

超临界流体技术去除番茄红素油树脂中的有机溶剂残留研究

宋曙辉, 唐晓伟, 王文琪, 武兴德 (国家蔬菜工程技术研究中心, 北京 100097)

摘要 采用超临界CO₂流体萃取技术,对番茄红素油树脂中的有机溶剂残留进行反向萃取。探讨了不同压力、温度、流量、时间对有机溶剂去除效率的影响,筛选出最佳去除条件:压力20 685.0 kPa,温度45℃,CO₂流量2.0 L/min,提取时间4 h,溶剂最终去除率达89%。

关键词 超临界CO₂流体;有机溶剂残留;番茄红素油树脂

中图分类号 Q946 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2007)12-03665-02

Studies on Removing Organic Solvent Residue from Lycopene Oleoresin with Supercritical Fluid Technique

SONG Shu hui et al (National Engineering Research Center for Vegetable, Beijing 100097)

Abstract The organic solvent residue of lycopene oleoresin was removed with reverse supercritical CO₂ fluid extraction under various combinations of pressure, temperature, flowrate of CO₂ and extraction time. The optimal condition was as follows: 20 685.0 of pressure, 45℃ of temperature, 2.0 liter/min of flowrate with the extraction time of 4 hours. As a result, about 89% solvent was removed from the lycopene oleoresin.

Key words Supercritical CO₂ fluid; Organic solvent residue; Lycopene oleoresin

通常食品添加剂、色素、香料及保健品的提取是采用化学法,需要大量的有机化学试剂,如乙醇、乙酸乙酯、正己烷、氯仿等作为提取剂,其缺点是不能有效地去除产物中的有机溶剂。一定量的残留有机化学试剂对人体的危害是潜在的,它可以破坏机体免疫系统,引起癌症等疾病的发生。为了克服传统提取方法的缺陷,超临界提取技术应运而生。

自然界中的番茄红素以番茄中含量最高,目前提取番茄红素可以采用化学提取法^[1-4]和超临界提取法^[5-6],但因番茄中番茄红素的含量相对较低[15 ng/100 g(鲜重)],用超临界提取法虽然比较直接,但其提取效率低,设备要求高,成本高,应用于大规模生产还有一定的难度。而采用化学法提取,超临界技术去除有机溶剂,不仅具有化学法高提取率的优势,还充分利用超临界设备达到去除原料中有机溶剂的目的,且其对超临界设备的要求相对于直接提取要低,国产设备很容易达到相应的技术要求,从而降低了成本。基于此项考虑,笔者对化学溶剂提取的番茄红素油树脂进行了去除有机溶剂实验。

1 材料与方

1.1 材料 番茄红素油树脂(乙醇及乙酸乙酯提取)。

1.2 实验仪器与试剂 仪器:超临界CO₂提取仪(SFT-150型,由美国超临界流体技术公司制造)。试剂:CO₂,纯度大于99.5%;压缩空气。

1.3 工艺流程 见图1。CO₂经钢瓶出来进入液化罐,由空气泵加压进入萃取釜达到所设定压力和温度,使之成为超临

界流体。超临界流体与萃取釜中物料充分接触,所要提取的萃取物与流体一同进入分离釜,此时系统减压,流体CO₂改变为气态CO₂,萃取物质与CO₂分离或部分带走物料中的溶剂,达到去除物料中有机溶剂的目的。

1.4 实验设计 以提取压力、温度、流量、时间为参数,设计4因素3水平正交实验,见表1。

表1 正交实验设计

水平	压力 kPa	温度	流量 L/min	时间 h
1	20 685.0	45	2.0	4
2	15 169.0	40	1.0	3
3	10 342.5	35	0.5	2

1.5 检测方法 每个处理结束取一定量的样品进行分析。分析采用顶空气相色谱法,由国家标准物质中心检测。

2 结果与分析

2.1 实验结果 不同处理条件下有机溶剂残留乙醇和乙酸乙酯含量的变化见表2、3。

表2 正交实验结果

处 理	压力 kPa	温度	流量 L/min	时间 h	残留量 ng/g	
					乙醇	乙酸乙酯
	20 685.0	45	2.0	4	10.3	0.19
	20 685.0	40	1.0	3	15.5	0.25
	20 685.0	35	0.5	2	25.4	0.36
	15 169.0	45	1.0	2	38.4	0.95
	15 169.0	40	0.5	4	38.0	0.84
	15 169.0	35	2.0	3	48.8	1.17
	10 342.5	45	0.5	3	35.7	0.77
	10 342.5	40	2.0	2	37.3	0.98
	10 342.5	35	1.0	4	49.7	1.25
CK					76.7	2.23

与对照相比,各处理番茄油树脂中残留的乙醇和乙酸乙酯含量均有不同程度的降低。降低范围乙醇在35.2%~86.6%,乙酸乙酯在43.9%~91.5%。其中最佳条件为:压力20 685.0kPa,提取温度45℃,CO₂流量2.0 L/min,提取时间4 h。在此条件下,油树脂中乙醇含量降低86.6%,乙酸乙酯含量降低91.5%。总体上,乙酸乙酯的去除效果好于乙醇,这是因为超临界CO₂提取对于极性较小的物质提取效果好于极性大的物质,而乙酸乙酯的极性小于乙醇。

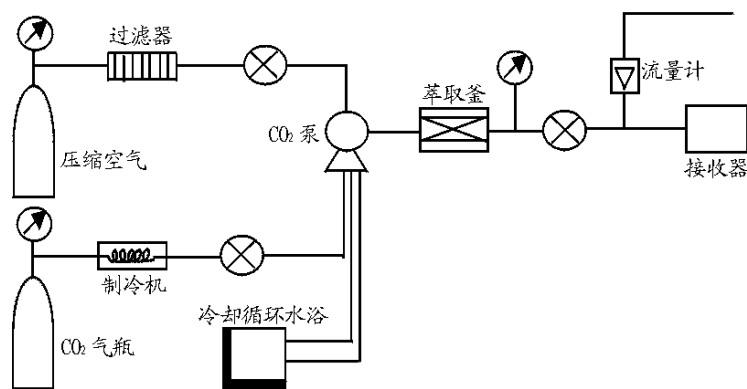


图1 工艺流程

作者简介 宋曙辉(1971-),女,北京人,硕士,副研究员,从事蔬菜营养保健研究。

收稿日期 2007-01-12

表3 不同处理条件下有机溶剂残留量的变化 %

处理	乙醇降低量	乙酸乙酯降低量	平均降低量
	86.6	91.5	89.0
	79.8	88.8	84.3
	66.8	83.9	75.4
	49.9	57.4	53.6
	50.5	62.3	56.4
	36.4	47.5	41.9
	63.5	65.5	64.5
	51.3	56.1	53.7
	35.2	43.9	39.6

2.2 压力及温度的影响 压力和温度是影响提取率的最主要因素。压力大、温度高有利于溶剂的提取,但并不是说压力越大,温度越高,提取效果就最好。图2显示,压力在15 169.0 kPa 比压力在10 342.5 kPa 时去除效果差。这可能因为压力大,流体扩散系数减小,阻碍了传质。图3显示,在温度35~45,温度越高,越有利于有机溶剂的去除。这是因为温度高,一方面有利于有机溶剂的挥发;另一方面温度高,增加了萃取物在流体中的浓度。

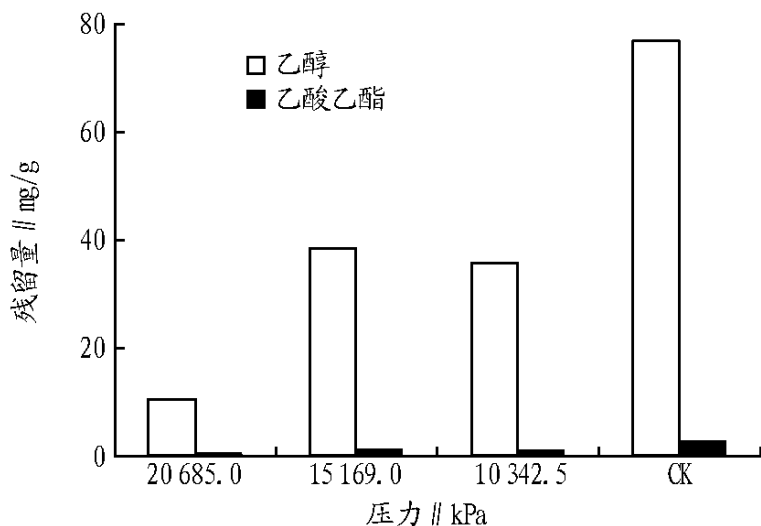


图2 不同压力下乙醇及乙酸乙酯残留量的变化

3 讨论

温度对溶解度的影响包含矛盾的2个方面:一方面,升

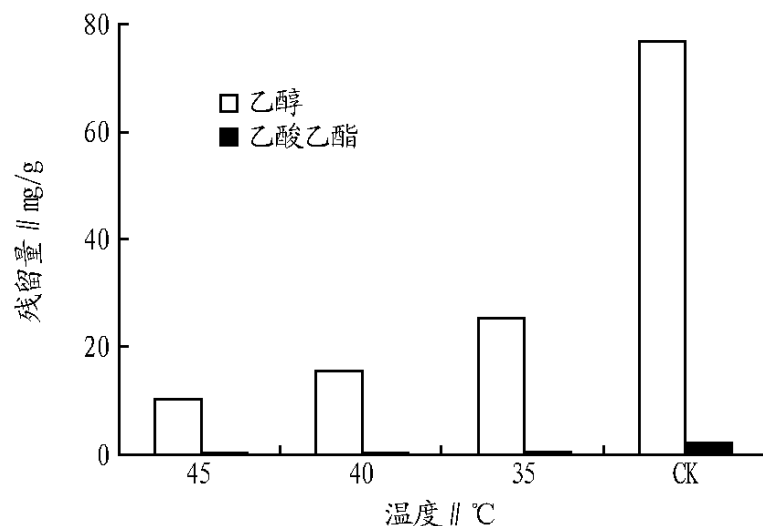


图3 不同温度下乙醇及乙酸乙酯残留量的变化

高温有利于增加萃取物在流体中的浓度;另一方面,温度升高,使得超临界流体的密度降低,溶解能力下降。在该实验中,温度变化范围不大,因而未体现出升高温度对溶解度相反的影响。另外,因番茄红素为热敏性物质,不宜用较高的温度提取,因此,实验中温度变化范围较窄。

此外,对于CO₂流速及提取时间的影响也进行了相应的实验,结果表明流速和提取时间对提取率影响不大。因而,在综合考虑几方面因素的影响下,选定适宜的组合达到最佳去除率。

参考文献

- [1] 任云霞,刘海洋,丰淑红,等.番茄红素提取工艺的优化研究[J].食品工业科技,2002,23(5):33-35.
- [2] BAYSAL T, ERSUS S, STARMANS D A. Supercritical CO₂ extraction of beta carotene and lycopene from tomato paste waste[J]. J Agric Food Chem, 2000, 48(11):5507-5511.
- [3] 蔡俊,邱雁临,谈小兰,等.番茄红素提取工艺的研究[J].食品与发酵工业,2000,26(2):50-52.
- [4] 薛颖,武兴德,陈杭.茄红素的提取方法:中国,CN00129943.3[P].2000-10-20.
- [5] 孙庆杰,丁霄霖.超临界CO₂萃取番茄红素的初步研究[J].食品与发酵工业,1998,24(1):3-6.
- [6] 刘奎钊,赵锁奇,刘玉梅,等.用超临界流体萃取番茄红素油树脂的方法,中国:CNO1123601.9[P].2001-07-25.