

# 分子蒸馏工艺参数对高碳脂肪醇提取物精制效果的研究

陈芳, 廖小军, 汪政富, 蔡同一, 胡小松  
(中国农业大学食品科学与营养工程学院, 北京 100083)

**摘要:** 采用分子蒸馏技术进行高碳脂肪醇提取物的精制, 试验结果表明, 蒸馏压力66.7 Pa, 蒸馏温度在160~230 范围内, 随着蒸馏温度升高, 馏出物中的二十八烷醇和三十烷醇含量逐渐增加, 并在190 时出现峰值, 之后下降; 蒸馏温度190 , 蒸馏压力在26.7~266.7 Pa 范围内, 随着压力的下降, 馏出物中的二十八烷醇和三十烷醇含量增加, 到133.3 Pa 处分别达到最大值。蒸馏温度和压力作为分子蒸馏的关键工艺参数对高碳脂肪醇的精制效果具有显著影响。

**关键词:** 高碳脂肪醇; 分子蒸馏; 精制

**中图分类号:** S377; TB559; TQ028.8

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-6819(2005)11-0189-03

陈芳, 廖小军, 汪政富, 等. 分子蒸馏工艺参数对高碳脂肪醇提取物精制效果的研究[J]. 农业工程学报, 2005, 21(11): 189-191.

Chen Fang, Liao Xiaojun, Wang Zhengfu, et al. Effect of process parameters on the refining of higher fatty alcohol extracts during molecular distillation[J]. Transactions of the CSAE, 2005, 21(9): 189-191. (in Chinese with English abstract)

## 0 引言

分子蒸馏是在高真空度下, 根据分子运动平均自由程的不同, 实现混合组分分离的一项高新技术<sup>[1]</sup>。应用分子蒸馏技术进行天然产物的精制, 不但可以避免有机溶剂对环境的污染和对人体健康的损害, 而且可以有效地脱除前面提取工序中的残留溶剂, 使产品的安全性符合食品和药品的相关要求。

从糠蜡、蔗蜡、蜂蜡等原料中提取的高碳脂肪醇混合物, 其组成包括C<sub>20</sub>~C<sub>34</sub>的一系列饱和脂肪醇化合物, 其中三十烷醇和二十八烷醇所占比例最高。大量实验证实, 二十八烷醇具有降血脂、提高反应敏锐性、保护肝脏等诸多生理活性, 其中, 增进耐力、精力和体力的功能表现得尤为突出<sup>[2]</sup>。为了提高高碳脂肪醇混合物中二十八烷醇的含量, 目前, 国内多采用溶剂重结晶的方法<sup>[3]</sup>。但该工艺步骤繁多、劳动量大、安全性低, 产品中的有机溶剂残留难以满足食品或药品相关标准的规定。分子蒸馏在高碳脂肪醇精制方面的应用曾在一些综述性报道中被提及<sup>[4]</sup>, 但是对具体的技术路线和工艺参数的研究还较缺乏。针对高碳脂肪醇沸点高的特点, 本文采用分子蒸馏技术对所获得的高碳脂肪醇提取物进一步精制, 将组成为C<sub>20</sub>~C<sub>26</sub>和C<sub>30</sub>~C<sub>34</sub>的高碳脂肪醇组分尽量除去, 以提高产物中的二十八烷醇含量。通过研究分子蒸馏温度、压力对高碳脂肪醇提取物精制效果的影响规律, 为进一步应用分子蒸馏技术提供理论和试验依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

**高碳脂肪醇提取物:** 本实验室制备<sup>[5]</sup>。将精糠蜡置于三颈瓶中加热, 加入6倍体积的含0.2% KOH 的丁醇溶液, 搅拌反应6 h, 冷却, 抽滤。滤液回收, 滤饼用温水反复冲洗至中性, 抽滤, 于60 烘干。以丙酮为溶剂进行索氏萃取。收集萃取液, 于室温

冷却, 抽滤得到固体物, 自然干燥后得到高碳脂肪醇提取物, 其中二十八烷醇和三十烷醇的含量分别为10.9%和54.4%。

**二十八烷醇标样、三十烷醇标样:** 均为Sigma 公司出品, 纯度为99.0% (气相色谱用); 1, 3, 5-三苯基苯(TPB): 为Aldrich 公司出品, 纯度为99.0%; 环己烷为分析纯。

### 1.2 主要仪器与设备

分子蒸馏仪(2000 mL, 美国Pope 公司制造, 见图1); 气相色谱仪(HP-6890 型, 美国惠普公司); 分析天平(Sartorius BS110S 型, 北京赛多利斯天平有限公司); 电热恒温水浴锅(DK2S26 型, 上海精宏实验设备有限公司)。

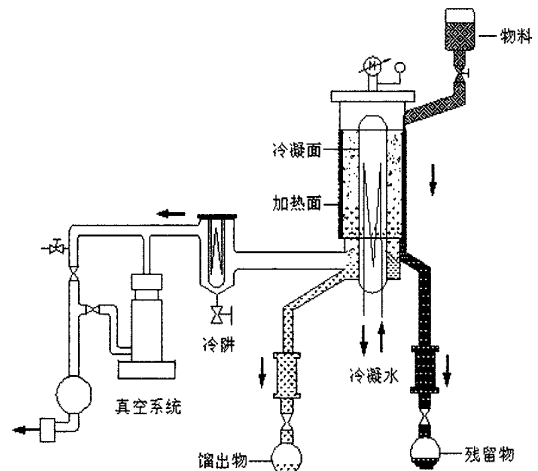
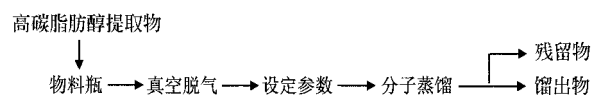


图1 分子蒸馏仪示意图

Fig 1 Schematic diagram of molecular distillation apparatus

### 1.3 精制工艺流程



将高碳脂肪醇提取物加热至100 熔化后, 加入物料瓶中, 打开真空泵, 对物料进行脱气。待压力稳定后, 设置蒸馏温度和压力, 调节刮板转速和物料流速, 开始进行分子蒸馏, 收集馏出物和残留物。

### 1.4 分析方法

二十八烷醇和三十烷醇含量的测定采用气相色谱(GC)法进行, 以TPB 为内标物, 准确称取0.025 g 二十八烷醇馏出物或

收稿日期: 2004-03-29 修订日期: 2005-07-14

基金项目: 国家863项目(2002AA 248011); 北京市自然科学基金重点项目(6041003)

作者简介: 陈芳(1972-), 女, 讲师, 博士, 研究方向为天然产物提取与功能食品。北京 中国农业大学食品科学与营养工程学院, 100083

通讯作者: 胡小松(1962-), 教授, 博士生导师, 研究方向为农产品加工。北京市海淀区清华东路17号303信箱 中国农业大学, 100083, Email: huxiaos@hotmail.com

残留物,置于5 mL 容量瓶中,加入3 mL 环己烷于40 超声震荡至充分溶解后,加入内标溶液1.5 mL,用环己烷定容至5 mL,进行GC 分析。用HP-5(30 m × 320 μm × 0.25 μm)色谱柱,程序升温:230 保持6 min,10 /min 的速度升至280 ,保持20 min,以20 /min 升至300 保持4 min。汽化室温度:320 ;检测器温度:330 。N<sub>2</sub> 流速:45.0 mL/min;H<sub>2</sub> 流速:40.0 mL/min;流速:450 mL/min。进样量:1 μL。

## 2 结果与分析

### 2.1 蒸馏温度对高碳脂肪醇精制效果的影响

温度对分离效果的影响非常显著。在混合物体系中,一般认为,随着温度的升高,体系的蒸气压随着物质的蒸发速率加快而迅速上升,分子的有效自由程下降,引起分子在冷凝面和蒸发面之间的碰撞频率增加。这种情形中,蒸气分子的性质与Chapman 和Cowling 所描述的气体分子类似,即当重分子与轻分子遭遇,重分子的存留比接近1,而轻分子则接近0。这意味着重分子几乎丝毫不受影响地以其原有速度到达冷凝面,而轻分子却在与其原速度无关的某一方向上弹跳,引起碰撞次数的增加,并形成连锁反应,导致轻分子的运动更加随机,因此,有更大的几率返回蒸发面<sup>[6]</sup>。

在压力66.7 Pa,物料流速5 mL/min 的条件下,蒸馏温度从160 开始,以10 为间隔,逐步增加至230 ,其分子蒸馏结果见图2。可以看出,当蒸馏温度范围在160~180 ,随着温度的升高,馏出物中三十烷醇的含量逐渐增加,二十八烷醇的含量逐渐下降。说明到达冷凝面的三十烷醇分子数的增加幅度高于二十八烷醇,这与三十烷醇在原料中所占的比例大大高于二十八烷醇有关。当温度升至190 时,馏出物中二十八烷醇的含量出现了一个小峰,达到20.6%,而馏出物中的三十烷醇含量也骤然上升,高达76.0%。说明此温度时,恰好绝大部分的二十八烷醇和三十烷醇能获得足够的能量从液面逸出并到达冷凝面,但绝大部分分子量小于二十八烷醇的轻组分在冷凝面与蒸发面之间进行随机运动,很难到达冷凝面,而分子量大于三十烷醇的组分仍然不足以到达冷凝面,因此,二十八烷醇和三十烷醇分子的不断逸出和冷凝,便引起了峰值的出现。这对于二十八烷醇的精制非常有利,馏出物中二十八烷醇和三十烷醇的含量分别比原料中高出89.0%和39.6%。

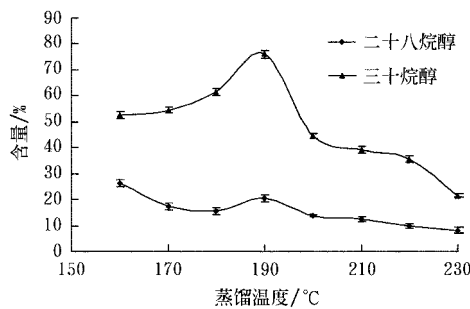


图2 蒸馏温度对分子蒸馏馏出物中二十八烷醇和三十烷醇含量的影响 (蒸馏压力:66.7 Pa,物料流量:5 mL/min)

Fig 2 Effect of temperature on the octacosanol and triacontanol contents in the first distillate (Distilling pressure is 66.7 Pa, Flow rate of feed is 5 mL/min)

当温度升高到190 以上时,馏出物中二十八烷醇和三十烷醇的含量均逐渐下降。在实验中,此时几乎难以收集到残留物。这是由于高碳脂肪醇混合物中较轻的组分处于随机运动状态,

其中也包含一部分二十八烷醇和三十烷醇;而较重的组分均可以获得足够的能量从蒸发面逸出并到达冷凝面,进入馏出物中。因此,分离效率低,分离效果不好。

### 2.2 蒸馏压力对高碳脂肪醇精制效果的影响

蒸馏压力是分子蒸馏过程中的重要参数。在较低的压力下,由于组分蒸气压下降,分子的平均自由程增加,从而能够到达冷凝面的组分增加;反之,在较高的压力下,分子的平均自由程减少,一些组分无法达到冷凝面而进入残留物中。

采用蒸馏温度为190 ,物料流速5 mL/min,研究不同蒸馏压力对分子蒸馏效果的影响,结果见图3。在相对较低的压力范围内(26.7~133.3 Pa),随着压力的升高,馏出物中的二十八烷醇和三十烷醇含量增加,到133.3 Pa 处三十烷醇含量出现峰值,二十八烷醇含量也达到最大。这是由于在较低压力时,分子量大于三十烷醇的组分也能够从蒸发面逸出并到达冷凝面,与二十八烷醇和三十烷醇一起进入馏出物中。随着压力的升高,这些组分的平均自由程减小,因而能达到冷凝面的分子数量越来越少,当压力升高到133.3 Pa 时,恰好绝大部分分子量大于三十烷醇的组分不再能够到达冷凝面,因此二十八烷醇和三十烷醇成为馏出物中的主要组分。当压力继续升高到160 Pa,一部分三十烷醇分子也开始无法达到冷凝面,因此馏出物中三十烷醇的含量迅速降低,而对二十八烷醇的影响却不明显。随后,压力的升高对二十八烷醇和三十烷醇的含量影响平稳。

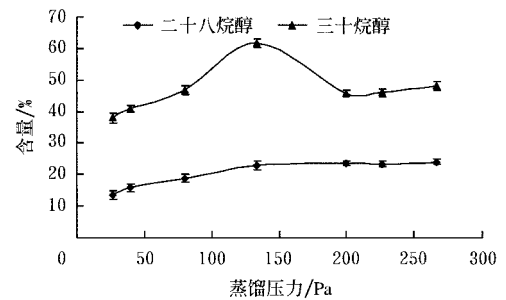


图3 蒸馏压力对分子蒸馏馏出物中二十八烷醇和三十烷醇含量的影响 (蒸馏温度:190 ,物料流量:5 mL/min)

Fig 3 Effect of vacuum degree on the octacosanol and triacontanol contents in the first distillate (Distilling temperature is 190 , Flow rate of feed is 5 mL/min)

在上述实验的基础上,采用二元二次正交旋转回归试验设计,确定出分子蒸馏的最佳温度为176 ,压力173.3 Pa<sup>[7]</sup>。该条件下所获得的馏出物的产率为53.5%,其中二十八烷醇的含量为28.2%,比原料的二十八烷醇含量提高158.7%。

## 3 结论

本文研究了不同蒸馏温度和压力对高碳脂肪醇提取物精制效果的影响规律,结果表明,恒定压力66.7 Pa 时,蒸馏温度在160~230 范围内,随着温度升高,馏出物中的二十八烷醇和三十烷醇含量逐渐增加并在190 时出现峰值,之后下降;蒸馏温度恒定在190 ,蒸馏压力在26.7~266.7 Pa 范围内,随着压力的降低,馏出物中的二十八烷醇和三十烷醇含量增加,到133.3 Pa 处三十烷醇含量出现峰值,二十八烷醇含量也达到最大。说明蒸馏温度和压力作为两个关键工艺参数对精制效果具有显著影响。除此之外,对于蒸馏效果的影响因素还包括进料混合物的温度、蒸发器内部冷凝面与蒸发面之间的温差等因素,要视待分离物料的组成具体进行研究。

## [参 考 文 献]

- [1] 冯武文, 杨 村, 于宏奇. 分子蒸馏技术与日用化工——分子蒸馏技术的原理及特点[J]. 日用化学工业, 2002, 32(5): 74- 77.
- [2] Cureton T K. The physiological effects of wheat germ oil on human in exercise [M]. Springfield Illinois: U S A C. Thomas Publishers, 1976
- [3] 宋建华, 刘正阳, 程建新, 等. 新型健康食品添加剂二十八烷醇的开发研究[J]. 厦门大学学报(自然科学版), 1998, 37(3): 414- 418
- [4] 葛毅强. 麦胚中天然维生素E 的提取、浓缩工艺及脱脂麦胚综合利用的研究[D]. 北京: 中国农业大学, 1999.
- [5] 陈 芳. 米糠中二十八烷醇的提取精制及其抗疲劳功能的研究[D]. 北京: 中国农业大学, 2003.
- [6] Ridway Watt. Molecular distillation [M]. London: Chapman and Hall Press, 1956: 38- 49.
- [7] Chen Fang, Cai Tongyi, Zhao Guanghua, et al. Optimizing conditions for the purification of crude octacosanol extract from rice bran wax by molecular distillation analyzed using response surface methodology[J]. Food Engineering, 2005, (70): 47- 53.

## Effect of process parameters on the refining of higher fatty alcohol extracts during molecular distillation

Chen Fang, Liao Xiaojun, Wang Zhengfu, Cai Tongyi, Hu Xiaosong

(College of Food Science and Nutrition Engineering, China Agricultural University, Beijing 100083, China)

**Abstract** Molecular distillation can effectively remove the solvent residue of natural extracts and increase the safety of products. The refining of higher fatty alcohol extracts from rice bran by molecular distillation was studied. Results indicated that: under the pressure of 66.7 Pa, the contents of octacosanol and triacontanol in distillate increased as the temperature increased between 160 °C and 230 °C, and were up to their peaks at 190 °C, and then decreased; and under the temperature of 190 °C, the contents of octacosanol and triacontanol in distillate increased as the pressure decreased between 26.7 Pa and 266.7 Pa, and reached the highest at 133.3 Pa. Temperature and pressure have significant effects on the refining of higher fatty alcohol extracts as key parameters during molecular distillation.

**Key words:** higher fatty alcohol; molecular distillation; refining