

超临界 CO₂ 萃取蚕蛹油工艺条件的研究

王 浩, 郑明珠, 刘景圣*, 蔡 丹
(吉林农业大学食品科学与工程学院, 吉林 长春 130118)

摘 要: 本研究采用超临界 CO₂ 萃取技术, 通过正交试验确定了萃取蚕蛹油的最佳工艺条件为: 萃取压力 25MPa, 萃取温度 35℃, 萃取时间 3h, 在此工艺条件下萃取蚕蛹油的提取率达 95.99%。

关键词: 超临界 CO₂ 萃取; 蚕蛹; 蚕蛹油

Research on Extraction of Oil from Silkworm Pupa by Supercritical Carbon Dioxide

WANG Hao, ZHENG Ming-zhu, LIU Jing-sheng*, CAI Dan
(College of Food Science and Engineering, Jilin Agricultural University, Changchun 130118, China)

Abstract: In this paper, supercritical CO₂ extraction was used to extract the oil from silkworm pupa. The optimal extraction conditions was obtained with orthogonal test. The conditions are: extraction pressure 25MPa, extraction temperature 35℃ and extraction time 3 hours. On these conditions, the extraction ratio of silkworm pupa is 95.99%.

Key words supercritical CO₂ extraction; silkworm; silkworm pupa oil

中图分类号: TS201.1

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2007)07-0109-03

蚕蛹(*Bombyxmori* L.)又名“小蜂儿”,为蚕蛾科家蚕的蛹,是缫丝工业的主要副产物,中国是世界上最主要的蚕丝生产国,每年可副产鲜蚕蛹五十万吨以上。蚕蛹含有较高的营养成分,自古就作为滋补强身,和脾胃的食物和药物^[1-2]。

现代科学实验证明,蚕蛹中含有丰富的营养成分,干蚕蛹中含25%~30%粗脂肪、55%~60%粗蛋白、2%~4%糖、2%~3%甲壳质、3%~5%灰分,还含有多种微量元素和维生素等。蚕蛹油约含有75%的不饱和脂肪酸和20%的饱和脂肪酸,不饱和脂肪酸主要由油酸、亚油酸和亚麻酸组成,饱和脂肪酸主要为棕榈酸和硬脂酸^[3]。

超临界流体萃取技术(supercritical fluid extraction, SFE)是近二十多年来发展起来的一项新型超微分离精制技术,工艺简单,操作方便,它克服了传统的溶剂提取法的溶剂残留问题,对热敏性、易挥发性物质,具有良好的保护作用。

目前常用的超临界流体有CO₂、乙烯、丙烷、丙烯、水等。最常用的是CO₂,与其他萃取剂相比,CO₂具有以下优点,临界温度低(31.6℃),可以在接近室温的条件下进行萃取,特别适合于对天然活性物质的萃取分离。另外CO₂无毒、无味、不易燃,廉价易得,可循环利用。CO₂具有良好的选择性,可以通过控制压

力和温度,有针对性地萃取所需成分。因此,在食品加工工业中常以CO₂作为超临界流体。

超临界CO₂萃取(SCF)在萃取油脂及脂肪酸成分时具有良好的保护性,可以有效的防止油脂及脂肪酸受热分解,既没有溶剂残留,给产品带来污染,也不会使油脂变质,这在油脂及脂肪酸成分的提取方法中是一种十分可行的技术,也使得SCF在天然产物提取方面具有更加广泛的应用。超临界萃取具有操作温度低、选择性好,从萃取到分离一步完成等特点,所以能很好保证蚕蛹油的品质^[4]。但是,目前有关于SCF在蚕蛹油提取方面的研究尚未见报道。本研究采用SCF技术,对蚕蛹油进行深层次开发奠定基础,为超临界CO₂萃取技术在油脂提取中的进一步应用提供可靠的依据。

1 材料与方法

1.1 材料

所用蚕蛹为柞蚕蛹;CO₂ 长春市氧气厂。

1.2 设备

华安HA221-50-06型超临界流体萃取装置 江苏南通华安超临界流体萃取有限公司。

1.3 原料处理

将蚕蛹去皮、去芯,50℃鼓风干燥,粉碎过筛,备用。

1.4 超临界CO₂萃取蚕蛹油工艺

1.4.1 工艺流程

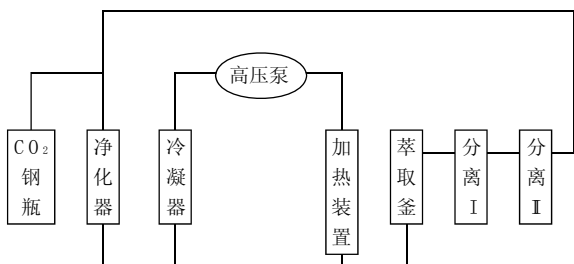


图1 超临界CO₂萃取工艺流程
Fig.1 Process of supercritical CO₂ extraction

1.4.2 操作过程

开启电源，打开制冷、冷循环，将萃取釜、分离釜I、分离釜II控温装置分别调整到所需设定的温度。将粉碎过筛的蚕蛹粉装入料筒后，放入萃取釜中，装好密封圈，旋紧堵头。待萃取釜、分离釜I、分离釜II的温度达到设定后，开启CO₂钢瓶，打开高压泵，进行加压，当萃取釜压力接近所需压力后，打开萃取釜、分离釜I、分离釜II之间的阀门，进行逐级加压，待压力平衡到所需压力后，打开回路阀门，使系统形成回流。达到萃取时间后，分别从分离釜I、分离釜II出料口收取萃取物。测定样品油脂提取率，并进行分析。

1.5 方法

通过单因素试验，选定萃取温度为(A)、萃取压力(B)、萃取时间(C)三个因素，采用L₉(3⁴)的试验设计，以提取率为指标，进行三因素三水平正交试验，因素水平表见表1。

表1 正交试验设计L₉(3⁴)因素水平表
Table 1 Factors and levels table of L₉(3⁴) orthogonal test design

水平	因素		
	A 萃取温度(℃)	B 萃取压力(MPa)	C 萃取时间(h)
1	35	15	1
2	40	20	2
3	45	25	3

1.6 油脂提取率计算

$$\text{油脂提取率}(\%) = \frac{\text{萃取油重}}{\text{样品中油重}} \times 100$$

2 结果与分析

2.1 正交试验结果及分析

在单因素试验的基础上，采用三因素三水平的正交设计方案，在9种不同工艺条件下提取蚕蛹油，分别

测定其提取率，结果见表2。

表2 正交试验结果及分析
Table 2 Analysis of orthogonal test design

试验号	A 萃取温度 (℃)	B 萃取压力 (MPa)	C 萃取时间 (h)	提取率(%)
1	35(1)	15(1)	1(1)	71.45
2	35(1)	20(2)	2(2)	93.60
3	35(1)	25(3)	3(3)	95.07
4	40(2)	15(1)	2(2)	90.55
5	40(2)	20(2)	3(3)	94.71
6	40(2)	25(3)	1(1)	92.87
7	45(3)	15(1)	3(3)	89.31
8	45(3)	20(2)	1(1)	82.94
9	45(3)	25(3)	2(2)	91.63
K ₁	260.12	251.31	247.26	
K ₂	278.13	271.25	275.78	
K ₃	263.88	270.88	279.09	
k ₁	86.71	83.77	82.42	
k ₂	92.71	90.42	91.93	
k ₃	87.96	90.29	93.03	
极差 R	6.00	6.65	10.61	
最佳组合	40	25	3	95.99

通过极差分析，由表2可知，三因素对蚕蛹油萃取的影响顺序为C>B>A，即萃取时间>萃取压力>萃取温度，最佳的工艺条件组合为A₂B₃C₃，即萃取温度40℃、萃取压力25MPa、萃取时间3h，试验表中无此方案，依据此方案进行验证实验，重复三次，平均提取率为95.99%，证明此试验设计合理可行。

2.2 萃取时间对蚕蛹油萃取的影响

时间对超临界CO₂萃取蚕蛹油有显著影响。超临界萃取过程属于扩散控制过程，扩散速率决定了萃取过程的完成时间。萃取刚开始时，由于溶剂与溶质未达到良好接触，提取率较低，随着时间的延长，传质达到良好的状态，则萃取速率增大，提取率随着增大。从理论上讲，萃取时间越长，则萃取率越高，得到的产品越多；但是，萃取时间长，产品中杂质含量越多，动力消耗增加，操作费用增大，同时降低了设备的生产强度。实验证明，当萃取操作达到3h以后，再延长操作时间，蚕蛹油的增加量很少。因此，试验选取萃取时间为3h为萃取蚕蛹油的最佳时间。

2.3 萃取压力对蚕蛹油萃取的影响

压力对萃取率的影响比较显著。压力增加时，分子间平均自由程减小，溶质与溶剂间的亲和性增强，从而增加了溶剂的扩散与渗透能力，提高了超临界CO₂的溶解能力。溶剂的密度随压力的增加而增大，对溶质的溶解能力也随之增加，有利于提高萃取率。但过高的萃取压力会影响设备的使用寿命，所以，应该综合考虑各种因素，选取最佳的萃取压力，不能盲目地通

超声波辅助提取桔梗多糖研究

周泉城¹, 孙军凤²

(1. 山东理工大学轻工与农业工程学院, 山东 淄博 255091; 2. 张店区疾病预防控制中心, 山东 淄博 255033)

摘 要: 目的: 研究影响超声波辅助提取桔梗多糖的主要因素的影响规律, 并确定最佳的超声波提取条件。方法: 在考察超声波功率、超声波时间等单因素对桔梗多糖得率的影响基础上, 选取液料比、超声波温度、超声波功率、乙醇浓度和超声波时间进行五因素五水平的二次正交旋转组合试验, 以确定超声波辅助提取桔梗多糖最佳条件, 并对最佳条件进行验证实验。结果: 超声波辅助提取桔梗多糖的最佳条件液料比(V/W)范围为45.33~47.90, 超声波温度为75℃, 超声波功率范围为162~180W, 提取液乙醇浓度范围为44.7%~49.8%, 超声波时间为37~39min。此条件下多糖得率能达到35%以上。结论: 超声波技术有利于桔梗多糖的提取, 与对照实验方法相比, 本研究方法短时高效。

关键词: 桔梗; 多糖; 超声波; 提取

Ultrasonic Wave-assisted Extraction of Polysaccharide from *Radix platycodonis*

ZHOU Quan-cheng¹, SUN Jun-feng²

(1. School of Light Industry and Agriculture Engineering, Shandong University of Technology, Zibo 255049, China

2. Zhangdian Center for Disease Control and Prevention, Zibo 255033, China)

Abstract: Objective: Effects of ultrasonic wave-assisted extraction on *Radix platycodonis* polysaccharide were studied. The

收稿日期: 2007-05-18

基金项目: 山东理工大学科研基金资助项目

作者简介: 周泉城(1977-), 男, 副教授, 博士, 研究方向为天然产物化学及功能食品开发。

过提高压力来获得最大的萃取率。故本实验采用25MPa作为最佳的萃取压力。

2.4 萃取温度对蚕蛹油萃取的影响

萃取温度是超临界CO₂萃取蚕蛹油工艺中的另一个较为重要的参数, 超临界CO₂的密度随着温度的升高而降低, 升高温度可提高分离组分的挥发性和扩散能力, 可提高系统中流体分子的相对运动速率, 降低流体的运动黏度, 提高分子的扩散能力, 从而使溶质的溶解度增加; 另一方面, 温度增加, CO₂流体的密度降低, 导致CO₂流体的溶剂化效应下降, 使物质在其中的溶解度下降, 萃取率降低。通过正交试验, 确定最佳萃取温度为40℃。

3 结 论

通过正交试验, 确定了超临界CO₂萃取蚕蛹油的最佳工艺条件为萃取温度40℃, 萃取压力25MPa, 萃取时间3h, 在此萃取条件下油脂提取率可达95.99%。萃取的蚕蛹油为深黄色, 澄清透明, 无杂质, 具有蚕蛹

特有的气味。由此证明, 采用超临界CO₂萃取技术提取蚕蛹油是可行的。

参考文献:

- [1] 浦锦宝, 魏克民, 陈锡林. 蚕蛹的传统应用和现代研究概况[J]. 浙江中医学院学报, 1999, 10(5): 36-38.
- [2] 王天子. 蚕丝副产物的综合利用[M]. 重庆: 重庆大学出版社, 2000.
- [3] 罗现光. 二十一世纪的蚕业展望[J]. 中国蚕业, 2002, 23(1): 4-5.
- [4] 严希康. 生化分离工程[M]. 北京: 化学工业出版社, 2001: 188.
- [5] 柳仁民, 张坤, 崔庆新. 南瓜子油超临界CO₂流体萃取研究[J]. 食品与发酵工业, 2003, 29(1): 61-65.
- [6] 张尔, 阚健全. 超临界流体萃取技术在油脂加工中应用[J]. 粮食与油脂, 2003(2): 14-16.
- [7] 周泉诚, 吴谋成. 超临界CO₂萃取技术在油脂工业中的应用[J]. 中国油脂, 2003, 28(3): 17-19.
- [8] 王海鸥. 超临界流体萃取的基本原理及其在食品工业中的应用[J]. 无锡轻工大学学报, 1995, 14(3): 262-268.
- [9] 汪言满, 陈达美, 黎碧娜. 超临界CO₂流体萃取技术在食品工业中的新应用[J]. 广州化工, 2000, 28(4): 44-45.
- [10] 刘树兴, 庞振, 陈合. 超临界萃取蛋黄粉中蛋黄油的研究[J]. 粮油加工与食品机械, 2002(10): 39-41.