

- 设备 CA 1. 243. 889.
- 2 Spiro M et al. The kinetics and equilibria of tea infusion (1) Analysis and Partition constants of theaflavins, thearubigins and caffeine in koonsong Broken Pokve. J. Sci. Food Agric. 1981, (32): 1027~32.
- 3 Spiro M et al. kinetics and equilibria of tea infusion. Part 3. Rotating-disc experiments interpreted by a steady-state model. J. Chem Soc Faraday Trans 1982, (1, 78): 295~305.
- 4 Price W. E et al. Kinetics and equilibria of tea infusion (4). Theaflavin and caffeine concentrations and partition constants in several whole teas and sieved fraction. J. Sci. Food Agric. 1985, (36): 1303~1308.

超临界二氧化碳提取小麦胚芽油的工艺研究

刘崇义 钟 民 沈忠耀 清华大学化工系 100084

摘 要 研究了用超临界二氧化碳流体从小麦胚芽中提取油品的工艺,探索了操作压力、温度、流量及时间对小麦胚芽油的萃取率的影响。结果表明:此工艺在技术上是可行的;压力和温度是影响萃取能力的主要因素;通过此方法提取的小麦胚芽油中亚油酸含量十分丰富。

Abstract A technology for isolation of wheat plumule oil with carbon dioxide as a solvent was described. The principle of the technique using supercritical CO₂ fluid as a solvent is to change the solubility of solutes in liquid CO₂ at the critical point of CO₂. The experimental result showed that in case of careful selecting of proper conditions, content of unsaturated fatty acids in wheat plumule oil reached about 80%.

Key Words Supercritical CO₂ Wheat plumule Unsaturated oil

1 引言

超临界流体萃取是一种正处于工业开发阶段的新型化工分离过程。它利用超临界流体作为萃取剂从液体或固体物料中萃取出某种高沸点成分,以达到分离和提纯的目的。由于在实际应用中,作为溶剂的流体必须处于高压或高密度下,以具有足够大的萃取能力,因此又称为稠密气体萃取。

超临界二氧化碳流体具有溶解许多物质的能力,并且工艺简单,能耗低,萃取剂无毒等优点。近年来此技术的应用研究已涉及了工业的许多方面,已在三项大规模生产中获得应用。(1)从石油残渣油中回收油品;(2)从咖啡中提取咖啡因;(3)从啤酒花中提取有效成分。

2 实验

实验采用从瑞士 NOVA 公司引进的一套

200 ml 超临界流体萃取高压装置(流程见图1)。最高萃取温度为 70℃,最高萃取压力为 130 MPa,萃取柱容积为 200 ml。实验设备主要分为高压流体萃取管路和水加热管路两部分:

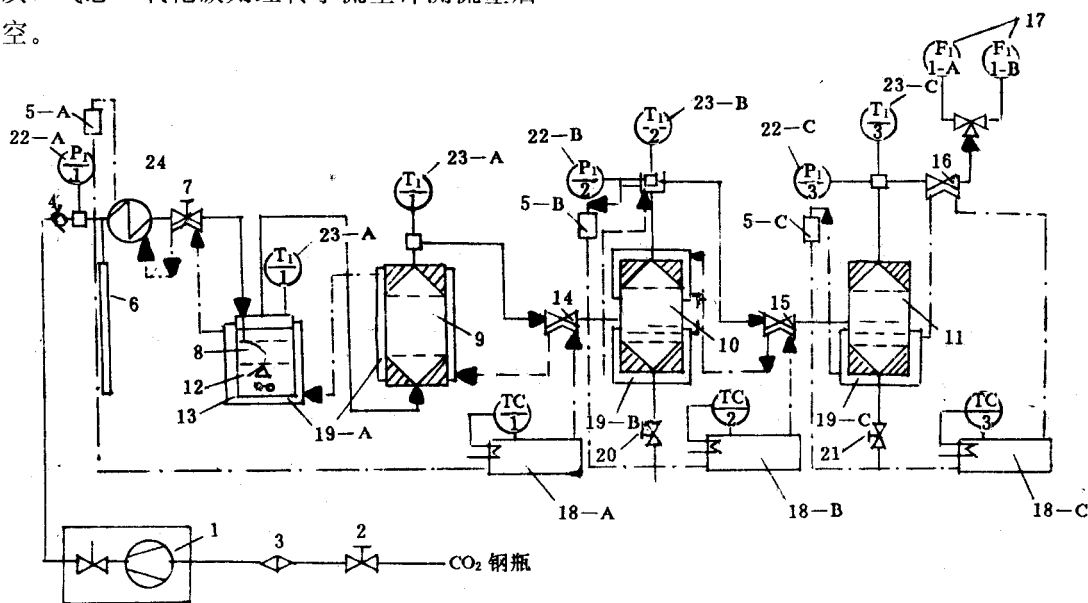
(a)高压流体萃取管路:主要由膜压机、过滤器、缓冲管、萃取柱(包括液体和固体萃取柱)、分离柱、收集柱组成。萃取柱、分离柱及收集柱的温度和压力分别由热电偶和压力传感器测定,通过数字显示器读出,温度波动不得大于 4℃,压力波动不得大于 1 MPa。

(b)水加热管路:整个流程分别以萃取柱、分离柱、收集柱为核心配有 3 套独立的水循环加热系统。每套系统均由水加热循环调节器、高位水槽和相应的管路组成。设计精巧,温度调节灵敏,不仅柱外有套加热,而且在柱与柱之间的调节阀和柱顶的换向节外都有加热循环水流过,以保持超临界二氧化碳的温度。

实验时,钢瓶中的二氧化碳经过滤器过滤

后由膜压机加压到所需压力, 经过有水套加热的缓冲管由底部进入萃取柱进行萃取, 然后溶有溶质的二氧化碳经调节阀由中部进入分离柱进行分离, 分离产物由分离柱底部的截止阀放出, 其余部分进入收集柱进一步分离出剩下的溶质, 气态二氧化碳则经转子流量计测流量后放空。

实验所用的小麦胚芽由沈阳粮食局提供。所用的二氧化碳为北京酒精厂出品, 纯度为 99.5%。产物由感量为 0.0001g 的天平称重, 并用日本岛津公司的 CTC-9A 气相色谱仪进行成分分析。



1-膜压机 2、20、21-截止阀 3-过滤器 4-控制阀 5-A、B、C-水位槽 6-缓冲管
8-液体萃取柱 9-固体萃取柱 10-分离柱 11-收集柱 12-气体分布器 13-磁搅拌
7、14、15、16-调节阀 17-转子流量计 18-A、B、C-温度控制仪 19-A、B、C-水浴套
22-A、B、C-压力传感器 23-A、B、C-热电偶 24-预热器

图1 NOVA 超临界萃取装置

为检验实验结果的可靠性, 曾对全系统小麦胚芽物料量进行了衡算, 其相对误差在 1% 以下。

3 结果及讨论

3.1 萃取时间对萃取率的影响

图 2 是萃取温度为 35℃, 萃取流量为 1.2 L/min 时, 不同压力下萃取率随时间变化的关系图。

从图中可以看到, 随着时间的增加, 萃取率也在增加。并伴随时间的延长, 曲线的斜率越来越小, 到 8 h, 已近乎为零。说明此时萃取率已达到极限, 再继续延长时间已无多少收益。

3.2 萃取流量对萃取率的影响

流量的变化对萃取能力主要有两方面的影响。首先, 由于流量的增加, 超临界流体在萃取柱中的停留时间相应减少, 所以不利于萃取率的提高。但另一方面, 随着流量的增加, 超临界流体通过料层的速度加快, 因而与料的接触搅拌作用相对增强, 传质系数和传质面积都相应增大, 从而提高了传质速率, 使之能较快地达到平衡溶解度, 提高萃取能力。

图 3 是萃取温度为 35℃, 萃取时间为 4 h 时, 不同压力下萃取率与流量之间的关系。可以看到随着流量的增加, 萃取率有所提高, 但到 3L/min 时, 萃取率已基本保持不变。这说明

流量对萃取率两方面的作用已接近平衡状态, 可认为此点的流量为最佳流量。

解度下降。但同时, 分子热运动加快, 分子间碰撞机率增加, 缔合的机会增加, 从而使溶解度上升。

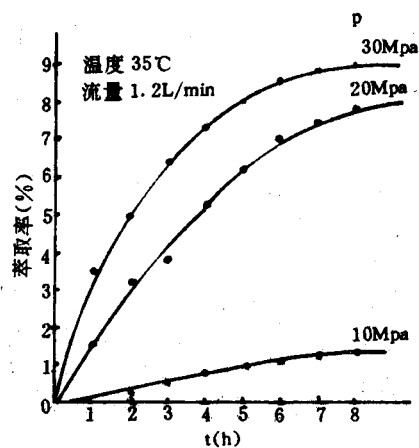


图2 萃取率与时间的关系

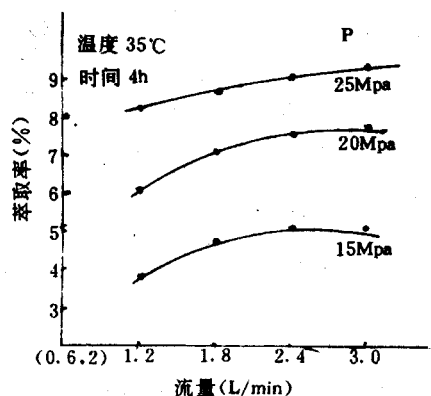


图3 萃取率与流量的关系

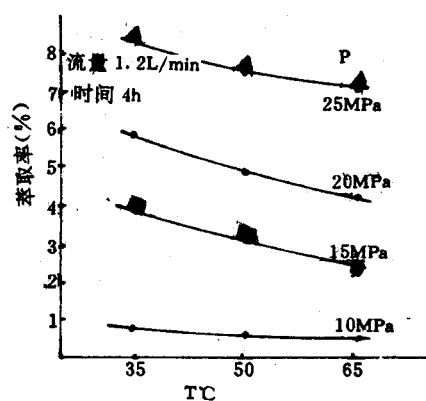


图4 萃取率与温度的关系

3.3 萃取温度对萃取率的影响

当萃取温度升高时, 作为萃取剂的二氧化碳分子间距增大, 分子间作用力减小, 使得溶

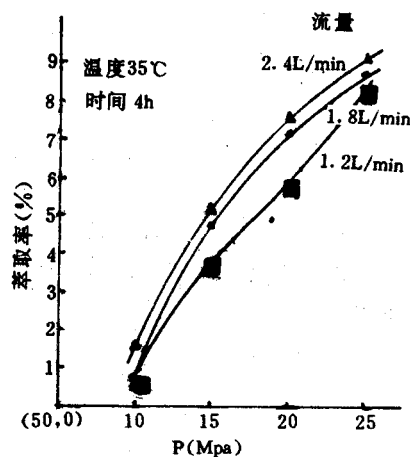


图5 萃取率与压力的关系

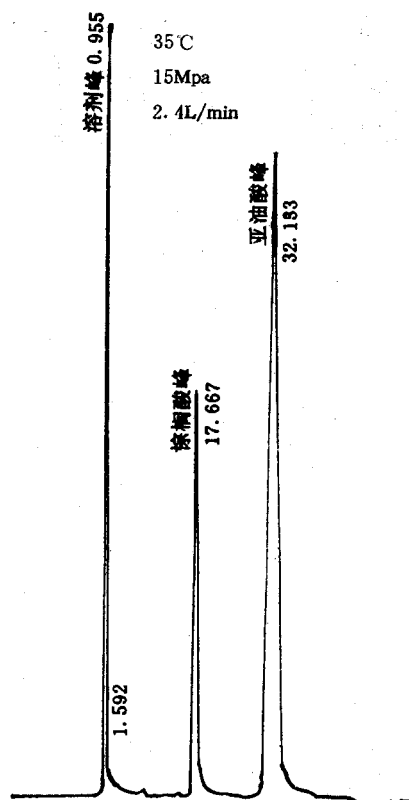


图6 小麦胚芽油的气相色谱分析

图4是二氧化碳流量为1.2 L/min, 萃取时间为4 h时, 不同压力下萃取率随温度变化的

关系。从图中可看到萃取率随温度的上升而下降。这主要是因为,在本实验中二氧化碳的密度较低,分子间的距离较大,与溶质分子的缔合作用较弱,致使因温度升高造成的分子间作用力减小起了主导作用。由此可见,萃取温度越接近临界温度(二氧化碳的临界温度为 31.1°C),萃取率越高。

3.4 萃取压对萃取率的影响

图5是萃取温度为 35°C ,萃取时间为4h,不同二氧化碳流量下萃取率随压力变化的关系。由图可见,随着萃取压力的升高,萃取率上升很快,因此可以认为萃取压力是超临界萃取过程中最为活跃最重要的一个操作参数。但必须注意,不能为了提高产率而无限地升高压力。在工业生产中对压力限制较大,往往升高10MPa,设备投资便要成倍地增加,因而在选定萃取压力之前,必须做全面的经济衡算。

3.5 分析结果

图6为小麦胚芽油的气相色谱分析。由图可见,小麦胚芽油中亚油酸含量较高,一般可达80%,是一种很有发展前途的健康食用油。

4 结论

4.1 用超临界三氧化碳提取小麦胚芽油的方法在工业上是可行的。

4.2 萃取压力、萃取温度、二氧化碳流量是该工艺方法的重要工艺参数,这些参数变化后,一定时间内的萃取率将发生变化。

4.3 通过实验,摸索出以下最佳工艺条件:

萃取压力: 20 MPa

萃取温度: 35°C

二氧化碳流量: 4 L/min

4.4 为使小麦胚芽油的超临界萃取工艺工业化,进一步做放大实验及摸索工艺流程和设备是必要的。

《食品文摘》征订通知

《食品文摘》创刊于1983年,是国内唯一的食品专业综合性检索刊物。由全国食品科技情报中心站和北京市食品研究所主办,《食品文摘》编辑部编辑出版。

本刊自1994年起,摘录刊物以国内食品科技期刊及相关学科的科技期刊为主,以方便食品科技工作者查索中国有关文献。真可谓一刊在手,纵览国内百刊。

《食品文摘》为16开本,48页,全年6期双月出刊,全年订费30元(含邮资)。需要者请直接与本刊编辑部联系。

地 址: 北京东总布胡同弘通巷3号

邮 编: 100005

电 话: 5122768

联系人: 杨爱光