

Experimental Research and Practice on Extraction and Refining of Biomass Oil

Feng Zhu*, Yueteng Lai, Zhaofeng Song, Shiman Weng, Jiamin Chen, Simin Wu, Gengchang Huang, Chaowen Lu, Siqu Lin

Foshan City Engineering & Technology Research Center for Bioactive Natural Products & Functional Chemicals, School of Environment & Chemical Engineering, Foshan University, Foshan Guangdong
Email: *zhufeng@fosu.edu.cn

Received: Mar. 27th, 2019; accepted: Apr. 11th, 2019; published: Apr. 18th, 2019

Abstract

In view of the experiment course Biomass Chemical Technology Experiment opened in our university, the experiment item "Extraction and Refining of biomass oil", which is suitable for students, is studied in this paper. Soybean oil was extracted from soybean by reflux immersion and refined by silica gel adsorption. The main components of soybean oil were analyzed by liquid chromatography, and good experimental results were obtained. The results show that the experimental project can be included in the curriculum syllabus of Biomass Chemical Technology Experiment as a compulsory experimental project.

Keywords

Biomass Oil, Extraction, Silica Gel Adsorption, Liquid Chromatography, Experimental Research and Practice

“生物油脂的提取与精制” 实验研究与实践

朱 峰*, 赖悦腾, 宋照风, 翁诗曼, 陈佳敏, 吴思敏, 黄耿昌, 卢超文, 林思琪

佛山科学技术学院环境与化学工程学院佛山市活性天然产物与功能化学品工程技术研究中心, 广东 佛山
Email: *zhufeng@fosu.edu.cn

收稿日期: 2019年3月27日; 录用日期: 2019年4月11日; 发布日期: 2019年4月18日

摘 要

针对我校新开实验课程《生物质化工技术实验》, 研究了适合学生的实验项目“生物油脂的提取与精制”。

*通讯作者。

文章引用: 朱峰, 赖悦腾, 宋照风, 翁诗曼, 陈佳敏, 吴思敏, 黄耿昌, 卢超文, 林思琪. “生物油脂的提取与精制”实验研究与实践[J]. 创新教育研究, 2019, 7(2): 189-193. DOI: 10.12677/ces.2019.72034

实验以黄豆为原材料,采用回流浸泡提取豆油,利用硅胶吸附法对豆油进行精制,通过液相色谱法分析豆油主要成分,取得了良好实验效果。结果表明,本实验项目可以作为必开实验项目列入《生物质化工技术实验》课程教学大纲。

关键词

生物油脂,提取,硅胶吸附法,液相色谱,实验研究与实践

Copyright © 2019 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

在长期的实验教学改革与创新过程中[1] [2] [3],为应对新时代科技革命和产业变革的挑战,加快工程教育改革创新,围绕产业转型升级(重点是粤港澳大湾区),培养对生物质化工的基本概念、基本理论、实验方法以及应用前景和发展方向有足够了解和认识并适应生物质化工技术发展的创新型卓越工程科技人才,我校化学工程与工艺专业人才培养计划以“新工科”理念为指引,结合社会和产业的时代需求,创新性地开设了《生物质化工技术实验》特色课程。为该课程研究开发出相应的综合性实验项目是当前迫切需要解决的问题之一。

随着化石资源的日渐枯竭以及不可降解性导致的环境污染,人们迫切需要寻找到能够替代化石资源的新型资源[4]。生物质资源被认为是替代化石资源的最佳选择。而生物油脂作为生物质资源中的一种重要可再生资源,既是人类的主要营养食品之一,又是一类重要的化工原料[5],广泛应用于制皂、提炼脂肪酸和甘油以及生产油漆和油墨,还是一种重要的可再生能源。因此,让化工专业学生掌握生物油脂的提取方法和纯化技术具有重要的意义。

本实验以黄豆为原料制取豆油,目的是使学生掌握浸出法提取生物油脂的原理和技术。

2. 实验部分

2.1. 仪器与试剂

仪器:HERATHERM 烘箱(美国赛默飞世尔科技公司),150 B 摇摆式高速中药粉碎机(浙江瑞安市永历制药机械有限公司),DF-101S 集热式恒温加热磁力搅拌器(上海力辰邦西仪器科技有限公司),RV8 真空旋转蒸发仪(德国 IKA),prep 150 型高效液相色谱系统(美国 Waters)。

试剂:石油醚(30℃~60℃),乙酸乙酯(A.R.),甲醇(HPLC),无水乙醇(A.R.),柱层析硅胶(200~300目)。

材料:黄豆(市售)。

2.2. 实验方法

2.2.1. 生物油脂的提取

原材料预处理:将黄豆置于 105℃烘箱中烘烤 30 min 后,粉碎,过 50 目筛。

回流浸泡提取:准确称取 100 g 黄豆粉置于 500 mL 标口锥形瓶中,加入 250 mL 乙酸乙酯,放入磁力搅拌子,装上回流冷凝管,接通冷凝水,开动搅拌,水浴加热至沸腾,回流搅拌提取 30 min,取出锥

形瓶，稍冷后抽滤。滤渣再重复提取一次。两次滤液合并，于 50℃真空旋转蒸发回收乙酸乙酯，得到粗豆油 18.50 克，得油率 18.50%。

2.2.2. 生物油脂的精制

取“2.2.1”得到的粗豆油用石油醚稀释至约 25 mL 制成样品溶液。

采用干法装柱，以石油醚为装柱溶剂，将 50 mL 柱层析硅胶(200~300 目)装入一根砂芯玻璃层析柱内(40 × 400 mm)，待石油醚液面与硅胶面平齐时，沿层析柱内壁四周注入粗豆油样品溶液，并用少量石油醚冲洗内壁，使样品全部被硅胶吸附。然后用 150 mL 石油醚 - 乙酸乙酯(80/20, v/v)混合溶剂洗脱。收集洗脱液合并，于 50℃真空旋转蒸发回收溶剂，得到纯豆油 16.85 克，豆油回收率 91.08%。

2.2.3. 生物油脂的高效液相色谱分析

样品准备：取 1 mL “2.2.2”得到的纯豆油，用 5 mL 无水乙醇稀释，制成样品溶液，通过 0.45 μm 针头式过滤器过滤到样品瓶中。

色谱分析条件：色谱柱：C18 OBD™ 柱(19 mm × 250 mm × 5 μm)；进样量：500 μL (自动进样)；流动相：甲醇；流速：5 mL/min；紫外检测波长：254 nm。

3. 结果与讨论

3.1. 生物油脂的提取

实验原材料可以是黄豆，也可以是花生、芝麻、玉米等油料。不同油料含油量不同，油脂主要成分也不同。本实验选用黄豆为原材料。在提取豆油前，黄豆要进行预处理，即在 105℃烘箱中烘烤至少 30 min 后，粉碎过筛，以获得高的提油率。为了节约学生实验时间，可以在课前提前将黄豆材料进行烘烤。

生物油脂的制取常用方法有熔出法、压榨法和浸出法，具体选用哪种方法跟油料种类有关。从黄豆制豆油，常采用机械压榨法和浸出法。浸出法是一种先进的油脂提取方法，多采用连续方式生产，适宜大规模生产。而浸出法又有索氏提取法、渗漉提取法、热浸提取法和冷浸提取法等等[6] [7] [8]。本研究试验对比发现，索氏提取法、渗漉提取法和冷浸提取法耗时较长，在规定课时内学生难以完成后续实验操作。而通过回流浸泡提取豆油，从黄豆粉碎过筛，到得到粗豆油产品，学生在 2 学时内可以完成，并且照样可以获得较高提油率。因此，本实验选用回流浸泡提取法提取豆油。

生物油脂是高级脂肪酸的甘油酯，极性较低，可溶于正己烷、石油醚、汽油、乙醚、苯、乙酸乙酯等有机溶剂。本实验提取豆油选用的溶剂乙酸乙酯，是来自于学生《有机化学实验》“乙酸乙酯的制备”得到的实验产品[2]。此举的目的在于，一方面，使不同课程互相交叉融合，加深学生对“乙酸乙酯的制备”实验产品的认识，另一方面节约了实验运行经费。特别是，还培养了学生节能环保意识。

3.2. 生物油脂的精制

通过浸出法提取得到的粗油脂，含有一定数量的非甘油酯成分，主要包括色素、游离脂肪酸、磷脂、类固醇及蜡等物质。油脂的精制[9] [10]，常采用热水洗涤法除去水溶性杂质，利用碱液法除去游离脂肪酸，运用吸附法除去色素，通过直接蒸汽吹入法除臭，等等。把这些方法联合运用可以达到很好的纯化精制效果。但多种方法联用，步骤繁琐，耗时较长，学生难以在规定时间内完成。本研究发现采用硅胶短柱吸附分离纯化豆油，可以达到较好的分离纯化效果。从稀释样品，装硅胶柱，上样，洗脱油脂，收集溜分，到真空旋转蒸发回收洗脱剂得到纯油脂，学生在 2 学时内可以完成任务。但必须注意的是，硅胶柱不能过长，否则洗脱速度太慢，耗时较长，另外，洗脱溶剂极性不能太大，否则一些杂质也跟着被洗脱，达不到纯化效果。试验结果表明，采用二倍量油脂的硅胶装柱，用二倍到三倍量硅胶的石油醚-乙

酸乙酯(80/20, v/v)混合溶剂洗脱, 就可以获得满意的精制效果。

3.3. 生物油脂的高效液相色谱分析

生物油脂的成分分析[11][12][13]可以采用气相色谱法、气相色谱-质谱联用法、液相色谱法、液相色谱-质谱联用法。根据实验室条件来选用。由于我校气相色谱-质谱联用仪和液相色谱-质谱联用仪归属测试分析中心, 因此, 本实验项目把气相色谱-质谱联用分析和液相色谱-质谱联用分析设置为课外开放实验, 不占用课内实验学时。

根据文献[11]报道, 大豆油的主要成分是亚油酸、油酸和软脂酸。本实验采用液相色谱法分析豆油实验产品。在本实验分析条件下, 得到豆油的液相色谱图(图1)。从图1可以看出, 本实验产品豆油主要成分有3种, 分别出现在保留时间为15.05 min、15.98 min和17.05 min, 3种主要成分的色谱峰互相重叠, 未能完全分离。在10~13 min处还有少量的其它物质峰出现。另外, 实验结果还提示, 20 min以后基本没有物质峰出现。因此, 在本分析条件下, 把运行时间缩短为20 min, 采用连续自动进样, 利用实验中心的2台液相色谱仪, 可以在规定实验课学时内使全部实验组别都完成自己的实验样品分析。

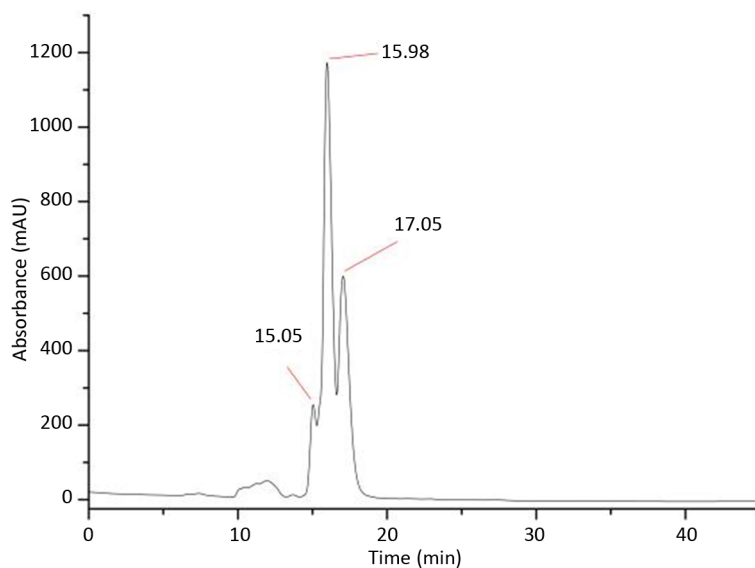


Figure 1. Liquid chromatogram of soybean oil
图1. 豆油液相色谱图

本实验项目设计通过液相色谱法分析豆油成分, 旨在使学生对自己实验产品有更全面的认识, 培养学生掌握大型仪器设备的原理和操作方法, 同时还可以提高实验中心大型仪器设备的使用率。

4. 结论

本实验项目以黄豆为原材料, 通过乙酸乙酯回流浸泡提取豆油, 采用硅胶吸附分离纯化豆油, 利用液相色谱分析豆油实验产品成分, 共三大实验环节, 可以充分锻炼学生的实验动手能力。总计耗时约需8学时, 建议实验项目设置实验学时为8学时。

本实验项目属于油脂化工和生物化工技术领域, 与日常生活联系紧密, 并密切结合当前的新能源开发和节能环保热点, 引起了学生的极大兴趣。我校广东省化学实验教学示范中心实验条件完全具备, 因此, 本实验项目可以作为必开实验列入《生物质化工技术实验》课程教学大纲对化工专业学生开出。

本实验产品豆油可以用作下一个实验项目“碱催化油脂制备生物柴油”的实验原料。

基金项目

本工作得到佛山科学技术学院实验室开放创新基金重点项目(201902)资助。

参考文献

- [1] 朱峰, 赖悦腾, 洪茵. 槐花米中芦丁的提取实验教学内容创新设计[J]. 创新教育研究, 2017, 5(3): 233-237.
- [2] 朱峰, 赖悦腾, 洪茵. 乙酸乙酯的制备实验教学内容设计[J]. 广东化工, 2017, 44(18): 204-205.
- [3] 宋照风, 刘弋潞, 王春燕, 等. 高校化学实验教学中心仓库安全管理控制探究[J]. 广州化工, 2018, 46(23): 180-181.
- [4] 杜君臣, 张爱敏, 夏文正, 等. 动植物油脂加氢制备生物燃油催化剂研究进展[J]. 功能材料, 2014, 45(9): 9008-9012.
- [5] 王东军, 姜伟, 赵仲阳, 等. 油脂制备生物柴油工业化技术进展[J]. 天然气化工, 2017, 42(5): 114-119.
- [6] 张梦, 程露萍, 李昌灵, 等. 三种浸提方法从普通小球藻中提取油脂的比较研究[J]. 食品工业科技, 2013, 34(8): 245-248, 252.
- [7] 刘雪芳, 郝利平, 常月梅. 索氏抽提法提取核桃油工艺的优化[J]. 山西农业科学, 2017, 45(1): 34-36.
- [8] 石蕊, 刘智龙. 索氏提取法测定大豆中油脂的应用研究[J]. 陕西农业科学, 2009, 55(6): 75-76.
- [9] 陈莉, 刘玉兰, 胡爱鹏, 等. 大豆油脱臭及馏出物捕集工艺对产物品质的影响[J]. 河南工业大学学报(自然科学版), 2018, 39(5): 43-50.
- [10] 管述哲, 刘宣池, 张乐涛, 等. 改性大豆油硅胶吸附脱色工艺研究[J]. 中国油脂, 2017, 42(12): 55-57.
- [11] 袁利文. 植物油中主要脂肪酸含量的分析[J]. 中国检验检测, 2018(1): 18-21.
- [12] 何榕, 山晓琳, 董方圆, 等. 反相超效液相色谱-质谱联用分离分析食用油中的甘油三酯[J]. 分析化学, 2015, 43(9): 1377-1382.
- [13] 唐君苹, 曾宝, 黄孟秋, 等. 反相高效液相色谱法测定巴豆油中游离型和结合型亚油酸的含量[J]. 中南药学, 2012, 10(11): 811-814.

知网检索的两种方式:

1. 打开知网页面 <http://kns.cnki.net/kns/brief/result.aspx?dbPrefix=WWJD>
下拉列表框选择: [ISSN], 输入期刊 ISSN: 2331-799X, 即可查询
2. 打开知网首页 <http://cnki.net/>
左侧“国际文献总库”进入, 输入文章标题, 即可查询

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: ces@hanspub.org