

蚕蛹油提取研究

何丽君*, 滕艳芳, 苏德辉

广西轻工业科学技术研究院有限公司, 南宁 530031

摘要:对比研究了不同的方法与溶剂提取蚕蛹油,通过单因素试验研究了料液比、浸提时间、浸提温度三个参数对蚕蛹油提取率的影响,并通过正交试验确定了蚕蛹油的最佳提取条件。结果表明采用石油醚浸提的方法,料液比为1:3,浸提时间为1 h,浸提温度为30 °C时,蚕蛹油的提取率达到99.5%,酸价为6.9 mg/g,过氧化值为0.18 g/100 g,采用真空及活性炭吸附法进行脱臭脱色,最终可得到淡黄透亮的蚕蛹油。

关键词:蚕蛹油;石油醚;浸提;蚕蛹

中图分类号:S886.9

文献标识码:A

文章编号:1001-6880(2020) Suppl-0142-05

DOI:10.16333/j.1001-6880.2020.S.023

Study on extraction of silkworm pupal oil

HE Li-jun*, TEN Yan-fang, SU De-hui

Guangxi Light Industry Science and Technology Research Institute Co., Ltd., Nanning 530031, China

Abstract: Different methods and solvent extraction of silkworm pupal oil were compared. The effects of material-liquid ratio, extraction time and extraction temperature on the extraction rate of silkworm pupal oil were studied by single factor experiment, and the optimum extraction conditions of silkworm pupal oil were determined by orthogonal test. The results showed that the extraction rate of silkworm pupal oil reached 99.5%, the material-liquid ratio is 1:3, the extraction time is 1h, and the extraction temperature is 30 °C, the acid price was 6.9 mg/g, and the oxidation value was 0.18 g/100 g. Deodorization and decolorization are carried out by vacuum and activated carbon adsorption method. Finally, the silkworm pupa oil which is yellowish and translucent can be obtained.

Key words: silkworm pupal oil; petroleum ether; soak; silkworm pupal

蚕蛹,是高蛋白的营养品,具有极高的营养价值,含有丰富的蛋白质(干蚕蛹含粗蛋白48%~60%)、脂肪酸(粗脂肪占25%~31%)、维生素(包括维生素A、维生素B₂、维生素D及麦角甾醇等)^[1-3],是体弱、病后、老人及妇女产后的高级营养补品。蚕蛹油是从蚕蛹中提炼出来的含有多种高级脂肪酸甘油酯的混合物,外观呈黄至红色的透明油状液体。蚕蛹油中含有80%以上的不饱和脂肪酸,其中主要有 α -亚麻酸、油酸、亚油酸、奇数碳脂肪酸等^[4-6],这些脂肪酸具有降低血脂、胆固醇和血压,预防心脑血管疾病;抑制血小板凝集,防止血栓形成与中风;增强视网膜的反射能力,预防视力退化;增强记忆、防癌抗肿瘤;降低血清胆固醇含量,改善肝肾功能等作用^[7,8]。因此,从蚕蛹中提取蚕蛹油运用

于食品、医药、美容、保健、饲料等领域^[9,10],既能充分发挥其自身价值,又能高效利用蚕蛹资源,也能推动桑蚕产业化发展。

本研究以广西华佳丝绸有限公司提供的干蚕蛹为原料,通过对比不同方法与溶剂对蚕蛹中的油脂进行提取,采用单因素试验结合正交试验进行反复多次研究,最终确立提取蚕蛹油的最佳条件,并参考国标对油脂质量进行检测。本研究所确立的提油方法操作简便、安全性好、提油率高、油脂质量佳,为蚕蛹油的进一步开发利用提供基础。

1 材料和方法

1.1 材料与主要试剂和仪器

干蚕蛹(广西华佳丝绸有限公司);石油醚、无水乙醇、无水乙醚、氢氧化钾均为分析纯。PRO-10S粉碎机(佛山市德国宝有限公司);HH-S数显恒温水浴锅(江苏省金坛市医疗仪器厂);液晶超声仪(昆山洁力美超声仪器有限公司);AP-9950真空泵

(天津奥特赛恩斯仪器有限公司);RE-3000 旋转蒸发仪(上海亚荣生化仪器厂);DZ-3BE 真空干燥箱(天津市泰斯特仪器有限公司)。

1.2 提取方法的筛选

1.2.1 索氏提取法

称取一定质量的干蚕蛹粉,放入索氏提取装置中,石油醚为提取溶剂,以料液比为 1:3 的量加入,30℃ 恒温水浴中回流 6 h,旋蒸浓缩后,置于真空干燥箱中干燥至恒重,得到蚕蛹油。

1.2.2 超声辅助法

称取一定质量的干蚕蛹粉于三角瓶中,石油醚为提取溶剂,以料液比为 1:3 的量加入,置于超声仪中,设定超声功率为 100 W,超声时间为 30 min,超声结束后抽滤,滤液进行旋蒸浓缩后,置于真空干燥箱中干燥至恒重,得到蚕蛹油。

1.2.3 浸提法

称取一定质量的干蚕蛹粉于三角瓶中,石油醚为提取溶剂,以料液比为 1:3 的量加入,常温浸提 3 h,进行抽滤,重复步骤进行第二次浸提并抽滤,混合两次滤液进行旋蒸浓缩后,置于真空干燥箱中干燥至恒重,得到蚕蛹油。

1.3 浸提溶剂的筛选

称取一定质量的干蚕蛹粉于三角瓶中,提取溶剂分别为石油醚、无水乙醇、无水乙醚,以料液比为 1:3 的量加入,常温浸提 3 h,进行抽滤,重复步骤进行第二次浸提并抽滤,混合两次滤液进行旋蒸浓缩

后,置于真空干燥箱中干燥至恒重,得到蚕蛹油。

1.4 单因素试验

1.4.1 料液比对提油率的影响

称取一定质量的干蚕蛹粉于三角瓶中,提取溶剂为石油醚,选取料液比为 1:2、1:3、1:4、1:5、1:6 的量加入,常温浸提 3 h,进行抽滤,重复步骤进行第二次浸提并抽滤,混合两次滤液进行旋蒸浓缩后,置于真空干燥箱中干燥至恒重,得到蚕蛹油。

1.4.2 浸提时间对提油率的影响

称取一定质量的干蚕蛹粉于三角瓶中,提取溶剂为石油醚,料液比为 1:3,常温浸提 1、2、3、4、5 h,进行抽滤,重复步骤进行第二次浸提并抽滤,混合两次滤液进行旋蒸浓缩后,置于真空干燥箱中干燥至恒重,得到蚕蛹油。

1.4.3 浸提温度对提油率的影响

称取一定质量的干蚕蛹粉于三角瓶中,提取溶剂为石油醚,料液比为 1:3,分别置于 20、25、30、35、40℃ 水浴锅中浸提 3 h,进行抽滤,重复步骤进行第二次浸提并抽滤,混合两次滤液进行旋蒸浓缩后,置于真空干燥箱中干燥至恒重,得到蚕蛹油。

1.5 正交试验

在浸提蚕蛹油单因素试验的基础上,以蚕蛹油的提取率为指标,选用正交设计试验,对料液比(A)、浸提时间(B)、浸提温度(C)三个主要因素设计三水平正交试验以确立最佳参数,因素和水平设计见表 1。

表 1 正交试验的因素水平表

Table 1 The factors and levels of the experimentation

水平 Level	A 料液比 Material-liquid ratio	B 浸提时间 Extraction time(h)	C 浸提温度 Extraction temperature(℃)
1	1:2	1	20
2	1:3	2	25
3	1:4	3	30

1.6 蚕蛹油提取率计算

得率 = 蚕蛹油量 / 干蚕蛹中总油量 × 100%

1.7 脱色除臭研究

1.7.1 活性炭吸附

在所提取的蚕蛹油中加入适量活性炭粉,置于水浴锅中 40℃ 加热吸附 1 h,过滤除去活性炭。

1.7.2 真空处理

将经活性炭吸附后的蚕蛹油置于真空箱中,进一步除去其中不良气味。

1.8 测定方法

1.8.1 蚕蛹中脂肪含量的测定

参考 GB5009.6-2016 食品中脂肪的测定。

1.8.2 酸价的检测

参考 GB5009.229-2016 食品中酸价的测定。

1.8.3 过氧化值的检测

参考 GB5009.227-2016 食品中过氧化值的测定。

1.9 数据处理

实验数据均是通过3次平行实验后,以平均值 \pm 标准差表示。

2 结果与分析

2.1 不同提取方法对得率的影响

由表2可见,超声辅助法提取得率最低,所得油脂状态不佳,且实验过程中部分白色物质悬浮,这是

由于超声使蚕蛹中部分蛋白分离,导致油脂被包裹无法进行有效溶出。三种提油方法所得蚕蛹油的过氧化值均相差不大,但浸提法所得蚕蛹油酸价最小,说明游离脂肪酸含量最少,不易酸败,品质较好,其所得油脂外观色泽较佳且提取率大于索氏提取与超声辅助法,因此确定采用浸提法提取蚕蛹油。

表2 不同提取方法对蚕蛹油得率的影响

Table 2 The effect of different extraction methods on the extraction rate of pupal oil

提取方法 Extraction method	得率 Yield (%)	色泽 Color	酸价 Acid price (mg/g)	过氧化值 Oxidation value (g/100 g)
索氏提取法 Soxhlet extraction	43.61 \pm 0.66	深黄透明 Dark yellow transparent	9.8 \pm 0.17	0.19 \pm 0.02
超声辅助法 Ultrasound assisted method	38.28 \pm 0.83	灰黄浑浊 Gray yellow turbid	10.6 \pm 0.22	0.20 \pm 0.01
浸提法 Extraction method	74.37 \pm 0.5	浅黄透明 Light yellow transparent	6.9 \pm 0.14	0.18 \pm 0.01

2.2 不同浸提溶剂对得率的影响

采用不同溶剂,按照料液比为1:3,在常温下浸提3 h,结果如图1。由图可见,乙醇的提油得率并不高,说明该溶剂的提油效果不佳,且所提油脂浑浊、味腥,说明溶出了其它物质;乙醚与石油醚的得率相差不大,说明该两种溶剂的提油效果相当,但乙醚挥发太快,对操作人员有麻醉作用,存在严重的安全隐患,考虑安全与成本问题,确定用石油醚作为浸提蚕蛹油的提取溶剂。

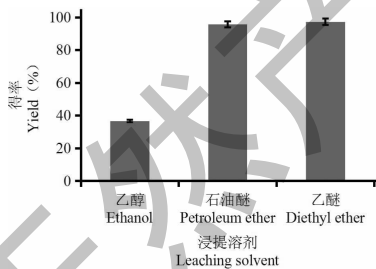


图1 不同提取溶剂对蚕蛹油提取率的影响

Fig. 1 The effect of different extraction solvents on extraction rate of pupal oil

2.3 单因素试验结果分析

2.3.1 料液比对得率的影响

采用石油醚按不同料液比,在常温下浸提3 h,结果如图2。由图可见,随着料液比的增加,提油得率逐渐增加,在1:3之前提油率明显增加,从1:3后提油率缓慢增加,在1:4后提油率基本平衡,考虑石

油醚用量、降低成本及后续处理工作,确定选取1:3为最佳料液比。

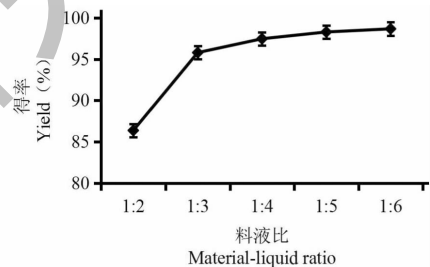


图2 不同料液比对蚕蛹油提取率的影响

Fig. 2 The effect of different material-liquid ratio on extraction rate of pupal oil

2.3.2 浸提时间对得率的影响

采用石油醚按1:3的料液比,在常温下浸提不同时间,结果如图3。由图可见,随着浸提时间的增加,提油得率逐渐增加,在1 h内,提油率随时间的

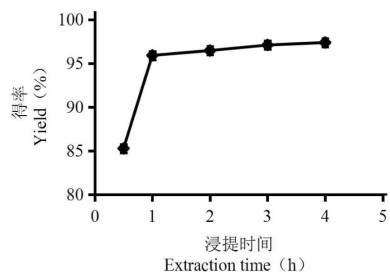


图3 不同浸提时间对蚕蛹油提取率的影响

Fig. 3 The effect of different extraction time on extraction rate of silkmoth pupal oil

增加而显著增加,1 h 后增加缓慢,提油率基本平衡,考虑时间成本问题,为了缩短生产周期,防止浸提时间过长而导致蚕蛹油被蚕蛹蛋白反吸附,确定选取 1 h 为最佳浸提时间。

2.3.3 浸提温度对得率的影响

采用石油醚按 1:3 的料液比,在不同温度下浸提 1 h,结果如图 4。由图所示,在 30 ℃ 内随着温度的升高,提油得率逐渐增大,超过 30 ℃ 后,提油率呈逐渐减小的趋势,由于 30 ℃ 达到石油醚的沸点,升高温度使石油醚沸腾而挥发,导致料液比改变,影响提油效果,进而提油率下降,因此,选取 30 ℃ 为最佳提取温度。

2.4 正交实验结果分析

石油醚浸提蚕蛹油条件与提油率的关系见表 2,由于试验指标是提油率,指标越大越好,通过表中分析可看出,各因素对提油率的影响程度为料液比 > 浸提温度 > 浸提时间,最优因素水平组合为 $A_3B_3C_3$,即料液比为 1:4,浸提时间为 3 h,浸提温度

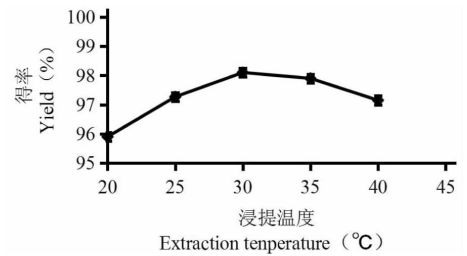


图 4 不同浸提温度对蚕蛹油提取率的影响

Fig. 4 The effect of different extraction temperatures on extraction rate of pupal oil

为 30 ℃。在最优因素水平组合下,进行验证试验,蚕蛹油的提取率为 99.8%,但该水平组合消耗溶剂量大,浸提时间长,导致后续溶剂处理工作量更大。通过正交实验结果表中可看出料液比(A)的均值 K_2 和 K_3 以及浸提时间(B)的均值 K_1 和 K_3 相差不大,结合溶剂成本,时间效率及后续处理工作量等多方面的因素,选取组合 $A_2B_1C_3$,即料液比为 1:3,浸提时间为 1 h,浸提温度为 30 ℃。在该组合下,进行验证试验,蚕蛹油的得率为 99.5%。

表 3 正交实验设计与结果

Table 3 The orthogonal design and results of the experimentation

试验号 Test No.	A	B	C	得率 Yield (%)
1	1	1	1	97.0
2	1	2	2	97.2
3	1	3	3	97.5
4	2	1	2	98.1
5	2	2	3	98.4
6	2	3	1	98.2
7	3	1	3	98.6
8	3	2	1	98.2
9	3	3	2	98.8
K_1	97.233	97.900	97.800	
K_2	98.233	97.933	98.033	
K_3	98.533	98.167	98.167	
极差 Range	1.300	0.267	0.367	
较优水平组合 $A_3B_3C_3$				
Best level combination $A_3B_3C_3$				

3 讨论

本研究以干蚕蛹为原料,对比不同方法后确定采用石油醚浸提法提取蚕蛹油,通过单因素与正交试验确定石油醚浸提蚕蛹油的最佳条件为料液比 1

:3,浸提时间 1 h,浸提温度 30 ℃,在该条件下进行实验验证,蚕蛹油的提取率为 99.5%,所提蚕蛹油的酸价为 6.9 mg/g,过氧化值为 0.18 g/100 g,经活性炭及真空脱色除臭处理后的蚕蛹油淡黄透亮,可

进一步深加工应用于食品、医药、工业等领域。

Zhang 等^[11]采用正己烷作为浸提溶剂进行优化,料液比为 1:6,浸提温度 40 ℃,浸提时间 3 h,研究结果蚕蛹油提油率达到 26.0%。Zhang 等^[12]采用水酶法提取蚕蛹油,其酶解温度为 50 ℃,酶的添加量为 2.0%,酶解时间为 4 h,结果提油率为 23.6%。Cai 等^[13]对正己烷浸提蚕蛹油进行研究,确定最佳浸提工艺,料液比 1:8,浸提温度 40 ℃,浸提时间 2 h,该条件下提油率为 23.89%。与上述实验相比,本研究所确定的提取工艺具有提取溶剂少、提取温度低、提取时间短且提油率高的优势,能在一定程度上节约生产原料与时间成本,可为工业化生产蚕蛹油提供参考。

参考文献

- 1 Zou YX, Hu TG, Shi Y, et al. Silkworm pupae oil exerts hypercholesterolemic and antioxidant effects in high-cholesterol diet-fed rats[J]. *J Sci Food Agr*, 2017, 97:2050-2056.
- 2 Wu QY, Jia JQ, Du JJ, et al. Optimization of preparation technology of ACE-inhibitory peptides from silkworm pupae protein by coupled ultrasound-ionic liquids pretreatment[J]. *J Food Sci Biotechnol* (食品与生物技术学报), 2014, 33: 633-640.
- 3 Longvah T, Manghtya K, Qadri SS. Eri silkworm: a source of edible oil with a high content of α -linolenic acid and of significant nutritional value[J]. *J Sci Food Agr*, 2012, 92: 1988-1993.
- 4 Zhu XP. Research advancement on development and utilization of silkworm pupa oil[J]. *Packag Food Mach* (包装与食品机械), 2012, 30(2): 53-56.

- 5 Jia JQ, Wu QY, Du JJ, et al. Optimization of ultrasonic-assisted enzymatic extraction of silkworm pupa oil and analysis of fatty acid composition[J]. *Food Sci* (食品科学), 2014, 35(16): 52-57.
- 6 Jiang YZ. Study on the technology of extracting silkworm pupa oil by absolute ethanol[J]. *Food Ind* (食品工业), 2013, 34(4): 80-82.
- 7 Liu C, Chen JB, Hua M, et al. Extraction of zeeean fatty acids and volatile oils and gas chromatography-mass spectrometry[J]. *Food Ind* (食品工业), 2019, 40(5): 33-36.
- 8 Xu J. Study on the properties of silkworm pupa oil and its purification of α -linolenic acid[D]. Chongqing: Xinan University (西南大学), 2011.
- 9 Zhang LL, Zhang YP, Chen M, et al. Advances in extraction methods and efficacy of silkworm pupa[J]. *Northern Seric* (北方蚕业), 2017, 38(2): 1-8.
- 10 Meng XY, Liu X, Ge LG, et al. Preparation of unsaturated fatty acid ethyl ester and caffeic acid monoglyceride by chemical enzymatic method for silkworm pupa oil raw materials[J]. *Seric Sci* (蚕业科学), 2018, 44(1): 119-127.
- 11 Zhang LL, Zhang YP, Zhao P, et al. Optimization of the extraction of silkworm pupa oil by n-hexane extraction[J]. *Chin Seric* (中国蚕业), 2016, 37(1): 31-35.
- 12 Zhang DP, Su XJ, He XJ, et al. Optimization of process conditions for extracting silkworm pupa oil by enzymatic hydrolysis[J]. *Seric Sci* (蚕业科学), 2013, 39: 828-831.
- 13 Cai S, He JJ, Shi JB, et al. Extraction of silkworm pupa oil and analysis of its components[J]. *Food Ferment Ind* (食品与发酵工业), 2015, 41: 239-243.

(上接第 76 页)

- 19 Pan R, Bai XL, Chen JW, et al. Exploring structural diversity of microbe secondary metabolites using OSMAC strategy: a literature review[J]. *Front Microbiol*, 2019, 10: 294-313.
- 20 Xiao J, Zhang Q, Gao YQ, et al. Secondary metabolites from the endophytic *Botryosphaeria dothidea* of melia azedarach

and their antifungal, antibacterial, antioxidant, and cytotoxic activities[J]. *J Agr Food Chem*, 2014; 62: 3584-3590.

- 21 Zhao DL, Cao F, Wang CY, et al. Alternatone A, an unusual perylenequinone-related compound from a soft-coral-derived strain of the fungus *Alternaria alternata* [J]. *J Nat Prod*, 2019, 82: 3201-3204.