

超临界 CO₂ 从松子仁中萃取 亚麻酸油的工艺研究

李桂玲¹, 郑鸿雁², 昌友权^{1,3,*}, 曲红光³, 马金荣⁴, 马妍⁴, 奚晓伟⁴

(1.吉林工程技术师范学院生物与食品工程系, 吉林 长春 130052; 2.吉林农业大学食品工程学院, 吉林 长春 130118; 3.吉林大学基础医学院药理教研室, 吉林 长春 130021; 4.白城中心医院, 吉林 白城 137000)

摘 要: 探讨超临界 CO₂ 从松子仁中萃取亚麻酸油的萃取压力和温度、精馏柱温度以及萃取时间对亚麻酸油产率的影响, 通过正交实验方案摸索出超临界 CO₂ 从松子仁中萃取亚麻酸油的最佳条件。并与原来通过精榨方法提取的亚麻酸油比较, 表明超临界流体萃取的亚麻酸油收率高, 活性成分保存好。

关键词: 超临界 CO₂ 萃取; 松子仁; 亚麻酸油

The Technical Study on the Supercritical CO₂ Extraction of Linolenic Acid Oil from Pine Nutlet

LI Gui-ling¹, ZHONG Hong-yan², CHANG You-quan^{1,3,*}, QU Hong-guang²

MA Jin-rong⁴, MA Yan⁴, XI Xiao-wei⁴

(1.Jilin Normal Institute of Engineering and Technology, Changchun 130052, China; 2 Jilin Agricultural University, Changchun 130118, China; 3.The Pharmacology of Basic Medical School, Jilin University, Changchun 130021, China; 4.Baicheng Central Hospital of Jilin Province, Baicheng 137000, China)

Abstract: The technical conditions on the supercritical fluid extraction(SFE) of Linolenic acid oil

From were studied, including pressure and temperature of extraction, temperature of rectifying column and extracting time. Though orthogonal experiments, the optimal extracting condition was got. Compared with the method of squeezing, the extracting rate is higher and the active component are better conserved by supercritical fluid extraction(SFE).

Key words: supercritical fluid extraction(SFE); pinenutlet L; inolenic acid oil

中图分类号: TQ028.32

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2005)09-0297-03

松子油取之于自然界红松树种子, 是一种人为和环境污染的较为理想的绿色木本植物油脂在自然界是天然大宗产品, 取之不尽, 有待人们开发广加利用, 其不

但能增加食用油品种, 调节人们食品营养结构, 而且还能提高经济效益, 因此, 松子油开发前景广阔。松子仁中含有丰富的不饱和脂肪酸, 其中亚麻酸含量尤为

收稿日期: 2005-07-01

* 通讯作者

作者简介: 李桂玲(1975-), 女, 讲师, 硕士, 主要从事食品分析研究。

(11): 415-419.

[3] 莫开菊, 谢笔均, 汪兴平, 等. 葛仙米多糖的提取、分离与纯化技术研究[J]. 食品科学, 2004, 25(10): 103-107.

[4] 斯琴巴特, 那生桑, 乌云, 等. 蒙药“哈日毕素”制品的免疫活性实验研究[C]. 中国民族医药杂志 2001 国际

蒙医药学术会议专刊, 191-193.

[5] 李琼芳, 莫海洪, 张穗娟. 广东微量元素科学[J]. 2003, 10(10): 14-17.

[6] 陈鲁生, 刘红景, 王大庆. 氨基酸和生物资源[J]. 1997, 19(4): 41-42.

丰富, 亚麻酸(LNA), 分子式为 $C_{18}H_{30}O_2$, 是人体必需的且具有重要医疗保健作用的不饱和脂肪酸。

传统的精榨工艺提取松子仁中的亚麻酸油, 由于高温对生物活性成分破坏较多。超临界 CO_2 萃取过程是利用超临界 CO_2 流体的溶解能力与其密度的关系, 即利用压力和温度对超临界流体溶解能力的影响而进行的^[1,2]。超临界状态下, CO_2 对不同溶质的溶解能力差别很大, 因而可以有效地提取和分离^[3~5]。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, 萃取无残留等特点, 所以能很好保存生物活性成分。

1 材料及仪器

1.1 材料

松子仁(吉林长白山)。

1.2 装置仪器

分析型超临界流体提取仪(江苏南通华安超临界萃取有限公司); HP6890 / HP5973 气质联用仪(美国惠普仪器公司)。

2 方法与步骤

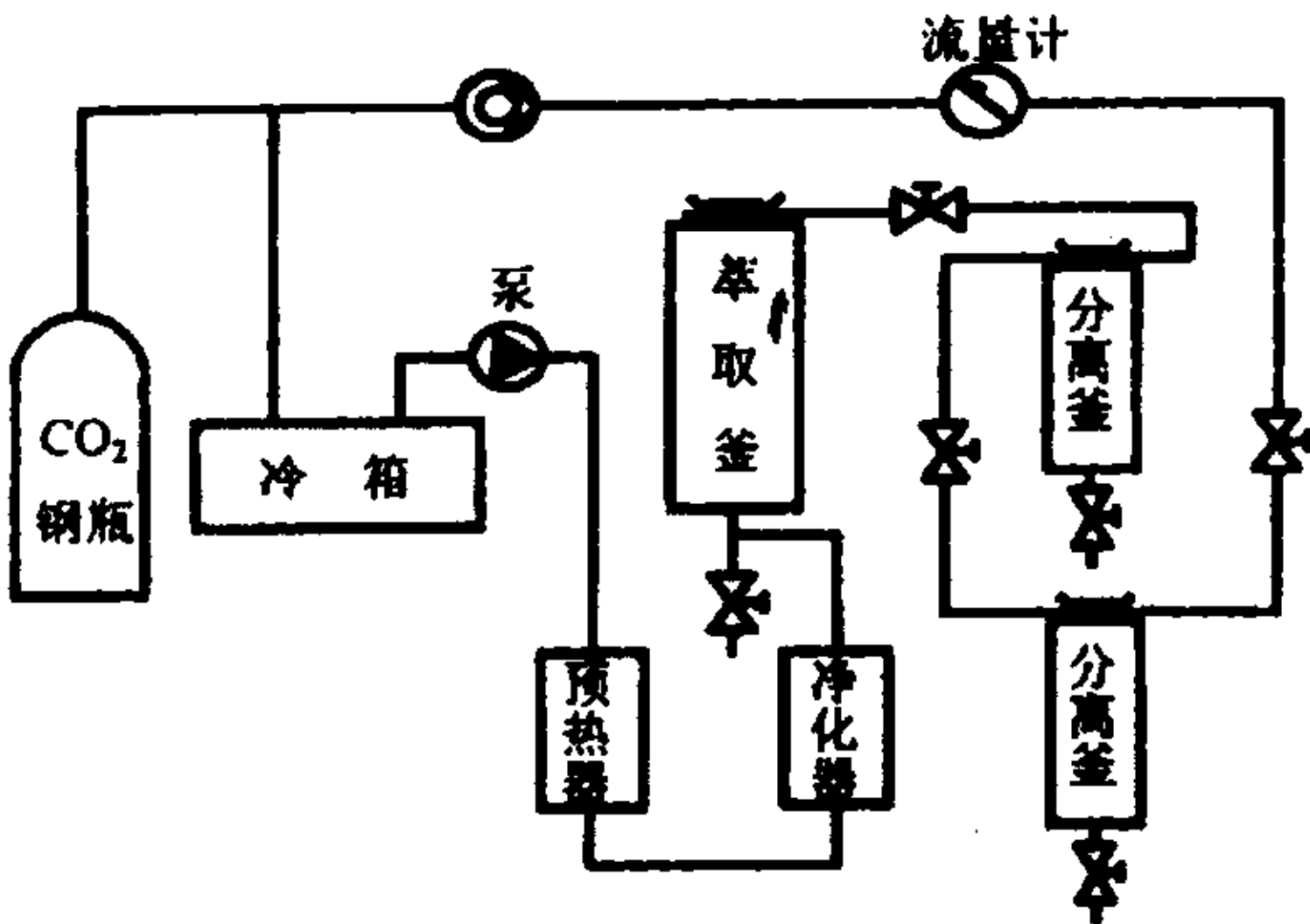
2.1 实验方法

通过几次超临界 CO_2 实验初步获得萃取松子仁中的亚麻酸油的萃取釜压力和温度、精馏柱温度以及萃取时间的初步数据, 在此基础上选定萃取压力 A、萃取温度 B、萃取时间 C、柱温 D 四个因素、确定每个因素的三个水平, 利用 $L_9(3^4)$ 进行正交实验方案设计, 确定采用两升萃取釜进行实验, 萃取分离过程为: 萃取釜→精馏柱→分离 I →分离 II。

表1 SFE-KIWI 体系因素水平表

Table 1 The scheme of SFE-KIWI orthogonal experiment				
水平	萃取温度 A (°C)	萃取压力 B (MPa)	萃取时间 C (min)	柱温 D (°C)
1	35	30	90	30
2	40	35	120	34
3	45	40	150	38

2.2 SFE 实验流程图



3 实验记录数据及处理分析

3.1 SFE 的条件优化

3.1.1 温度的影响

当增加温度时, 一方面流体的传质速率增加, 降低了溶质内聚能有利于待萃取物从基质上脱附, 但是温度的升高流体的密度会相应下降, 导致溶解力下降。实验表明最佳的提取温度是 $40^{\circ}C$ 。

3.1.2 压力的影响

随压力的升高, 松子仁中亚麻酸得率增大, 这是因为随着压力升高, 流体的密度增大, 其对松子仁中亚麻酸的溶解力也增大。压力的最佳值为 $35MPa$ 。

3.1.3 萃取时间的影响^[5,6]

随萃取时间的增大, 松子仁中亚麻酸得率增大, 但超过 1.5h 增加并不非常显著。

3.1.4 柱温的影响

实验表明, 随柱温增大松子仁中亚麻酸增加, 但柱温增加到一定 $34^{\circ}C$ 之后松子仁中亚麻酸提取率有所下降。

3.2 实验原始数据记录

在单因素试验的基础上, 采用四因素三水平的正交设计方案, 在 9 种不同的工艺条件下提取玉米黄色素, 分别测定其提取率。结果见表 1, 对试验数据的分析结果见表 2。

试验采用直观分析法, 对各因素的 K、k 及 R(极差)值的大小进行有关的分析。根据正交试验结果分

表2 萃取温度、压力、时间、柱温对松子仁中亚麻酸提取率的影响结果

Table 2 The influence of extraction temperature, pressure, time, oven-temperature to the extract rate of pine nutlet					
实验号	A 温度 (°C)	B 压力 (MPa)	C 时间 (min)	D 柱温 (°C)	指标 提取率 (%)*
1	35	30	90	30	32.6
2	35	35	120	34	28.7
3	35	40	150	38	26.7
4	40	30	150	38	25.9
5	40	35	90	34	34.6
6	40	40	120	34	32.5
7	45	30	120	38	28.6
8	45	35	150	30	28.4
9	45	40	90	30	33.4
K_1	88	87.1	93.5	100.6	$T=271.4$
K_2	93	91.7	88	89.8	
K_3	90.4	92.6	89.9	81	$\bar{Y}=7.99$
k_1	29.33	29.03	31.17	33.53	
k_2	31	30.57	29.33	29.93	
k_3	30.13	30.87	29.97	27	
R	1.67	1.83	0.63	2.93	

* 提取率(%): 取同样处理 600g 粉碎后的松子仁, 重复三次得其平均值。

表3 正交试验设计结果分析

Table 3 The results analysis of orthogonal experiment

方差来源	平方和Q	自由度f	均方和V	Fe 值	显著性	贡献率G(%)
A	4.17	2	2.08	41.69	*	5.1
B	5.80	2	2.90	58.02	*	7.2
C	5.20	2	2.60	52.02	*	6.4
D	64.25	2	32.12	642.49	**	80.7
误差	0.1	2	0.05			0.6
总和	79.52	10				
临界值	F _{0.05} (2,2)= 19.00		F _{0.01} (2,2)= 99.00			

析,可以得到如下结果:极差R由大到小的顺序是D>B>A>C,极差值越大,反映该因素对指标值的影响越大,说明在萃取过程中影响松子仁中亚麻酸萃取的主要因素是柱温,其次是萃取压力、萃取温度,最后为萃取时间。

从方差分析结果看出,柱温对松子仁中亚麻酸提取率影响非常显著,萃取压力、萃取温度、萃取时间对松子仁中亚麻酸提取率影响显著。选择A₂B₂C₁D₂为最佳方案。即用超临界CO₂萃取松子仁中亚麻酸的最优萃取条件是:萃取温度40℃、萃取压力35MPa、萃取时间90min、柱温34℃。

3.3 与精榨法比较

精榨提取法的得率21.4%。结果表明:超临界CO₂萃取物无溶剂残留色泽好,其提取物得率34.6%,比精榨提取法的得率21.4%高13.2%。

4 萃取物分析^[6,7]

采用HP6890/HP5973气质联用仪,HP—ultra α毛细管柱,30:1分流进样,进样量1μl,进样口温度240℃,电子能量70eV,离子源温度230℃,四级杆温度150℃,倍增器电压1635V,载气(He)28.8ml/min。

结果表明,萃取物中不饱和脂肪酸含量高达84.8%,其中亚麻酸含量尤为丰富,达34.6%。

5 讨 论

超临界CO₂萃取法萃取吉林长白山松子仁中亚麻酸

油,萃取得率比精榨要高;而且超临界CO₂流体萃取操作温度低,可大量保存热不稳定及易氧化物,保持天然有效成分;由于超临界CO₂流体萃取法采用CO₂为萃取介质,系统密闭、安全、无毒,不存在溶剂残留问题,提取分离一次完成且能保证萃取的亚麻酸油的品质,是一种很好的提取新工艺。

6 结 论

6.1 利用超临界CO₂从松子仁中提取亚麻酸油工艺条件是:萃取温度40℃、萃取压力35MPa、萃取时间90min、柱温34℃。

6.2 超临界CO₂萃取物无溶剂残留色泽好,其提取物得率34.6%,比精榨提取法的得率21.4%高13.2%。

6.3 采用HP6890/HP5973气质联用仪分析结果表明,萃取物中不饱和脂肪酸含量高达84.8%,其中亚麻酸含量尤为丰富,达34.6%。松子仁油是营养价值极高的保健油。

参考文献:

[1] 周瑞美,等.超临界二氧化碳萃取姜油的初步研究[J].福州大学学报(自然科学版),1994,22(3):100-102.

[2] 胡卫军,胡绍海.超临界CO₂萃取去除蛋黄粉中胆固醇和甘油三酯的研究[J].生命科学研究,2001,5(2):186-188.

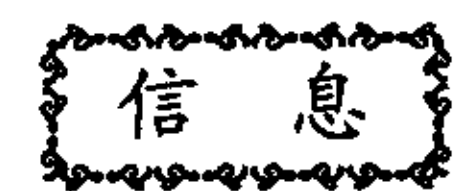
[3] 郭振德,等.超临界CO₂萃取姜油的组成研究[J].色谱,1995,13(3):156-158.

[4] 梁洁,等.超临界CO₂萃取食用姜油的研究.广州食品工业科技,16(1):23.

[5] 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.

[6] Guo-Tang Liu, kunio Nagahama.Solubility and RESS experiments of solid solution in supercritical carbon dioxide[J]. Journal of Chemical Engineering of Japan,1997, 30(2): 293-301.

[7] Tepper Gary,Natalia levit. Polymer deposition from supercritical solution for sensing applications[J]. Ind Eng CHEM Res, 2000, 39(12):4445-4449.



日本研制出陶瓷保鲜袋

日本一家公司研制出一种具有远红外线效果的蔬果保鲜袋,主要在袋的内侧涂上一层极薄的陶瓷物质通过陶瓷所释放出来的红外线就能与蔬果中所含的水分发生强烈的"共振"运动,从而促使蔬果得到保鲜作用。