

家蚕蛹油提取工艺优化研究

魏兆军¹, 廖爱美¹, 于力涛¹, 陶铸¹, 鲍先巡², 姜绍通¹

(1. 合肥工业大学生物与食品工程学院, 安徽 合肥 230009 2. 安徽省农业科学院, 安徽 合肥 230061)

摘要: 本实验利用丝厂副产物蚕蛹为原料, 研究了家蚕蛹油的提取工艺。结果表明: 提取蛹油的最优条件为: 浸出温度 38℃, 浸出时间 2h, 溶剂用量 4ml/g, 振荡速率为 160r/min, 蚕蛹油的出油率达 28.17%。

关键词: 家蚕; 蛹油; 提取工艺; 优化

Optimizing Technique of Extracting Pupal Oil from Silkworm Pupae

WEI Zhao-jun¹, LIAO Ai-mei¹, YU Li-tao¹, TAO Zhu¹, BAO Xian-xun², JIANG Shao-tong¹

(1. School of Biotechnology and Food Engineering, Hefei University of Technology, Hefei 230009, China;
2. Anhui Academy of Agricultural Science, Hefei 230061, China)

Abstract: In this research, the dry silkworm pupae, which are one kind of the silk industry product were used to extracting pupal oil. The results showed that the optimize technique of extracting condition was temperature 38℃, time 2 hours, solvent 4ml/g and vibration-rotation velocities 160 r/min. The extracting rate of pupal oil was measured about 28.17%.

Key words silkworm pupal oil; extracting technics; optimizing

中图分类号: S887.9

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2007)10-0248-04

我国是世界上最大的蚕丝生产国和供应国, 据统计, 2006年全国桑园面积达83.93万顷, 同比增长8.3%; 桑蚕茧产量达73.81万吨(不含柞蚕茧), 同比增长18.8%^[1]。蚕蛹是制丝工业的主要副产品, 每生产一吨生丝可副产近一吨的干蛹。又有研究表明, 干蚕蛹含粗蛋白质约55%~60%、蛹油脂肪酸25%~30%、糖类2%~5%、甲壳素2%~3%和多种蛋白质激素与起雄性激素样作用的物质如胆甾醇、多种维生素、蛹磷脂、干扰素、抗菌肽、溶菌酶、腺嘌呤、次黄嘌呤、肾上腺素、去甲肾上腺素及丰富的微量元素等^[1-2], 使其具有极高的营养和药用价值。近年来蚕蛹的综合利用吸引了不少国内外研究者的关注, 蚕蛹油的研究就是其中的一大热点。

干蚕蛹中油脂含量为25%~30%, 其中人体必需的油酸、亚油酸和亚麻酸等不饱和脂肪酸占75%以上, α -亚麻酸含量更是高达71.45%; 饱和脂肪酸主要为棕榈酸和硬脂酸, 此外油脂中还含有约1%的不皂化物, 如 β -谷甾醇、胆固醇及菜油甾醇^[2]。油酸能有效地降低体内的LDL, 亚油酸能在体内转化成亚麻酸和花生四烯酸, 然后合成前列腺素, α -亚麻酸能在体内合成二十碳五烯酸(EPA)、二十二碳六烯酸(DHA)等代谢产物, 蚕蛹油具有促进脂肪代谢, 肝细胞再生, 降血脂、降胆固

醇、降血糖, 提高机体免疫机能, 保护肝脏, 促进生殖能力, 强身, 抗癌, 利尿等作用及增长智力、保护视力、延缓衰老等多种功能^[4-5]。

蚕蛹油的提取方法有压榨法、有机溶剂浸出法及一些新型的提取方法如超临界CO₂萃取等, 但由于蚕蛹是高蛋白、高脂质物质, 使用压榨法提取油后的蛋白质多已变性, 而且蚕蛹中粗纤维含量较少、质地较软, 压榨出油率很低, 压榨法不便利; 新型的提取方法有其特有的优势但因其提取技术还不是很成熟, 且成本较高, 目前还难以形成工业化生产, 而有机溶剂浸出法具有出油率较高、蛋白质不变性、工业成本较低等优点, 应用较广。本研究以蚕丝厂的下脚料蚕蛹为原料, 采用单因素和正交试验的方法对有机溶剂浸提法提取蚕蛹油的工艺进行优化研究。

1 材料与方法

1.1 材料

蚕蛹为缫丝后的下脚料 安徽龙华集团缫丝厂; 石油醚(沸程30~60℃)(AR)、石油醚(沸程60~90℃)(AR)、丙酮(AR)、正己烷(AR) 无锡市展望化工试剂有限公司。

收稿日期: 2007-08-08

基金项目: 合肥工业大学创新团队基金项目(06001)

作者简介: 魏兆军(1970-), 男, 副教授, 博士, 主要从事食品生物技术研究。

1.2 设备

电热恒温鼓风干燥箱 上海跃进医疗器械厂；电子天平 上海奥豪公司；SQ2119C 多功能食品加工机 生海帅佳电子科技有限公司；SHY-2A 型恒温水浴摇床 江苏金坛金城国胜仪器厂；HH-2 恒温水浴锅 国华电器有限公司；R201 旋转蒸发器 上海申胜生物技术有限公司。

1.3 方法

1.3.1 提取方法及脂肪含量测定

采用索氏提取法提取蛹油。准确称取干燥并粉碎的蚕蛹粉 10 g，用脱脂滤纸包好后，用索氏提取器抽提 6h。将接收瓶中溶有脂肪的有机溶剂进行旋转蒸发回收溶剂，最后真空冷冻干燥尽可能除去残留的有机溶剂，称量接收瓶增重，计算可得到脂肪的含量。

1.3.2 蚕蛹原料处理及蛹油提取

将从蚕丝厂取回的蚕蛹挑选去杂，晒干防止霉变，实验前称蚕蛹在电热恒温鼓风干燥箱中 60℃ 左右烘干，使其水分含量为 5% 左右，粉碎过筛。准确称取一定量的蚕蛹粉末置于锥形瓶中，加入相应比例的有机溶剂，封口，放于设定好温度和振荡速率的恒温水浴摇床中，浸提一定时间，取出，减压抽滤，滤液旋转蒸发，低温去除残余溶剂，得到粗蛹油，回收溶剂。具体的工艺流程如下：

新鲜蚕蛹 → 去杂清洗 → 烘干 → 粉碎过筛 → 溶剂浸提

蚕蛹油产品 ← 减压蒸馏 ← 混合油 ← 抽滤 ← 滤渣

1.3.3 计算

$$\text{出油率}(\%) = \frac{\text{提取得到的蛹油质量}(\text{mg})}{\text{蚕蛹粉质量}(\text{mg})} \times 100$$

2 结果与分析

2.1 有机溶剂的确定

称取 10g 蚕蛹粉用脱脂滤纸包好，放入索氏提取器中，分别采用石油醚(沸程 30~60℃)、石油醚(沸程 60~90℃)、丙酮、正己烷作为提取剂，70℃ 浸提 6h，经旋转蒸发得到蚕蛹粗油^[6-7]。蛹油品质观察结果见表 1。

由表 1 可以看出，沸程 60~90℃ 的石油醚的提取效果最差，主要是因为 70℃ 的条件下提取器中的石油醚

蒸汽冷凝液增加较慢，在一定时间内，虹吸的次数较少，脂肪提取不是很完全；丙酮提取的油品质不好，颜色泛红可能是提取了脂肪之外的其他杂质，况且丙酮对人体有害；虽然沸程 30~60℃ 的石油醚出油率较高，但是石油醚更不容易除尽，且油品质也不如正己烷的好；正己烷提取的蛹油腥味淡，颜色淡黄透明，无浑浊现象，而且得到的蛹油出油率高，因此我们选用正己烷作为最佳提取剂。

2.2 提取温度对出油率的影响

一般而言，温度升高可加大溶剂的扩散，有利于油的浸出，但若温度太高则可能会使提油后的蛹蛋白发生很明显的热变性，严重破坏蛹蛋白的再利用，而且高温很容易引起蛹油及蛹蛋白的异味加重，使蛹油精炼中的脱臭工序更复杂，不利于提高蛹油质量，因此选择合适的浸提温度对蛹油的提取工艺非常重要。在溶剂用量为 4ml/g、振荡速率为 120r/min、浸提时间为 2h 的条件下，不同温度蛹油的浸提结果如图 1 所示。

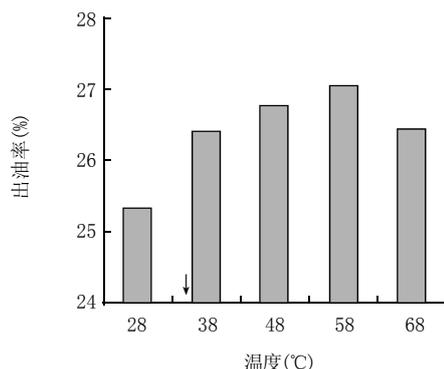


图 1 温度对蚕蛹油出油率的影响
Fig.1 Effects of extract temperatures on extraction efficiency of pupal oil

从图 1 中可以看出在 28~48℃ 范围内，浸提温度对出油率有影响，但影响不明显。温度升高，出油率也升高，58℃ 时出油率达到最大，但升高到 68℃ 时，出油率反而降低，这可能是由于温度升高使有机溶剂气化，也可能是高温促使油脂氧化酸败和再吸附以及蛋白质结构发生变化^[8]等原因，使出油率降低，因此浸提温度在有机溶剂的沸点左右时浸提效果最佳。

2.3 提取时间对出油率的影响

浸提时间也是影响蛹油出油率的一个非常重要的因

表 1 不同溶剂对出油率及油品质的影响

Table 1 Effects of different organic solvents on extraction efficiency and quality of pupal oil

溶剂类别	石油醚(沸程30~60℃)	石油醚(沸程60~90℃)	丙酮	正己烷
出油率(%)	27.86	25.22	25.98	29.12
蛹油气味	腥味浅	腥味较重	腥味重	腥味浅
蛹油色泽	黄色半透明	黄色略浑浊	黄色泛红浑浊	淡黄色透明

素, 实验在综合考虑出油率和实验周期等后分别选取了 1、2、3、4、5 h 在浸提温度为 38℃、溶剂用量为 4ml/g、振荡速率为 120r/min 的条件下进行浸提实验, 结果如图 2 所示。

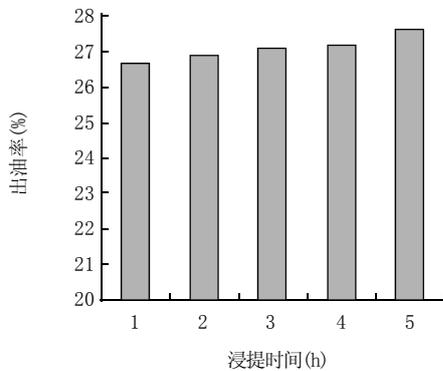


图2 浸提时间对蚕蛹油出油率的影响

Fig.2 Effects of extract time on extraction efficiency of pupal oil

从图 2 中可发现, 在本实验中, 1、2、3 h 蛹油的出油率变化不大, 随着时间的延长, 出油率略有升高; 随着时间延长到 4h 特别是 5h 时出油率虽有所增大, 但增大较缓慢, 且得到的粗蛹油与其他相比略显浑浊, 主要是由于浸提时间过长, 在不断振荡浸提中产生了部分细微粉末, 减压抽滤时有少量的细微粉末会透过滤纸进入滤液, 影响实验结果并降低了油的浓度, 增加了后续纯化的工作量。因此为了防止浸提时间过长, 蚕蛹蛋白对蛹油的反吸附, 同时更为了缩短生产周期, 一般浸提时间不宜太长。

2.4 溶剂用量对出油率的影响

有机溶剂浸提时溶剂用量即料液比对出油率的影响是工业化生产设计的重要参数。溶剂用量太小, 有机溶剂中溶解少量的脂肪酸便达到饱和, 出油率低, 而且溶剂用量太大, 不仅使生产成本增大也会给蛹油的进一步分离纯化带来更大的困难。本实验研究了在浸提温度为 38℃、溶剂用量为 4ml/g、振荡速率为 120r/min、浸提时间为 2h 的条件下几个不同溶剂用量对出油率的影响, 结果见图 3。

如图 3 所示改变溶剂用量可以使出油率从 25.38% 上升到 28.29%, 溶剂用量从 2ml/g 增加到 3ml/g 时出油率变化不是很显著, 但是从 3ml/g 增加到 4ml/g 时出油率显著增加, 当溶剂用量高于 6ml/g 时, 出油率的增加不显著。综合考虑蛹脂肪酸在正己烷中的溶解度、生产成本及蛹油的进一步精炼等, 可以初步确定 4ml/g 为最佳溶剂用量。

2.5 振荡速率对出油率的影响

油脂浸出过程包括三个阶段: (1) 油脂分子自料粒内

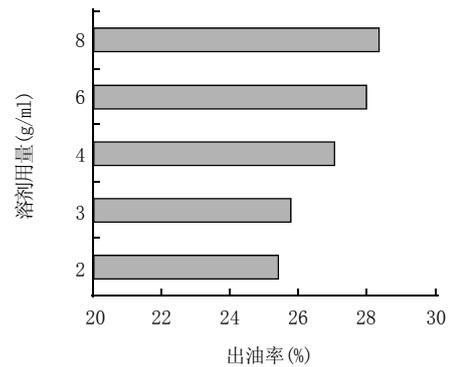


图3 溶剂用量对蚕蛹油出油率的影响

Fig.3 Effects of different solvent dosages on extraction efficiency of pupal oil

部向它的外表面扩散; (2) 通过边界层的分子扩散; (3) 油脂从边界层到流动混合油的对流扩散。浸提时适当的振荡能增加溶剂和物料的接触面积, 从而加快边界层的分子扩散, 同时增加了溶剂的流动性, 有利于提高油脂分子与溶剂分子之间的对流扩散。本实验在浸提温度为 38℃、溶剂用量为 3ml/g、浸提时间为 1h 的条件下研究了不同的振荡速率对出油率的影响。如图 4 所示, 出油率随着振荡速率的增大而增加, 振荡速率由 0r/min 变化到 80r/min 时, 出油率增加不是很明显, 而由 80r/min 增加到 120r/min 时, 出油率显著增大, 由 120r/min 变化到 160r/min 时, 出油率又趋于平缓增加, 但振荡速率由 160r/min 达到 200r/min 时, 出油率反而降低, 这可能是由于振荡速率过大会造成溶剂的损失, 综合考虑可以把 120r/min 作为最佳的浸提振荡速率。

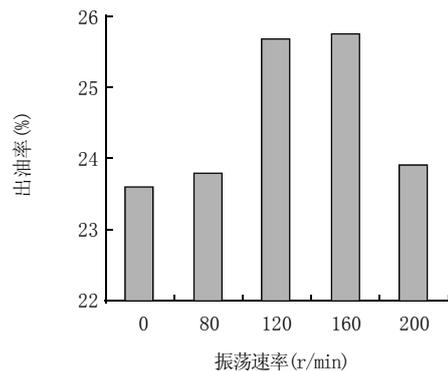


图4 溶剂用量对蚕蛹油出油率的影响

Fig.4 Effects of different vibration-rotation velocities on extraction efficiency of pupal oil

2.6 正交试验优化蛹油浸提工艺

曾有一些研究者采用正交试验来优化蚕蛹油的提取工艺^[7,10], 但是考虑正交试验时因素间交互作用的报道还未曾见到。本试验在单因素试验的基础上, 考虑浸提温度与其他因素的交互作用, 选用正交表 $L_{27}(3^{13})$ 设计

四因素三水平的正交试验,对蛹油提取工艺进行优化。因素水平设计见表2,试验结果方差分析见表3。

表2 正交试验的因素水平表
Table 2 Factors and levels of orthogonal test

水平	A温度(°C)	B时间(h)	C料液比	D振荡速率(r/min)
1	38	1	1:3	80
2	48	2	1:4	120
3	58	3	1:5	160

表3 试验结果方差分析表
Table 3 Results of variance analyse

差异源	偏差平方和	自由度	F比	F临界值	显著性
A	0.255	2	0.751	5.140	
B	3.971	2	11.691	5.140	*
(A × B) ₁	0.186	2	0.548	5.140	
(A × B) ₂	0.808	2	2.379	5.140	
C	4.073	2	11.991	5.140	*
(A × C) ₁	0.834	2	2.455	5.140	
(A × C) ₂	1.021	2	3.006	5.140	
(A × D) ₂	2.496	2	7.348	5.140	*
D	3.117	2	9.177	5.140	*
(A × D) ₁	0.953	2	2.806	5.140	
误差	1.02	6			

注: *表示差异显著(p < 0.05)。

以蚕蛹油的出油率为实验指标,从正交试验的方差分析表和试验的直观分析表中可以看出,溶剂用量对出油率的影响最大,是浸提过程中最重要的因素,温度和振荡速率交互作用的影响具有显著性,各因素的主次顺序为:溶剂用量>浸出时间>振荡速率>浸提温度和振荡速率的交互作用,结合浸提温度和振荡速率的水平搭配表(表4)分析可得:蚕蛹油提取因素的最佳水平组合为A₁B₃C₃D₃,即浸出温度为38℃,浸出时间为3h,溶剂用量为5ml/g,振荡速率为160r/min,该水平组合不在正交试验的组合之内,我们进行了验证实验得到其出

表4 因素A、D水平搭配表
Table 4 Arrange in pairs or groups of factor A and D

因素	A ₁	A ₂	A ₃
D ₁	25.71%	26.49%	26.94%
D ₂	26.84%	26.60%	27.06%
D ₃	27.68%	27.13%	26.84%

油率为28.76%。但是该水平组合消耗有机溶剂量多,浸提时间长,得到的蛹油浓度不是很高,且后续的蛹油精制工作量更大,从正交试验的直观分析表中我们发现浸提时间(B)和溶剂用量(C)的均值K₂和K₃很接近,再综合考虑溶剂成本,时间效率,后续加工消耗,工业生产效率等多方面的因素,实验选取A₁B₃C₃D₃组合,浸出温度为38℃,浸出时间为2h,溶剂用量为4ml/g,振荡速率为160r/min。我们在该组合条件下,进行了验证实验,实验结果表明蚕蛹油的出油率为28.17%,且蛹油浓度不低。

3 结论

本研究采用考虑因素间交互作用的正交试验方法对有机溶剂浸提蚕蛹油的浸提工艺条件进行了优化。使用正己烷为浸提溶剂,综合考虑溶剂成本、时间效率、后续加工消耗、工业生产效率等多方面的因素,得到最适合工业化生产的最佳工艺参数为:浸出温度为38℃,浸出时间为2h,溶剂用量为4ml/g,振荡速率为160r/min,该条件下蚕蛹油的出油率达28.17%。

参考文献:

- [1] 魏兆军,姜绍通. 蚕食用化研究进展[J]. 食品科学, 2005, 26(9): 592-596.
- [2] 宋燕青,邓树海,隋志义,等. 蚕蛹药用成分及其提取工艺研究概况[J]. 中国生化药物杂志, 2006, 27(5): 306-309.
- [3] 钱俊青. 蚕蛹的化学成分及其利用[J]. 食品工业, 1997(5): 42-43.
- [4] YANIV Z, SCHAFFERMAN D, SHANMIR I, et al. Cholesterol and triglyceride reduction in rats fed matthiola incana seed oil rich in (n-3) fatty acids[J]. J Agric Food Chem, 1999, 47(2): 637-642.
- [5] 毕艳兰. 油脂化学[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005.
- [6] 杨勇, 阚健全. 浸提法提取蜂蛹油脂的研究[J]. 中国食品添加剂, 2004(3): 19-21.
- [7] 李志东, 张洪林, 王战勇, 等. 柞蚕蛹油的提取研究[J]. 氨基酸和生物资源, 2006, 28(1): 80-82.
- [8] FREDERIC B, EUGENE E, CHRISTIAN A, et al. Enhanced solvent extraction of polar lipids associated with rubber particles from *Hevea brasiliensis*[J]. Phytochemical Analysis Phytochem Anal, 2007, 18: 103-108.
- [9] 闫开明, 刘煜. 黑加仑籽油的提取和精炼工艺技术研究[J]. 中国油脂, 2004(2): 32-34.
- [10] 杨梅琳, 成玉梁, 钱和, 等. 正交试验对蛹油提取工艺的优化[J]. 食品研究与开发, 2006, 27(1): 79-83.