处理组合是 $A_2B_2C_2D_2$,四个因素对 VE 含量的影响顺序是 $A>D>C>B$;去脂率最高的处理组合是 $A_2B_3C_3D_2$,4 个因素对去脂率的影响顺序是 $A>D>C>B$ 。在以 VE 含量为考核指标时,因素 A 与 D 即尿素与油脂的质量比与乙醇浓度的 $F>F_{(0.05)}$,说明这 2 个因素对试验有显著性作用,其中因素 A 的 F 值远远大于 $F_{(0.05)}$,作用呈极显著;在以去脂率为考察指标时,因素 A 即尿素与油脂的质量比的 $F>F_{(0.05)}$,说明此因素对试验有显著性作用。

综合考虑,在去脂率高的同时 VE 含量也较高,并以 VE 含量为主要指标,最终选择从黑莓种籽油中提取维生素 E 的工艺为 $A_2B_2C_2D_2$,即尿素与油脂的质量比 3:1,加热

时间 30 min,加热温度 50 ℃,乙醇浓度 95%,冷析时间 4 h,冷析温度 0 ℃。在此工艺条件下,从黑莓种籽油中提取维生素 E,去脂率可达 48.5%,提取物中 VE 含量为 3.21%。

表 4 方差分析
Table 4 Analysis of variance

	因素	自由度(df)	F 值	$F_{(0.05)}$	显著性
VE 含量	A	2	364	19	显著
	B	2	1		
	C	2	18		
	D	2	61		显著
	误差	2			
去脂率	A	2	23		显著
	B	2	1		
	C	2	4		
	D	2	5		
	误差	2			

4 结 论

本研究通过单因素试验及正交试验,对利用尿素包合法从黑莓种籽油中提取天然 VE 的技术进行了研究,确定了工艺参数,具体为尿素与油脂的质量比 3:1,加热时间 30 min,加热温度 50 ℃,乙醇浓度 95%,冷析时间 4 h,冷析温度 0 ℃。在此条件下得到的提取物中,VE 含量为 3.21%,比黑莓种子油提纯了将近一倍,可以为进一步纯化黑莓天然 VE 提供理论与技术基础,为产品产业化奠定良好基础。

参考文献

[1] 韩国麒,徐学兵,李桂华. 维生素 E 的来源与分离分析[J]. 郑州粮食学院学报,1993,(3): 97-102.
Han GQ, Xu XB, Li GH. The sources and isolation of vitamin E [J]. J Zhengzhou Grain Inst, 1993, (3): 97-102.

[2] 张婧菲,胡志萍,王恬. 天然维生素 E 及其衍生物的研究进展[J]. 饲料工业,2015,36(8): 31-35.
Zhang JF, Hu ZP, Wang T. Research progress of natural vitamin E and its analogues [J]. Feed Ind, 2015, 36(8): 31-35.

[3] 李维林,孙醉君,郑海燕. 黑莓鲜果及其加工品的营养成分[J]. 天然产物研究与开发,1998,10(1): 55-59.
Li WL, Sun ZJ, Zheng HY. An analysis of nutrient constituents of fruit and products of blackberry [J]. Res Dev Nat Prod, 1998, 10(1): 55-59.

[4] 王石,王峻,肖志明,等. 天然维生素 E 的检测技术研究进展[J]. 中国饲料,2017,(15): 28-33, 38.
Wang S, Wang J, Xiao ZM, et al. Research progress of natural vitamin E detection technology [J]. Chin Feed, 2017, (15): 28-33, 38.

[5] 武文华,曹玉平,刘凯,等. 天然维生素 E 提取工艺研究现状[J]. 中国

- 油脂, 2016, 41(8): 88–91.
- Wu WH, Cao YP, Liu K, *et al.* Advance in extraction technology of natural vitamin E [J]. *Chin Oil*, 2016, 41(8): 88–91.
- [6] 马海乐, 张勇, 骆琳. 尿素包合法浓缩豆油脱臭馏出物中生育酚[J]. *江苏大学学报(自然科学版)*, 2003, 24(3): 36–39.
- Ma HL, Zhang Y, Luo L. Concentration of tocopherol from soybean deodorized sludge with urea inclusion method [J]. *J Jiangsu Univ (Nat Sci Ed)*, 2003, 24(3): 36–39.
- [7] 樊明涛, 吴守一, 马海乐. 尿素包接法预浓缩 α -维生素 E 的试验研究[J]. *农业工程学报*, 2002, 18(2): 106–109.
- Fan MT, Wu SY, Ma HL. Preconcentration of alpha-vitamin E using urea inclusion method [J]. *J Agric Eng*, 2002, 18(2): 106–109.
- [8] 周秋香, 陈乐培. 从大豆脱臭馏出物中提取天然维生素 E 工艺研究[J]. *粮食与食品工业*, 2003, (2): 22–23.
- Zhou QX, Chen LP. Study on technology for isolating natural vitamin E from deodorizer distillate obtained from soybean [J]. *Cereal Food Ind*, 2003, (2): 22–23.
- [9] 胡小泓, 刘文涛, 刘昌伟. 大豆油脱臭馏出物中提取维生素 E 研究探讨[J]. *粮食与油脂*, 2002, (2): 2–3.
- Hu XH, Liu WT, Liu CW. Study on different methods of extracting vitamin E from soybean oil deodorizer distillate [J]. *Cereal Oil*, 2002, (2): 2–3.
- [10] Lisiane dos SF, Rosangela AJ, Marc FR, *et al.* Pressurized liquid extraction of vitamin E from Brazilian grape seed oil [J]. *J Chromatogr*, 2008, (1200): 80–83.
- [11] Junsoo L, Lin Y, Landen WO, *et al.* Optimization of an extraction procedure for the quantification of vitamin E in tomato and broccoli using response surface methodology [J]. *J Food Compos Anal*, 2000, (13): 45–57.
- [12] 王宝刚. 分子蒸馏提纯天然维生素 E 工艺实践[J]. *粮食与油脂*, 2005, 30(10): 80–82.
- Wang BG. Technology practice of natural vitamin E purification by molecular distillation [J]. *Cereal Oil*, 2005, 30(10): 80–82.
- [13] 王秀华, 谷克仁. 分子蒸馏提取天然维生素 E 研究[J]. *中国油脂*, 2006, 31(9): 72–74.
- Wang XH, Gu KR. Preparation of tocopherol by molecular distillation [J]. *Chin Oil*, 2006, 31(9): 72–74.
- [14] 宋志华, 王兴国, 金青哲, 等. 分子蒸馏从大豆脱臭馏出物中提取维生素 E 的研究[J]. *油脂工程*, 2009, (1): 79–81.
- Song ZH, Wang XG, Jin QZ, *et al.* Study on the extraction of vitamin E from soybean deodorization distillate by molecular distillation [J]. *Oil Eng*, 2009, (1): 79–81.
- [15] 金涛, 孙登文, 陈福明. 皂化-冷析法精制天然维生素 E 工艺的研究[J]. *中国油脂*, 2003, 28(3): 61–62.
- Jin T, Sun DW, Chen FM. Study on saponification-cold analysis process for refining natural vitamin E [J]. *Chin Oil*, 2003, 28(3): 61–62.
- [16] Jose AM, Diana GM, Javier FR, *et al.* Enrichment of vitamin E from *Spirulina platensis* microalga by SFE [J]. *J Supercrit Fluid*, 2008, (43): 484–489.
- [17] Harrison LNL, YuenMC, AhNM, *et al.* Selective extraction of palm carotene and vitamin E from fresh palm-pressed mesocarp fiber (*Elaeisguineensis*) using supercritical CO₂ [J]. *J Food Eng*, 2008, (84): 289–296.
- [18] 石冰洁, 申家杰, 张泽廷, 等. 超临界 CO₂ 萃取天然维生素 E 的工艺研究[J]. *北京化工大学学报*, 2008, 35(6): 21–24.
- Shi BJ, Shen JJ, Zhang ZT, *et al.* Study on extraction process of natural vitamin E by supercritical CO₂ [J]. *J Beijing Univ Chem Technol*, 2008, 35(6): 21–24.
- [19] 石冰洁, 申家杰, 张泽廷, 等. 连续逆流超临界萃取天然维生素 E 的实验研究[J]. *现代化工*, 2008, 28(3): 59–61.
- Shi BJ, Shen JJ, Zhang ZT, *et al.* Experimental study on continuous countercurrent supercritical extraction of natural vitamin E [J]. *Mod Chem Ind*, 2008, 28(3): 59–61.
- [20] 辛志宏, 马海乐, 吴守一, 等. 尿素包合和超临界 CO₂ 萃取相结合分离豆油脱臭馏出 α -V_E 的试验研究[J]. *中国粮油学报*, 2003, 18(4): 76–79.
- Xin ZH, Ma HL, Wu SY, *et al.* Extraction Alpha-V_E from deodorization sludge of soybean oil by urea inclusion and supercritical CO₂ extraction [J]. *Chin J Cereal Oil*, 2003, 18(4): 76–79.
- [21] 崔恩惠, 方亮, 吴文龙, 等. 响应曲面法优化超声辅助提取黑莓种子油工艺[J]. *食品科学*, 2012, 33(4): 26–30.
- Cui EH, Fang L, Wu WL, *et al.* Optimization of ultrasonic assisted extraction of blackberry seed oil by response surface methodology [J]. *Food Sci*, 2012, 33(4): 26–30.
- [22] 崔恩惠, 方亮, 李维林, 等. 响应曲面法优化分光光度法测定天然维生素 E[J]. *食品工业科技*, 2010, 31(2): 324–328.
- Cui EH, Fang L, Wu WL, *et al.* Optimization spectrophotometric determination of natural vitamin E by response surface method [J]. *Food Ind Technol*, 2010, 31(2): 324–328.

(责任编辑: 陈雨薇)

作者简介



李维林, 博士, 研究员, 博士生导师, 主要研究方向为经济林果育种栽培、药用植物资源评价和开发利用、天然产物化学。
E-mail: lwlcnbg@mail.cnbg.net



吴文龙, 研究员, 主要研究方向为经济植物引种驯化、经济林果育种栽培、黑莓及蓝莓栽培育种及加工与利用。
E-mail: 1964wwl@163.com