

棉籽油脱臭馏出物中生育酚的分子蒸馏工艺研究

李玲¹, 张琴², 代斌^{3*}

(1. 新疆医科大学药学院, 新疆乌鲁木齐 830011; 2. 乌鲁木齐职业大学, 新疆乌鲁木齐 830002; 3. 石河子大学, 新疆石河子 832003)

摘要 [目的]优化棉籽油脱臭馏出物中生育酚的分子蒸馏工艺。[方法]以棉籽油脱臭馏出物为原料,分别按单因素试验和正交试验设定参数进行分子蒸馏,分别对压强、蒸发面温度、进料速度、刮膜转速等操作参数进行考察。[结果]经过单因素试验和正交试验的分析得出:在压强为2.0 Pa,蒸发面温度为95℃,进料速度为0.5滴/s,刮膜转速为300 r/min的条件下,生育酚纯度和蒸馏效率均达到最优,其生育酚含量为31.5%、重组分与轻组分之比(R)为0.25。[结论]该研究为新疆棉籽油脱臭馏出物附加值的提升提供理论和实践依据。

关键词 棉籽油;脱臭馏出物;生育酚;分子蒸馏;工艺优化
中图分类号 TS201.1 **文献标识码** A **文章编号** 0517-6611(2017)12-0103-03

Study on the Molecular Distillation Technology of Tocopherol from Cotton Seed Oil Deodorizer Distillate
LI Ling¹, ZHANG Qin², DAI Bin^{3*} (1. College of Pharmacy, Xinjiang Medical University, Urumqi, Xinjiang 830011; 2. Urumqi Vocational University, Urumqi, Xinjiang 830002; 3. Shihezi University, Shihezi, Xinjiang 832003)

Abstract [Objective] The research aimed to optimize the molecular distillation technology of tocopherol from cotton seed oil deodorizer distillate. [Method] With cotton seed oil deodorization distillate as raw material, the parameters of molecular distillation was set by the single factor test and orthogonal test, the operating parameters such as pressure, evaporation surface temperature, feeding speed and scraped film speed were investigated. [Result] After the single factor test and orthogonal test, the optimal conditions were as follows: the pressure was 2.0 Pa, the evaporation surface temperature was 95℃, the feeding speed was 0.5 drops/s, the scraped film speed was 300 r/min. Under these conditions, the purity and distillation efficiency of tocopherols were the best, the tocopherol content was 31.5%, the ratio of the heavy constituents and the light constituents was 0.25. [Conclusion] The study provides the theoretical and practical basis for the improvement of the added value of cotton seed oil deodorizer distillate in Xinjiang.

Key words Cotton seed oil; Deodorizer distillate; Tocopherol; Molecular distillation; Technology optimization

新疆是我国重要的棉花生产基地之一,棉籽油生产加工过程中产生大量的脱臭馏出物,其中天然维生素E的含量平均可达500~650 mg/kg,天然维生素E被广泛应用于医药、化妆品中,已有许多证据表明,维生素E在多种癌症的预防和治疗方面具有积极的意义^[1-2]。天然维生素E的沸点为200℃,而棉籽油精炼过程中的脱臭环节在200~260℃的高温下进行,高温损失的天然维生素E大部分进入了脱臭馏出物中。因此,棉籽油脱臭馏出物是提取天然维生素E的理想原料来源。笔者以棉籽油脱臭馏出物为原料,采用分子蒸馏技术进行天然维生素E提取工艺的研究及优化,以期新疆棉籽油脱臭馏出物附加值的提升提供理论和实践依据。

1 材料与方法

1.1 仪器 MDS-80分子蒸馏装置主要包括:进料系统、分子蒸发器、真空系统、加热系统、冷却系统和控制系统。分子蒸馏设备的操作参数:进料量20~2000 g;系统压力0.1~2000.0 Pa;蒸发面与冷凝面间距16 mm;刮膜器转速150~250 r/min;蒸发面温度100~250℃;冷凝面温度0~95℃;预热温度为室温~90℃。

1.2 原料 原料初步浓缩液由石河子大学生物化工实验室配制。

1.3 试验步骤 将原料浓缩液分别按单因素试验和正交试

验设定参数进行分子蒸馏,得到重组分与轻组分。蒸馏效率需衡量产品的纯度和收率,产品的纯度用重组分中生育酚的含量表示,产品的收率用重组分与轻组分的比(R)表示^[3-7]。

1.3.1 单因素试验。

1.3.1.1 蒸发面温度对蒸馏效率的影响。选择压强为2.0 Pa、刮膜转速为250 r/min,进料速率为2~5滴/s、冷凝面温度为45℃时,以85、95、105、115、125℃进行单因素试验,测定生育酚含量。

1.3.1.2 刮膜转速对蒸馏效率的影响。选择压强为2.0 Pa、蒸发面温度为105℃、进料速率为2~5滴/s、冷凝面温度为45℃时,以刮膜转速150、200、250、300、350 r/min进行单因素试验,测定生育酚含量。

1.3.1.3 冷凝面温度对蒸馏效率的影响。选择压强为2.0 Pa,蒸发面温度为105℃、进料速率为0.5滴/s时,以冷凝面温度25、35、45、55、65℃进行单因素试验,测定生育酚含量。

1.3.2 正交试验。分子蒸馏过程要考虑蒸馏压强、蒸发面温度等因素的协同作用才能达到最好的蒸馏效率。在对这些因素做单因素试验和分析的基础上,对这几个影响显著的因素进行正交试验,选择最优化的工艺^[8-13]。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 蒸发面温度对蒸馏效率的影响。从表1可以看出,在相同压强下,随着蒸发面温度的升高,生育酚的含量呈现先上升后下降的趋势,而R值呈现下降趋势;当蒸发面温度高于95℃时,重组分中生育酚的含量有所下降。从生育酚含量和R值两方面来考虑,选择85和95℃进行正交试验。

作者简介 李玲(1982—),女,河南巩义人,讲师,硕士,从事植物化学研究。*通讯作者,教授,博士,博士生导师,从事应用化学、工业催化研究。

收稿日期 2017-03-06

表 1 蒸发面温度对蒸馏效率的影响

Table 1 Effect of evaporation surface temperature on distillation efficiency

蒸发面温度 Evaporation surface temperature//℃	生育酚含量 Tocopherol content//%	重组分/轻组分(R) Heavy constituents/light constituents
85	21.3	0.40
95	30.6	0.34
105	31.9	0.26
115	31.2	0.25
125	30.0	0.20

2.1.2 刮膜转速对蒸馏效率的影响。从表 2 可以看出,随着刮膜转速的增加,产品中生育酚含量呈上升趋势,而 R 值呈下降趋势,选择 250 和 300 r/min 进行正交试验。

2.1.3 冷凝面温度对蒸馏效率的影响。从表 3 可以看出,冷凝面温度的变化对生育酚的含量和 R 值的影响很小。

2.2 正交试验 通过单因素的试验和分析,确定压强、蒸发面温度、进料速度、刮膜转速是影响蒸馏效率的因素,以此四因素二水平进行正交试验(表 4),从中确定最佳工艺条件。

表 2 刮膜转速对蒸馏效率的影响

Table2 Effect of scraped film speed on distillation efficiency

刮膜转速 Scraped film speed//r/min	生育酚含量 Tocopherol content//%	重组分/轻组分(R) Heavy constituents/light constituents
150	6.3	3.18
200	11.2	1.42
250	22.6	0.80
300	30.4	0.45
350	32.0	0.36

表 3 冷凝面温度对蒸馏效率的影响

Table 3 Effect of condensation surface temperature on distillation efficiency

冷凝面温度 Condensation surface temperature//℃	生育酚含量 Tocopherol content//%	重组分/轻组分(R) Heavy constituents/light constituents
25	29.3	0.29
35	30.1	0.28
45	28.6	0.32
55	28.9	0.31
65	30.0	0.28

表 4 正交试验因素与水平

Table 4 Factors and levels of orthogonal test

水平 Level	A(压强 Pressure//Pa)	B(蒸发面温度 Evaporation surface temperature//℃)	C(进料速度 Feeding speed//滴/s)	D(刮膜转速 Scraped film speed//r/min)
1	0.2±0.1	85±2	0.5±0.5	250±10
2	2.0±1.0	95±2	2.0±1.0	300±10

从表 5 可以看出,因素 A(压强),它的 2 个水平所对应的生育酚含量以第 2 水平的数值为最大,所以取它的第 2 水平最好;因素 B(蒸发面温度)以第 2 水平的数值为最大;因素 C(进料速度)以第 1 水平的数值为最大;因素 D(刮膜转速)以第 2 水平的数值为最大;在分析生育酚含量时得到同

样的结果。优先考虑这些因素的最佳条件为 A₂B₂C₁D₂,即压强为 2.0 Pa,蒸发面温度为 95℃,进料速度为 0.5 滴/s,刮膜转速为 300 r/min。根据极差分析,影响生育酚含量因素从大到小依次为压强、蒸发面温度、进料速度、刮膜转速。以优化后的工艺进行验证试验,得出生育酚纯度为 31.5%、R=0.25。

表 5 L₈(2⁷) 正交设计及结果

Table 5 L₈(2⁷) orthogonal design and results

序号 No.	A	B	C	D	空列 Empty column	空列 Empty column	空列 Empty column	生育酚含量 Tocopherol content//%
1	1	1	1	1	1	1	1	14.1
2	1	1	1	2	2	2	2	16.3
3	1	2	2	1	1	2	2	14.8
4	1	2	2	2	2	1	1	17.7
5	2	1	2	1	2	1	2	20.2
6	2	1	2	2	1	2	1	24.4
7	2	2	1	1	2	2	1	28.1
8	2	2	1	2	1	1	2	31.5
K ₁	62.3	75.0	89.9	77.2				
K ₂	104.2	92.1	77.1	79.9				
R _k	41.9	17.1	12.8	2.7				

3 小结

利用分子蒸馏装置进行试验,分别对压强、蒸发面温度、进料速度、刮膜转速等操作参数进行考察,经过单因素试验

和正交试验的分析得出最优条件:压强为 2.0 Pa,蒸发面温度为 95℃,进料速度为 0.5 滴/s,刮膜转速为 300 r/min,在该条件下生育酚纯度为 31.5%、R=0.25。

参考文献

[1] 刘文玉,刘德灿,魏长庆,等. 番茄籽油脱臭馏出物中天然维生素 E 提取工艺的研究[J]. 粮食与油脂,2016,29(9):52-55.

[2] 唐智亮,王红. 分子蒸馏的应用及发展[J]. 现代化工,2014,34(10):44-48.

[3] 时洪亮,张庆,徐世艾. 分子蒸馏分离莪术油中 β -榄香烯[J]. 烟台大学学报(自然科学与工程版),2012,25(1):74-78.

[4] 杨艳芹,袁凯龙,夏琛,等. 分子蒸馏分离废次烟末致香成分及在烟草中的应用[J]. 应用化学,2015,32(12):1448-1454.

[5] 林文,史益强,黄德春,等. 分子蒸馏分离米糠毛油中游离脂肪酸的工艺研究[J]. 中国粮油学报,2015,30(2):68-73.

[6] 郭剑霞,王昌禄,吴志建,等. 分子蒸馏富集华山松籽油中亚油酸的研究[J]. 中国油脂,2011,36(4):40-43.

[7] 朱振雷,操丽丽,姜绍通,等. 分子蒸馏技术纯化甘油二酯工艺优化及产品分析[J]. 食品科学,2014,35(20):43-47.

[8] 曹建兰,卢俏,张煜. 分子蒸馏技术纯化辣椒碱类物质的工艺条件优化[J]. 食品科学,2014,35(12):60-64.

[9] 董宏祯,夏金梅,汤培平,等. 分子蒸馏技术富集微生物油脂中花生四烯酸[J]. 厦门大学学报(自然科学版),2012,51(4):802-806.

[10] 张新新,李进伟,刘元法,等. 分子蒸馏精制灵芝孢子油的工艺研究[J]. 中国油脂,2013,38(7):12-15.

[11] 王倩倩,傅忠君,孙红翠. 化工分子蒸馏设备及应用技术[J]. 现代化工,2011,31(S1):385-388.

[12] 林文,田龙,王志祥,等. 尿素包合法联合分子蒸馏技术提纯乙酯化鱼油中 EPA 及 DHA 的工艺研究[J]. 中国粮油学报,2012,27(12):84-88.

[13] 陈焱,方学智,费学谦. 油茶籽油脱臭馏出物维生素 E 的分子蒸馏工艺研究[J]. 江西农业大学学报,2012,34(1):175-178.

(上接第 78 页)

续表 1

抗凝剂 Anticoagulant	添加量 Dosage	放置温度 Stored	现象 Phenomenon	
	g/L	temperature//℃	放置 24 h Stored for 24 h	放置 48 h Stored for 48 h
F	7	常温	大部分凝结	大部分凝结
		4	部分凝结	大部分凝结
	2	常温	几乎完全凝结	完全凝结
		4	部分凝结	大部分凝结
	3	常温	大部分凝结	几乎完全凝结
		4	几乎完全凝结	完全凝结
	4	常温	基本无凝结块	基本无凝结块
		4	基本无凝结块	基本无凝结块
	5	常温	大部分凝结	几乎完全凝结
		4	基本无凝结块	基本无凝结块
	6	常温	基本无凝结块	基本无凝结块
		4	基本无凝结块	基本无凝结块
	7	常温	少量凝结	部分凝结
		4	部分凝结	基本无凝结块

3 结论

根据抗凝剂加入猪血后的现象,以及猪血黏度值、OD 值和血红细胞数量的综合分析,抗凝剂 C 在 pH 9.19、添加量 6 g/L、4℃保存条件下,表现出较好的抗凝效果;抗凝剂 F 在 pH 1.76、添加量 4 g/L、常温和 4℃保存条件下,对猪血有较好的抗凝效果。郭晋育等^[5]的研究表明,复合型抗凝剂较单一化合物有更好的抗凝血效果,该试验研究与其结论存在较明显差异,可能受到猪血本身的新鲜程度、贮放环境条件等客观因素所限,还有待进一步探讨。

猪血与抗凝剂混合体系的 pH 对猪血中血红蛋白等蛋白成分的存在状态有较大影响,从而对猪血凝结与否有较直接的作用。该研究仅在特定的几组抗凝剂范围内开展了抗凝

效果和条件研究,适于猪血抗凝的配方与条件需做进一步筛选。

参考文献

[1] 张丽萍,李开雄. 畜禽副产物综合利用技术[M]. 北京:中国轻工业出版社,2009:10-11.

[2] 唐精,方怀义,梁广尧,等. 草鱼对血球蛋白粉离体消化的研究[J]. 饲料工业,2006,27(1):50-51.

[3] 车振明,高平. 猪血的综合开发和利用[J]. 农牧产品开发,2000(3):29-30.

[4] 凌云霄,王雅静. 正交实验优化新型血液抗凝剂的使用条件[J]. 肉类工业,2015(1):35-38.

[5] 郭晋育,吴明文,张立娟,等. 四种猪血抗凝剂抗溶血效果比较及新复合型抗凝剂最佳使用条件研究[J]. 畜牧与饲料科学,2011,32(8):5-6.

[6] 施刘翠,陈从贵,蔡克周,等. 两种磷酸钠盐对新鲜猪血抗凝特性影响的实验研究[J]. 食品工业科技,2012,33(3):95-98.