

超临界 CO₂ 流体萃取大扁杏杏仁油工艺研究

李新华, 李晓娜

(沈阳农业大学食品学院, 辽宁 沈阳 110161)

摘 要: 利用超临界 CO₂ 流体萃取技术从大扁杏杏仁中提取杏仁油。确定了超临界 CO₂ 流体萃取杏仁油的最佳工艺参数为: 萃取压力 30MPa, 萃取温度 50℃, 粒径 40 目, 萃取时间 2.5h。此条件下杏仁油得率为 49.85%。各因素对大扁杏杏仁油得率的影响次序为: 萃取压力>萃取时间>萃取温度>粒径。

关键词: 大扁杏; 杏仁油; 超临界 CO₂ 萃取

Supercritical Carbon Dioxide Extraction of Almond Oil

LI Xin-hua, LI Xiao-na

(College of Food Science, Shenyang Agricultural University, Shenyang 110161, China)

Abstract: Single factor combined with orthogonal test design was applied to optimize extraction technology of oil from crushed almond seeds with supercritical CO₂. Range analysis for results of orthogonal test showed that effects of four key factors on extraction yield of almond oil declined in the following order: extraction pressure > extraction duration > extraction temperature > particle size of almond seed powder; the optimum extraction pressure, temperature and duration, and particle size of almond seed powder were 30 MPa, 50 °C, 2.5 h, and 40 mesh, respectively. Under this condition, the extraction yield of almond oil was 49.85%.

Key words: apricot; almond oil; supercritical CO₂ extraction

中图分类号: TS255.36

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2009)12-0078-04

大扁杏为蔷薇科杏属植物, 是龙王帽、一窝蜂等优良甜仁杏的总称。因这些品种的果、棱呈扁圆形, 仁肥而扁平, 故统称“大扁杏”。大扁杏适应性较强, 能生长在其他树种不易生长的荒山、丘陵上, 具有耐旱、耐寒、耐瘠薄、耐高温等特点^[1-2]。大扁杏是优良的本木油料树种, 其杏仁出油率可达 50%~60%。杏仁油含有丰富的不饱和脂肪酸, 其中亚油酸、亚麻酸等是人体自身不能合成的必须脂肪酸, 可降低血管张力。杏仁油还具有很强的降脂作用, 有预防和治疗动脉硬化的功效, 是一种功能性食用植物油。杏仁油不但是优良的食用油, 而且也是重要的工业用油, 可作为护肤化妆品原料、精密仪器的润滑油、医药用油、高级涂料、高级塑料溶剂的原料等^[3]。因此, 杏仁油具有广阔的发展前景。

目前, 工业上生产杏仁油多采用溶剂浸出法, 压榨法^[4]。生产出的杏仁油杂质多, 颜色深, 且蛋白质变性严重, 不利于进一步的加工利用。超临界 CO₂ 流体萃取技术具有操作温度低、溶解能力强、无毒、无污染、无溶剂残留及产品易分离等优点, 克服了压榨法在提取过程中蛋白质变性严重及溶剂提取法在分离过

程中, 需蒸馏加热, 油脂易氧化、酸败等缺点^[5-8]。超临界 CO₂ 流体萃取技术在开发高附加值的油脂工业具有广阔的应用前景^[9-11]。本实验以采用超临界法提取杏仁油, 对其工艺进行研究, 以期开发高附加值的杏仁油产品提供一定技术理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料

大扁杏杏仁(含油率 54.6%)产于阜新; 二氧化碳(纯度 99.9%) 沈阳气体制造厂。

1.2 仪器与设备

HA121-50-02型超临界流体萃取设备 江苏南通华安超临界萃取有限公司; D200-2 电子天平 沈阳龙腾电子称量仪器有限公司; DFT-100 中药粉碎机 温岭市大德中药机械有限公司。

1.3 方法

1.3.1 工艺流程

杏仁→去皮→粉碎→过筛→称重→装萃取柱、密封→升温、升压至萃取条件→超临界 CO₂ 流体萃取→降压分离→杏仁油

收稿日期: 2008-09-10

作者简介: 李新华(1955-), 男, 教授, 博士, 研究方向为粮油深加工与转化。E-mail: lixh.syau@163.com

$$\text{杏仁油得率(\%)} = \frac{\text{提取出杏仁油的质量}}{\text{油料质量}} \times 100$$

1.3.2 实验设计

试验选择萃取压力(A)、萃取温度(B)、萃取时间(C)、及粒径(D)作为影响因素,在压力30MPa,萃取温度45℃,粒径20目,时间2h,CO₂流量15L/h,杏仁粉200g,分离温度35℃条件下,每次改变一个影响因素,进行单因素试验,根据单因素试验结果确定正交试验各水平,进行三因素四水平的正交试验。

2 结果与分析

2.1 单因素试验结果

2.1.1 萃取压力对杏仁油得率的影响

压力是超临界流体萃取中最为重要的操作参数,是影响被萃取物在流体中溶解度的主要因素,它直接影响着萃取效率,在CO₂流体的临界压力附近,化合物在超临界CO₂流体溶解度参数的增加可达到两个数量级以上。因此,确定最佳的压力参数是非常必要的^[9]。

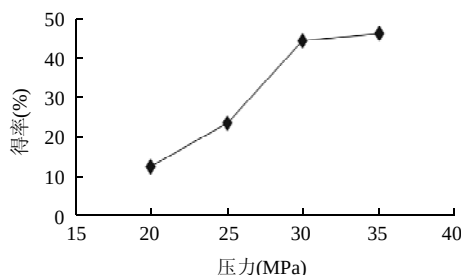


图1 压力对杏仁油得率的影响

Fig.1 Effects of extraction pressure on yield of almond oil

由图1可以看出,萃取压力对杏仁油得率有较大的影响。随着萃取压力的增加,杏仁油的得率增加,在萃取压力为20MPa时,杏仁油的得率为12.17%,当压力为35MPa时,杏仁油得率为46.22%。在30~35MPa时,杏仁油的得率增加缓慢。这是因为随着压力的升高,超临界CO₂的密度增加,其溶解能力也随着增加。当压力增大到一定程度时,杏仁油在CO₂中的溶解度增加缓慢。当达到一定压力后,要求设备有较好的耐压能力和密封性,因此在杏仁油得率变化不大的情况下,生产成本增加明显,所以在萃取压力到达一定程度后,便不再以增加压力的方法提高杏仁油的得率,以最佳萃取压力30MPa为宜。

2.1.2 萃取温度对杏仁油得率的影响

萃取温度是超临界CO₂流体萃取过程中另一个重要的影响因素。与压力相比,杏仁油的得率并不随着萃

取温度的升高而增加。萃取温度对杏仁油得率的影响主要分两个方面:一方面,由于温度的升高导致溶质热运动加快,蒸汽压上升,由于超临界CO₂萃取和其他萃取过程一样也是一个传质过程,故溶质蒸汽压的升高必然会导致得率的提高;另一方面,由于温度的升高,引起溶剂CO₂的密度变小,而密度的大小决定其对溶质的溶解能力,故温度的升高同时又使溶解能力下降。因此,升温有可能造成萃取物得率增加、不变或降低,它决定于升温所降低的CO₂密度与增加的扩散系数两种竞争效应相持的结果。

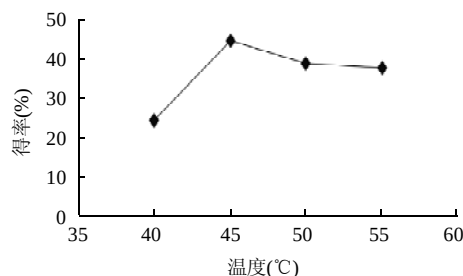


图2 温度对杏仁油得率的影响

Fig.2 Effects of extraction temperature on yield of almond oil

由图2可以看出,在萃取温度为40~45℃时,杏仁油的得率随着萃取温度的升高而增加,萃取温度为40℃时,杏仁油的得率仅为24.62%,当萃取温度为45℃时,杏仁油的得率为44.61%。萃取温度在45~55℃之间时,杏仁油的得率随着萃取温度的升高而降低。萃取温度为55℃时,杏仁油的得率为37.57%。这是由于温度有利于扩散过程的进行,使得杏仁油的得率增加,但超临界CO₂具有可压缩性,升温使超临界CO₂密度急剧下降,虽然温度升高可提高杏仁油的挥发度和扩散系数,但难以补偿CO₂密度降低所造成的溶解能力下降,萃取物在CO₂流体中的溶解度下降,杏仁油的得率降低。因此,最佳的萃取温度为45℃。

2.1.3 原料粒径对杏仁油得率的影响

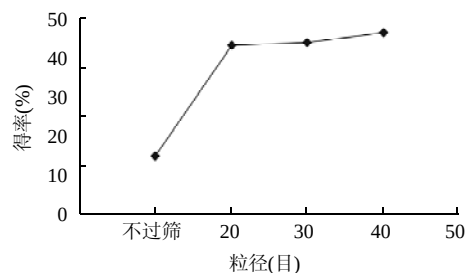


图3 粒径对杏仁油得率的影响

Fig.3 Effects of diameter of almond particle on extraction rate of almond oil

原料的粉碎程度也是影响萃取效率的因素之一,由图3可以看出,杏仁油的得率随着粉碎程度的增大而增加。在不过筛的条件下,杏仁油的得率仅为21.88%,在粒径为20目时,杏仁油的得率为44.61%。此后,随着粒径的减小,杏仁油的得率增加并不明显,在粒径为40目时,杏仁油的得率为47.02%,仅比20目增加了2.42%。这是因为随着颗粒的减小,物料的比表面积增加,有效的提高了与CO₂流体的接触面积,有利于CO₂流体进入物料内部,提高了杏仁油的得率。但粒径过小会形成高密度的床层,使CO₂流体流动通道阻塞,影响传质效率,降低杏仁油的得率。且减小粒径会增加生产成本,因此,最佳的粒径为20目。

2.1.4 萃取时间对杏仁油得率的影响

萃取时间是与原料的含油率、提取压力和温度以及产品成本有很大关系的参数^[9]。

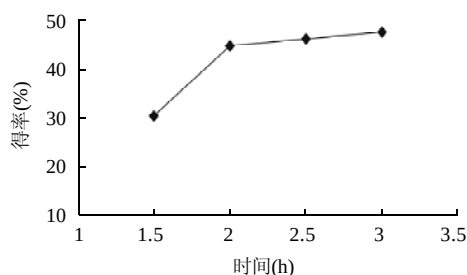


图4 萃取时间对杏仁油得率的影响

Fig.4 Effects of particle size of almond seed powder on extraction yield of almond oil

由图4可以看出,随着萃取时间的延长,杏仁油的得率也随之增加。在萃取时间为1.5h时,杏仁油得率为30.46%。在萃取时间为2~3h时,随着时间的延长,杏仁油得率增加幅度明显降低,仅由44.61%增长到47.53%,因此为节约能源,降低生产成本,以萃取时间为2h最佳。

2.2 正交试验结果

为了考察多因素的综合效应,得到超临界CO₂流体萃取杏仁油的最佳工艺参数,在单因素的基础上选择萃取压力、萃取温度、粒径及萃取时间作为影响因素进行正交试验。由于35MPa是仪器的保护压力,为了保护仪器,所以萃取压力只能选取20、25、30MPa三个水平。萃取温度在31.1℃是临界值,高于此温度才是超临界状态,50℃是萃取常用的较高温度,所以选择40、45、50℃三个水平。由于杏仁含油量较大,过度粉碎会造成粉末过黏,不利于筛分。所以实验只选取了20、30、40目三个水平。延长萃取时间。会增加生产成本,所以选择萃取时间的最大值为2.5h。试验因素水平表如表1所示,统计分析结果如表2所示,方差分析结果如

表3所示。

表1 超临界CO₂萃取杏仁油正交试验因素水平表

Table 1 Factors and levels of orthogonal test for optimizing supercritical CO₂ extraction of almond oil

水平	A 压力(MPa)	B 温度(℃)	C 粒径(目)	D 时间(h)
1	20	40	20	1.5
2	25	45	30	2
3	30	50	40	2.5

表2 正交试验结果及极差分析表

Table 2 Results of orthogonal test and range analysis

因素	A	B	C	D	得率(%)
1	1	1	1	1	12.72
2	1	2	2	2	14.24
3	1	3	3	3	25.66
4	2	1	2	3	30.68
5	2	2	3	1	21.73
6	2	3	1	2	27.22
7	3	1	3	2	47.02
8	3	2	1	3	48.77
9	3	3	2	1	45.44
k ₁	17.540	30.140	29.570	26.630	
k ₂	26.543	28.247	30.120	29.493	
k ₃	47.077	32.773	31.470	35.037	
R	29.537	4.526	1.900	8.407	

表3 正交试验方差分析表

Table 3 Analysis of variance for results of orthogonal test

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	显著性
A	1375.092	2	687.546	239.772	**
B	31.010	2	15.505	5.407	
C	5.735	2	2.868		
D	109.599	2	54.800	19.111	*
误差	5.735	2	2.868		

由正交试验结果分析表可以看出,萃取压力: $k_3 > k_2 > k_1$, 萃取温度: $k_3 > k_1 > k_2$, 粒径: $k_3 > k_2 > k_1$, 萃取时间: $k_3 > k_2 > k_1$ 。因此,超临界CO₂流体萃取杏仁油的最佳工艺参数为: A₃B₃C₃D₃, 即萃取压力为30MPa、萃取温度50℃、粒径40目、萃取时间2.5h。萃取压力、萃取温度、粒径及萃取时间的极差分别为: 29.537、4.526、1.900、8.407, 表明压力对杏仁油的影响最大,各因素对杏仁油得率的影响次序为: 萃取压力>萃取时间>萃取温度>粒径。由正交试验方差分析表可以看出,压力是极显著的影响因素,萃取时间是显著的影响因素。

2.3 验证实验

在萃取压力为30MPa,萃取温度50℃,粒径40目,萃取时间2.5h的条件下,杏仁油的得率为49.85%。

3 结 论

本实验对影响杏仁油得率的萃取压力、萃取温度、萃取时间、粒径进行了研究,研究表明,粒径对杏仁油得率的影响较小,萃取压力的影响较大,是极显著的影响因素。最佳的工艺参数为:萃取压力 30 MPa,萃取温度 50℃,粒径 40 目,萃取时间 2.5 h。在此条件下,杏仁油的得率为 49.85%。各因素对杏仁油得率的影响次序为:萃取压力>萃取时间>萃取温度>粒径。生产出的杏仁油无杂质,淡黄色,透明度好。

参考文献:

- [1] 赵锋,刘威生,刘宁. 扁杏生产加工现状及建议[J]. 中国农业信息, 2004(5): 9-10.
- [2] 赵刚. 优良的本本油料树种: 大扁杏[J]. 中国林副特产, 2004(8): 25.
- [3] 张华,于淼. 仁用杏发展及综合利用现状与潜力[J]. 辽宁农业科学, 2005(6): 40-42.
- [4] 赵云霞,王建中. 不同方法制取山杏仁油的实验研究[J]. 食品工业科技, 2006, 27(6): 59-63.
- [5] 李科友,史清华. 超临界 CO₂ 萃取杏仁油的研究[J]. 西北林学院学报, 2001, 16(1): 56-58.
- [6] 张惠敏,关东胜. 超临界 CO₂ 法萃取杏仁油的研究[J]. 中国粮油学报, 2001(2): 17-19.
- [7] 刘钊,何日光. 超临界 CO₂ 法萃取杏仁油的研究[J]. 安徽农业科学, 2006, 34(6): 47.
- [8] 马玉花,赵忠,李科友,等. 超临界 CO₂ 法萃取杏仁油工艺研究[J]. 安徽工程学报, 2007(4): 272-275.
- [9] 朱明,姚茂君. 食品工业分离技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 17-19.
- [10] 张德权,胡晓丹. 食品超临界 CO₂ 流体加工技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 21-24.
- [11] MARRONE C, POLETTI M, REVERCHON E, et al. Almond oil extraction by supercritical CO₂: experiments and modelling[J]. Chemical Engineering Science, 1998, 53(21): 3711-3718.