

多通道可回收型中试亚临界流体萃取装置的改造及功能拓展

谭亮^{1,2}, 陈涛^{1,2}, 杲秀珍^{1,2}, 赵静^{1,2}, 贺明珠^{1,2}, 李玉林^{1,2}

(1. 中国科学院西北高原生物研究所公共技术服务中心, 青海西宁 810001;

2. 中国科学院西北高原生物研究所青海省青藏高原特色生物资源研究重点实验室, 青海西宁 810001)

摘要: 以中试亚临界流体萃取装置为基础, 将萃取金属滤管改造为多通道非对称性微孔复合陶瓷膜滤芯, 增加萃取溶剂回收系统以及相关重要部件的安装与调试, 实现了系统压力在 1.55 ± 0.05 Mpa 范围内波动, 稳定可控。植物油萃取效率提高到 95% 以上, 平均提取时间缩短了 75% 左右。对植物油中脂肪酸、挥发性有效成分可进行准确性、定量分析。平均回收率在 93% 左右, 实现了萃取溶剂有效回收利用, 节能减排, 从而实现了仪器的多通道可回收型升级改造, 达到了仪器萃取能力提升的目的。

关键词: 中试亚临界流体萃取装置; 多通道可回收型; 非对称性微孔复合陶瓷膜滤芯; 萃取溶剂回收系统; 仪器改造
中图分类号: O351.2 文献标志码: B 文章编号: 1006-3757(2019)04-0219-09

DOI: 10.16495/j.1006-3757.2019.04.002

Modification and Development of Multichannel Recyclable Pilot Sub-Critical Fluid Extraction Device

TAN Liang^{1,2}, CHEN Tao^{1,2}, GAO Xiu-zhen^{1,2}, ZHAO Jing^{1,2}, HE Ming-zhu^{1,2}, LI Yu-lin^{1,2}

(1. *Public Technical Service Center, Northwest Institute of Plateau Biology, Chinese Academy of Sciences, Xining 810001, China;*

2. *Qinghai Key Laboratory of Qinghai-Tibet Plateau Biological Resources, Northwest Institute of Plateau Biology, Chinese Academy of Sciences, Xining 810001, China)*

Abstract: Based on the pilot sub-critical fluid extraction device, through the modification of metal filter basket for extraction to the multichannel asymmetric microporous composite ceramic membrane filter element, the increase of extraction solvent recovery system and the installation and adjustment of relevant important parts, the qualitative and quantitative analysis of fatty acids and volatile active components in plant oil can be realized accurately, and the system pressure was fluctuated within 1.55 ± 0.05 Mpa and was stable and controllable, the extraction efficiency of plant oil was increased to more than 95%, the average extraction time was shortened by about 75%. The average recovery was about 93%, the effective recovery and utilization of extraction solvent, the energy conservation and emissions reduction can also be realized. Thus, the escalation and modification of the multichannel recyclable mode instrument is realized, and the purpose of increasing the extraction capacity of the instrument is achieved.

Key words: pilot sub-critical fluid extraction device; multichannel recyclable; asymmetric microporous composite ceramic membrane filter element; microporous asymmetric membrane extraction filter; extraction solvent recovery system; instrument modification

收稿日期: 2019-11-07; 修订日期: 2019-12-10.

基金项目: 中国科学院兰州区域中心 2019 年度自主知识课题 (lz201903), 中国科学院仪器设备功能开发技术创新项目 (2018gl11), 青海省重点实验室发展建设专项 (2017-ZJ-Y10)

作者简介: 谭亮 (1984-), 男, 工程师, 硕士, 主要从事食品检测与天然产物成分分析研究, E-mail: tanliang@nwipb.cas.cn.

亚临界流体萃取是一种新型的萃取与分离技术^[1]。其利用亚临界流体的特殊性质,物料在萃取罐内注入亚临界流体浸泡,在一定的料液比、萃取温度、萃取时间、萃取压力、萃取剂和夹带剂及搅拌、超声波的辅助下,依据有机物相似相溶的原理,通过萃取物料与萃取剂在浸泡过程中的分子扩散过程,达到固体物料中的脂溶性成分转移到液态萃取剂中的萃取过程。萃取混合液经过固液分离后进入蒸发系统,在压缩机和真空泵的作用下,根据减压蒸发的原理将萃取剂由液态转为气态从而得到目标提取物。该技术适合于亚临界萃取的溶剂沸点都低于周围的环境温度,一般沸点在 0℃ 以下,20℃ 时的液化压力在 0.8 MPa 以下^[2]。目前该技术已成功应用于天然产物提取、食品工业、中药(包括复方中药)行业、动植物油脂提取、天然色素行业、天然香料行业、特种油脂提取等方面^[3-7]。

广州市浩立生物科技有限公司生产的 3×10L+1L 中试亚临界流体萃取装置具有提取产品中溶剂残留少、不会对物料中的热敏性成分造成损害等特点,尤其适用于植物色素提取、药材成分提取、羊毛脱脂等,脱溶过程不必对物料加热,生产运行成本低。但同时,其性能方面存在着一些缺陷:(1) 萃取罐中只有一个金属滤筐,萃取溶剂与物料内部接触不充分,提取时间长,由此还导致系统压力不稳定,波动大。(2) 由于没有萃取溶剂回收系统,萃取溶剂被随意排放。若使用液化石油气作为萃取溶剂,存在着火灾爆炸的安全隐患。若使用 1,1,1-三氟乙烷(R134a)作为萃取溶剂,同样存在着污染环境的问题。因此,在现有仪器的基础上,根据仪器自身的工作原理和性能指标,将金属滤筐换成由无机材料制备成的多层不对称结构的复合陶瓷膜滤芯,增加了提取溶剂与物料的接触面积,极大缩短了提取时间,提取效率提高,同时还解决了萃取溶剂堵塞现象,仪器稳定可控。同时增加萃取溶剂回收系统,物料脱溶气收集、加压、净化后回收,保证回收溶剂的清洁、高效,达到了节能减排的目的。

1 萃取金属滤筐改造

在原有萃取金属滤筐的基础上,从萃取罐的容积、物料比表面积、滤芯材料、额定进气量等角度考虑,完成萃取滤芯的设计与选型。萃取液与物料充分接触,提高了相同时间内的粗提物得率,缩短了提取时间,减少贵重药材的装入体积,同时还改善了萃

取溶剂的堵塞现象,系统压力波动变化小,在 1.55±0.05 MPa 范围内波动,稳定可控。

1.1 萃取滤芯材料的制备

工业无机多孔分离膜主要由三层结构组成,即多孔载体、过渡层和活性分离层。多孔载体的作用是增加膜的机械强度,需要更大的孔径和孔隙率,增加渗透性并降低渗透阻力。在多孔载体和活性分离层之间插入金属和碳化硅过渡层,以防止颗粒在制备活性分离层期间渗透多孔载体。活性分离层是通过各种方法支撑在多孔载体或过渡层上的膜层,其分离过程主要发生在该薄膜层中^[8]。

无机膜具有机械强度较大、耐高温且热稳定性强、化学稳定性相对较好、使用周期长、抗生物老化能力强等优点^[9]。无机陶瓷膜的研究分为膜、支撑体的制备及膜和支撑体的结合性。目前,国内外众多研究工作者在多孔陶瓷膜方面展开了一定研究,如李江等^[10]以 γ - Al_2O_3 为骨料,纳米 α - Al_2O_3 粉体为添加剂,氧化镁和二氧化硅为烧结助剂,采用常压烧结工艺制备,可以有效降低支撑体烧结温度,降低支撑体的成本。文献[11-12]采用干压成型工艺和固态粒子烧结法制成圆板型多孔 α - Al_2O_3 无机陶瓷膜支撑体,并使用浸渍提拉法涂膜。文献[13]则采用导电涂层的方法在多孔陶瓷膜支撑体上进行了涂层。

实际萃取滤芯的改造前后示意图如图 1 所示。通过单因素循环、正交试验和方差分析,确定:(1) 从 Al_2O_3 粉末→造粒→压制→烧结这个过程的最佳制备条件为:烧结温度 950℃,造粒粒度 10 μm ,造孔剂加入量 30%。(2) 从烧结成的 Al_2O_3 多孔陶瓷片→涂敷溶胶→干燥→烧结→非对称性微孔复合陶瓷膜这个过程的最佳制备条件为:涂敷次数为 4 次,烧结温度 800℃,溶胶浓度 0.5 g/mL。

1.2 萃取滤芯的设计定制

1.2.1 微孔复合陶瓷膜萃取滤芯

最终按照“1.1”最佳条件,一共设计了 5 种不同通道(3~7 通道)的微孔复合陶瓷膜萃取滤芯。滤芯配套不锈钢固定端头,可方便拆卸更换。综合萃取滤芯的公称长度等因素,在萃取滤芯放入萃取罐之前事先加垫紫铜圈(外径 12 cm,内径 11.3 cm,高度 1.8 cm)以增加萃取滤芯与萃取罐底部的空隙,使萃取溶剂顺利通过萃取罐体,减小了系统压力,很好地解决了堵塞现象。陶瓷膜具体技术参数如下:单通道外径 2.5 cm,单通道内径 2.0 cm,有效膜面积 0.113~0.264 m^2 (3~7 通道),陶瓷膜材质孔径



图 1 萃取滤芯改造前后示意图

Fig. 1 Schematic diagram of extraction filter before and after modification

6 μm 强度: 耐内压 1.5 MPa ,耐外压 1.6 MPa ,适用温度 0~400 °C ,单通道公称长度: 60.0 cm.

1.2.2 通道数对粗提物得率的影响

在确定枸杞籽粗提物得率的最佳提取工艺为提取压力 1.55 Mpa、提取温度 60 °C、提取时间 6 h、夹带剂为 80%乙醇等条件下,考察了微孔复合陶瓷膜滤芯 3~7 不同通道对枸杞籽粗提物得率的影响,试验结果如图 2 所示. 由图 2 可见,随着萃取滤芯通道数逐渐增加,滤芯重量和装样量也随

之增加,粗提物得率变化不大,无显著性差异 ($P > 0.05$),提取时间逐渐延长,但是 7 通道萃取滤芯的提取时间显著增加 ($P < 0.05$). 分析其原因是 7 通道滤芯重量和装样量均为最大,装入萃取罐时与萃取罐底部接触过于紧密,对萃取罐底部造成较大压力,从而使得萃取溶剂出现一定的堵塞现象,萃取溶剂通过萃取罐体不顺畅. 最终通过系统压力、管路流量的稳定性以及萃取时间的长短等因素,确定 6 通道萃取效果最佳.

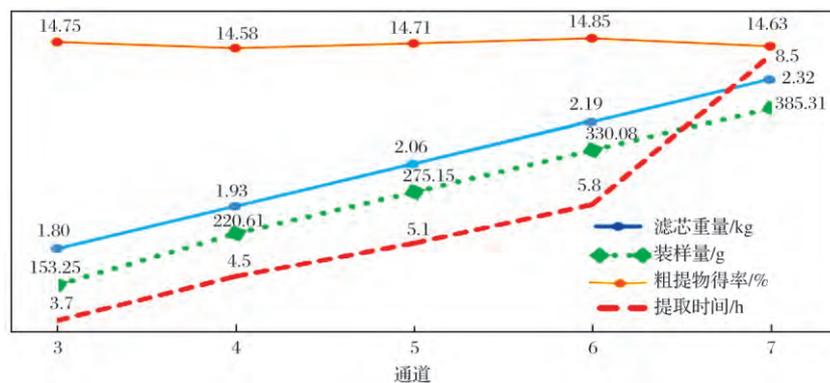


图 2 不同通道微孔复合陶瓷膜滤芯重量、装样量、粗提物得率和提取时间曲线图

Fig. 2 Curve graph of filter weight , sample loading quantity , yield of crude extract and extraction time from different channels of microporous composite ceramic membrane filter element

2 增加萃取溶剂回收系统

在原有萃取工艺流程中的溶剂、萃取和分离这

3 部分系统的基础上,新增加了萃取溶剂回收系统,实现了萃取溶剂的回收利用,达到节能减排的目的. 对于使用液化石油气这种易燃易爆的萃取溶剂,可

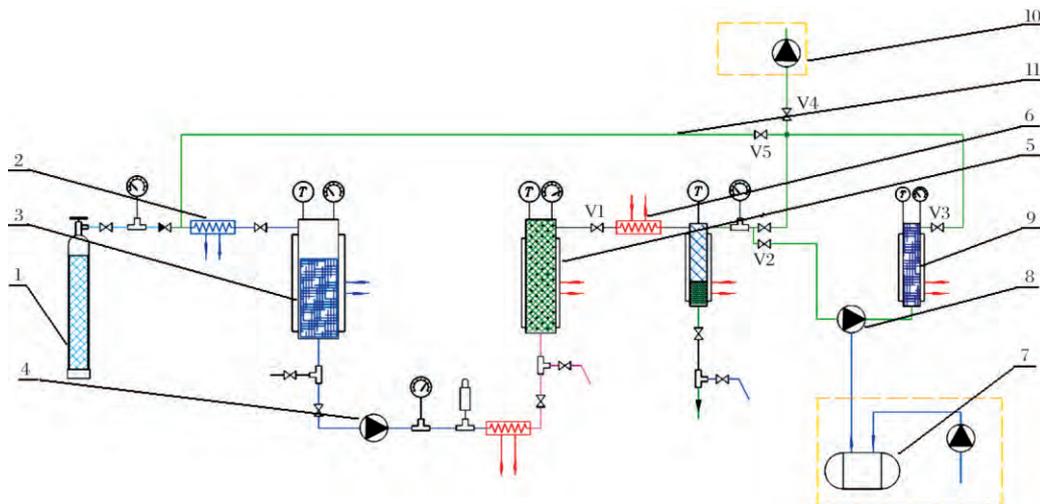


图 3 改造后新增加的萃取溶剂回收系统示意图

Fig. 3 Schematic diagram of new added extraction solvent recovery system after modification

(1) 萃取气瓶, (2) 冷凝装置降温, (3) 萃取气体储罐, (4) 加压泵, (5) 萃取釜串并联系统, (6) 换热装置升温, (7) 室外驱动空气压缩机, (8) 气体驱动压缩泵, (9) 气体过滤净化装置, (10) 室外真空泵组, (11) 气体回收管路

以极大地降低由液化石油气排放而引起的火灾爆炸的安全隐患。此外,在溶剂回收使用前增加了气体过滤净化装置,以保证回收萃取溶剂的清洁、高效。改造后新增加的萃取溶剂回收系统设计示意图如图 3 所示,其中重要的部件包括驱动空气压缩机、气体驱动压缩泵、气体过滤净化装置、气体回收管路以及管路切换阀等。

2.1 回收系统中各重要部件技术参数

(1) 驱动空气压缩机: 主要包括开关总成、接线盒、全铜电机、网状安全罩 4 部分。型号: 0.9-8/12.5 功率: 7.5 KW 转速: 980 r/min 压力: 0.8 MPa, 电压: 380 V 容积流量: 0.9 m³/min 净量: 172 kg 储气罐: 170 L 外形尺寸: 151×56×100 cm 性能: 低噪音、防爆。

(2) 气动驱动压缩泵: 其特点是自动保压,补充泄露压力。操作安全,压缩气体驱动,无电弧和火花,可用于易燃易爆场合,且输出压力高。型号: GD4 材质: 不锈钢,驱动方式: 气液增压,增压比: 4:1,出口压力: 3.2 MPa,驱动接口尺寸: G 1/2,入口、出口接口尺寸: NPT 1/2,用途: 特殊石油气防爆气体增压泵。

(3) 气体过滤净化装置: 全不锈钢加强型设计,耐高压耐腐蚀。特殊快拆结构,可实现圆形平盖的快速装卸。结构部件制造方便、重量轻、密封可靠、能够简易地更换针对石油气杂质以及水分的吸收材料等特点,设计示意图如图 4 所示。壳体: 不锈钢材

质 滤网、排污堵头、螺栓/螺母: 304 不锈钢材质,密封件: 金属缠绕。

(4) 气体回收管路、阀门: 全 304 不锈钢高压专用无缝管、高压专用多级阀阵。

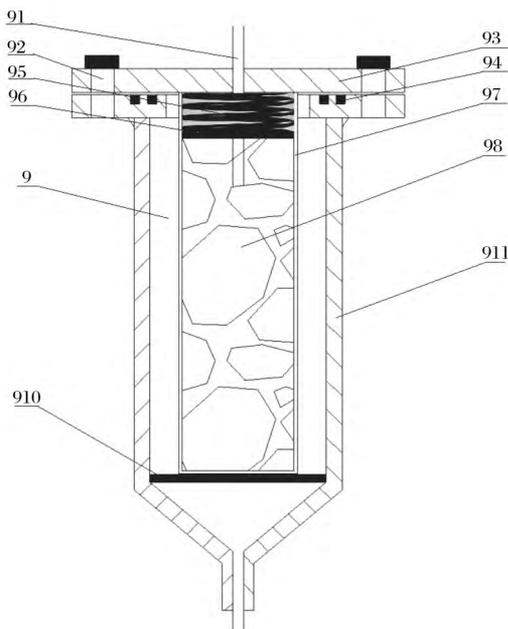


图 4 改造后气体过滤净化装置示意图

Fig. 4 Schematic diagram of gas filtration and purification device after modification

(91) 气体回收管路, (92) 两侧螺栓, (93) 端盖, (94) 螺丝, (95) 弹簧, (96) 不锈钢板, (97) 不锈钢微孔滤网, (98) 吸附剂(活性炭和 5A 分子筛), (910) 不锈钢微孔过滤板, (911) 不锈钢壳体

2.2 回收系统中各重要部件的安装与调试

委托广州市浩立生物科技有限公司按照项目技术要求对仪器进行了整体安装与调试。经测试,非对称性微孔复合陶瓷膜滤芯、管路切换阀、气体回收管路、驱动空气压缩机、气动驱动压缩泵和气体过滤净化装置等各主要部件运行情况良好,部件之间的密封性好无泄露,萃取过程中的制冷、萃取和分离温度到达时间短,系统压力、管路流量稳定可控,驱动空气压缩机和气体驱动压缩泵运行良好,并经过气体过滤净化装置能很好地将萃取溶剂回收至低温溶媒储罐中。低温溶媒储罐的液位计灵敏,可以开展功能验证试验。

3 应用实例

3.1 植物中小极性粗提物得率试验

提取压力、提取温度、提取时间、夹带剂种类和浓度是粗提物得率的主要影响因素,为保证提取率高效、稳定,更好地满足提取要求,项目完成安装后对上述影响提取的主要因素进行了测试。分别采用红果枸杞(枸杞果肉、枸杞籽)、沙棘籽和沉香等样品,对改造完成的仪器设备开展功能验证试验。参照仪器改造后我们自己制定的《3×10L+1L 多通道可回收型中试亚临界流体萃取装置操作规程》,对上述试验材料进行粗提物的提取,改造前后粗提物得率结果如表 1 所列。

表 1 改造前后在相同时间内不同试验材料粗提物得率测定结果

Table 1 Yield results of crude extract from different test materials in the same time before and after modification

样品	样品质量 /g	接收瓶质量 /g	接收瓶和粗提物质量/g	样品粗提物得率/%	完全提取所需总时间/h	备注
枸杞果肉	435.91	11.76	128.05	26.68	26.5	改造前
	365.29	12.02	140.23	35.10	5.5	改造后
枸杞籽	1 275.25	24.51	165.01	11.02	30.0	改造前
	330.08	32.55	81.62	14.87	6.0	改造后
沙棘籽	425.53	32.39	60.76	6.67	24.0	改造前
	380.64	32.56	65.77	8.73	5.8	改造后
沉香	496.57	11.79	24.56	2.57	23.3	改造前
	312.25	11.96	23.11	3.57	6.5	改造后

结果表明:(1)改造前在相同的时间内,枸杞果肉、枸杞籽、沙棘籽和沉香中粗提物得率依次为 26.68%、11.02%、6.67%、2.57%,提取率依次为 73.1%、70.7%、74.3%、69.0%,完全提取所需总时间依次为 26.5、30.0、24.0、23.3 h。(2)改造后在相同的时间内,枸杞果肉、枸杞籽、沙棘籽和沉香中粗提物得率依次为 35.10%、14.87%、8.73%、3.57%,提取率依次为 96.2%、95.4%、97.3%、95.7%,完全提取所需总时间依次为 5.5、6.0、5.8、6.5 h。(3)与改造前相比,改造后提取时间依次缩短了 79.2%、80.0%、75.8%、72.1%,在相同的时间内提取率依次增加了 31.6%、34.9%、30.9%、38.7%,提取效率由原来不到 75% 提高到 95% 以上。

3.2 仪器的稳定性考察试验

依据参考文献 [14] 测定了不同时间点枸杞籽和沙棘籽中油分含量,依据参考文献 [15] 测定了不

同时间点枸杞果皮和枸杞果肉中类胡萝卜素的含量,以考察改造后仪器的稳定性,结果如图 5~6 所示。

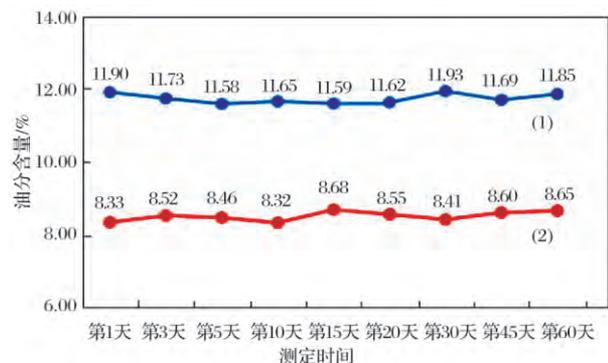


图 5 不同时间点油分含量测定结果图

Fig. 5 Figure of oil content determination results at different time points (1) 枸杞籽, (2) 沙棘籽

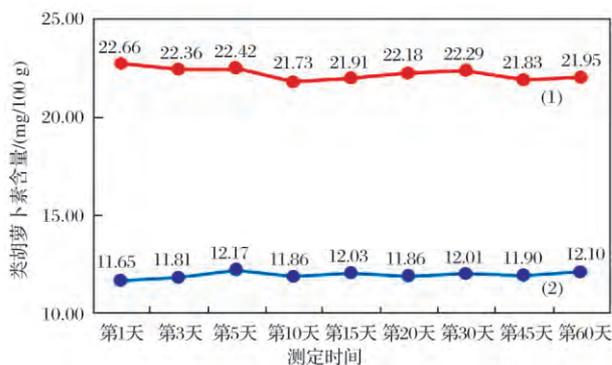


图 6 不同时间点类胡萝卜素含量测定结果图

Fig. 6 Figure of carotenoid content determination results at different time points

(1) 枸杞果肉, (2) 枸杞果皮

结果显示: 枸杞籽和沙棘籽中油分含量的 RSD 低于 2%, 枸杞果皮和枸杞果肉中类胡萝卜素含量的 RSD 低于 1.5%, 表明改造后的多通道可回收型中试亚临界流体萃取装置在 2 个月内提取稳定性良好。

3.3 萃取溶剂回收率试验

以体积为 10 L 的萃取罐为例, 装入 6 通道无机非对称复合陶瓷膜滤芯, 6 个滤芯通道的总体积为 0.001 13 m³。萃取结束后: (1) 待低温溶媒储罐液位

表指示低于 30 mm 时, 关闭变频器和高压柱塞泵停止。(2) 停止制冷和加热, 关闭恒温槽和冷水机总开关, 关闭防爆动力配电箱总开关。(3) 关闭分离罐与低温溶媒储罐之间管路切换阀, 并关闭低温溶媒储罐与萃取罐进气口之间管路切换阀, 打开气体驱动压缩机和净化罐的流路开关, 然后打开驱动空气压缩机(先打开最前端流路开关使其增加压力, 然后调节分阀使压力约为 30 kg/cm²), 完全放松萃取罐与分离罐之间的旋钮以控制二者之间的压力。罐体剩余空间气体为 280 mm, 管路中气体为 20 mm, 共计 300 mm, 通过驱动空气压缩机和气体驱动压缩机共同作用, 可将萃取罐(此时可关闭萃取罐的加热恒温槽)和分离罐中 280 mm 的气体回收至低温溶媒储罐中, 计算得萃取溶剂回收率达到 93.3%。

3.4 回收溶剂净化完全程度试验

采用文献[14]中第一法索氏提取法对枸杞果皮、枸杞果肉、枸杞籽和沙棘籽粗提物中的油分提取后进行脂肪酸分析, 以考察回收溶剂的净化完全程度, 是否存在上述不同油料样品提取之间的交叉污染情况。按文献[16]进行供试品溶液的制备, 并按照标准中的色谱条件进样测定, 采用面积归一化法计算不同样品中脂肪酸含量, 结果如表 2 所列, 标准和样品的色谱图如图 7 所示。

表 2 沙棘籽油、枸杞果皮油、枸杞果肉油和枸杞籽油中脂肪酸测定结果(面积百分比)

Table 2 Determination results of fatty acids contents in seabuckthorn seed oil, wolfberry peel oil, wolfberry puree oil and wolfberry seed oil (area percentage) /%

检测项目	沙棘籽油	枸杞果皮油	枸杞果肉油	枸杞籽油
肉豆蔻酸	0.4	0.3	0.6	0.4
棕榈酸	23.1	19.7	33.1	19.5
棕榈油酸	3.4	1.3	1.8	1.1
硬脂酸	2.2	2.5	2.5	2.5
油酸	19.7	29.3	25.1	30.0
亚油酸	30.6	23.4	20.9	23.1
花生酸	-	0.2	0.2	0.3
α-亚麻酸	21.1	16.7	13.0	15.5
11-二十碳一烯酸	0.4	3.9	1.6	4.2
二十碳二烯酸	-	0.2	-	0.5
二十二碳酸	-	-	-	-
芥酸	-	1.4	0.6	1.7
二十二碳五烯酸	0.1	-	-	0.4
二十四碳酸	-	-	0.2	0.1
二十四碳一烯酸	0.3	1.1	0.5	0.7
二十二碳五烯酸	-	-	-	0.1
二十二碳六烯酸	-	-	-	0.3

注: -表示未检出。

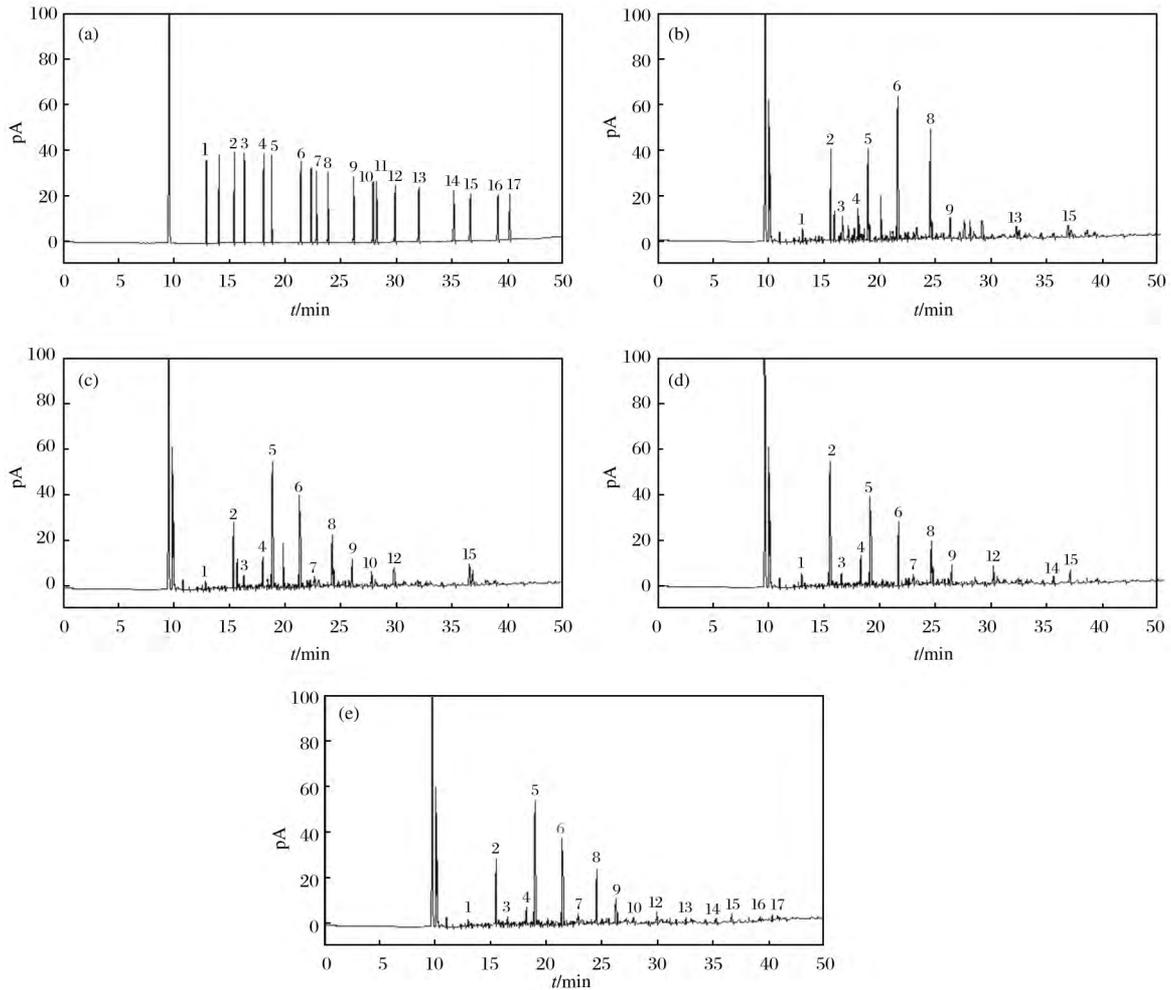


图7 混合标准品(a)、沙棘籽油(b)、枸杞果皮油(c)、枸杞果泥油(d)和枸杞籽油(e)的GC色谱图

Fig. 7 GC chromatograms of mixed reference substances (a), seabuckthorn seed oil (b), wolfberry peel oil (c), wolfberry pure oil (d) and wolfberry seed oil (e)

- (1) 肉豆蔻酸, (2) 棕榈酸, (3) 棕榈油酸, (4) 硬脂酸, (5) 油酸, (6) 亚油酸, (7) 花生酸, (8) α -亚麻酸, (9) 11-二十碳一烯酸, (10) 二十碳二烯酸, (11) 二十二碳酸, (12) 芥酸, (13) 二十二碳五烯酸, (14) 二十四碳酸, (15) 二十四碳一烯酸, (16) 二十二碳五烯酸, (17) 二十二碳六烯酸

由表2结果可知:(1)沙棘籽油中含有13种脂肪酸,主要含有棕榈酸、油酸、亚油酸和 α -亚麻酸,其中含量最高为亚油酸(30.6%)。(2)枸杞果皮油中含有15种脂肪酸,主要含有棕榈酸、油酸、亚油酸、 α -亚麻酸,其中含量最高为油酸(29.3%)。(3)枸杞果泥油中含有13种脂肪酸,主要含有棕榈酸、油酸、亚油酸、 α -亚麻酸,其中含量最高为棕榈酸(33.1%)。(4)枸杞籽油中含有17种脂肪酸,主要含有棕榈酸、油酸、亚油酸、 α -亚麻酸,其中含量最高为油酸(30.0%)。通过使用新溶剂和回收后溶剂提取后的粗提物中的脂肪酸测定进行比较,结果表明各油料样品中脂肪酸成分无变化,没有增加本身

不该有的脂肪酸情况,说明回收溶剂净化完全,不存在不同样品提取之间的交叉污染情况。

3.5 亚临界流体 R134a 提取沉香油最佳工艺研究

水蒸气蒸馏法、纤维素酶辅助提取法、动态-微波辅助法、溶剂回流提取法和超临界 CO₂ 萃取法等已经应用到沉香精油的提取工艺中,有亚临界流体萃取技术应用于沉香精油的文献报道^[17],然而对于用亚临界流体 1,1,1,2-四氟乙烷(R134a)提取沉香油的最佳工艺条件考察未见有相关文献报道。采用亚临界流体 R134a 从沉香中提取出沉香油,在单因素试验的基础上,通过正交试验考察了各因素的主次关系和它们之间的综合效应,从而优化了萃取

工艺. 利用分子分离技术对沉香油进一步精制获得挥发性沉香和液体沉香精油, 为沉香质量控制及其资源的研究与开发利用提供了试验依据.

试验结果表明: 以沉香油提取率为指标, 通过单因素试验和五因素三水平 $L_{27}(3^5)$ 正交试验的考察, 确定了影响沉香油提取率的各因素主次顺序: 料液比 > 提取压力 > 乙醇浓度 > 提取时间 > 提取温度. 在料液比 1 : 30、提取时间 6 h、提取压力 1.55 MPa、提取温度 60 °C、加入夹带剂 80% 乙醇为最佳提取工艺条件下, 沉香油提取率最高. 通过分子蒸馏的方式, 得到挥发性沉香精油 1.45%, 液体沉香精油 0.87%. 同时也说明了亚临界流体 R134a 对于油分这一类极性小的物质具有良好的选择性和萃取率.

4 结论

对 3×10L+1L 中试亚临界流体萃取装置进行改造: (1) 将金属滤芯改造为 3~7 通道的非对称性微孔复合陶瓷膜滤芯, 其中单通道滤芯长度 60.0 cm, 外径 2.5 cm, 内径 2.0 cm, 有效膜面积 0.036~0.084 m² (3~7 通道). 陶瓷膜材质孔径 6 μm, 强度耐内压 1.5 MPa, 耐外压 1.6 MPa, 适用温度 0~400 °C. 最终通过系统压力、管路流量的稳定性以及萃取时间的长短, 确定 6 通道萃取效果最佳. 萃取液在膜管内或膜外侧流动与物料充分接触, 小分子的萃取液透过膜, 物料被膜截留, 提取率增加了 30% 以上, 平均提取时间缩短了 75% 左右, 提取效率由原来的不到 75% 提高到 95% 以上. 在提取效率提高的同时, 多通道萃取滤芯使得物料内部与萃取溶剂接触良好, 随着萃取的不断进行, 萃取溶剂渗透到物料内部的速度比较恒定, 系统压力波动变化小, 在 1.55±0.05 Mpa 范围内波动, 系统压力稳定可控. (2) 在萃取系统中新增加了由驱动空气压缩机、气体驱动压缩泵、管路切换阀、气体回收管路等部件组成的萃取溶剂回收系统, 实现了萃取溶剂的回收利用, 节能减排, 平均回收率在 93% 左右. 对于像使用液化石油气这种易燃易爆的萃取溶剂, 可以极大地降低由液化石油气排放而引起的火灾爆炸的安全隐患. 此外, 在溶剂回收使用前增加了气体过滤净化装置, 以保证回收萃取溶剂的清洁、高效, 从而实现了仪器的多通道可回收型升级改造, 为天然产物有效成分的萃取与分离提供强有力的支撑.

参考文献:

[1] 朱新亮. 亚临界流体低温保质萃取装备在中药浸提

中的应用 [C]. 2009 传统医药国际科技大会暨博览会论文集. 广州: 2009. 29-32. [ZHU Xin-liang. Application of sub-critical fluid cryogenic extraction equipment in extraction of traditional Chinese medicine [C]. 2009 International Science and Technology Conference and the Fair on Traditional Medicine Proceedings. Guangzhou: 2009. 29-32.]

- [2] 刘月蓉, 陈晞, 郑建灿, 陈涵, 朱新亮, 王林林. 亚临界萃取设备在天然产物有效成分提取中的应用 [J]. 莆田学院学报, 2012, 19(2): 73-75. [LIU Yue-rong, CHEN Xi, ZHENG Jian-can, CHEN Han, ZHU Xin-liang, WANG Lin-lin. The application of sub-critical extraction equipment in the active ingredient drawing from natural products [J]. Journal of Putian University, 2012, 19(2): 73-75.]
- [3] 杨志空, 韩伟. 亚临界萃取技术在天然产物提取中的应用 [J]. 机电信息, 2018, (8): 42-46, 58. [Yang Zhi-kong, Han Wei. Application of sub-critical technology in natural product extraction [J]. Mechanical and Electrical Information, 2018, (8): 42-46, 58.]
- [4] 沈汝青, 朱力, 冯志豪, 朱宝璋, 谭亮, 丁恺, 陆麒, 丁志刚, 丁俊. 亚临界流体萃取沉香挥发油工艺的优化及精制精油测定 [J]. 中成药, 2019, 41(7): 1495-1501. [SHEN Ru-qing, ZHU Li, FENG Zhi-hao, ZHU Bao-zhang, TAN Liang, DING Kai, LU Qi, DING Zhi-gang, DING Jun. The technical research of extraction of rough extract in *Aquilaria agallocha* (Lour.) Roxb. using sub-critical fluid 1,1,1,2-tetrafluoroethane (R134a) and the contents determination of oil [J]. Chinese Traditional Patent Medicine, 2019, 41(7): 1495-1501.]
- [5] 冯丽丹, 盛文军, 毕阳, 柴守环, Yury Zubarev, 李霖昕, 成东阳, Alexander Kanarskiy. R134a 亚临界流体萃取沙棘籽油的工艺优化及品质评价 [J]. 食品工业科技, 2017, 38(2): 240-245. [FENG Li-dan, SHENG Wen-jun, BI Yang, CHAI Shou-huan, Yury Zubarev, LI Ji-xin, CHENG Dong-yang, Alexander Kanarskiy. Processing optimization and quality evaluation of R134a sub-critical fluid extraction of sea-buckthorn seeds oil [J]. Science and Technology of Food Industry, 2017, 38(2): 240-245.]
- [6] 袁源, 谭树荣, 李敏, 付云飞, 黄晓兵, 林丽静. 亚临界流体萃取高良姜活性物质的工艺研究 [J]. 热带农业工程, 2016, 40(4): 19-21. [YUAN Yuan, TAN Shu-rong, LI Min, FU Yun-fei, HUANG Xiao-bing, LIN Li-jing. Sub-critical fluid extraction of active substances from *Alpinia officinarum* Hance [J].

- Tropical Agricultural Engineering, 2016, 40(4): 19-21.]
- [7] 黄萍萍. 超声强化亚临界水萃取紫草不同极性有效成分的研究[D]. 广州: 华南理工大学, 2010. [HUANG Ping-ping. Ultrasound enhanced sub-critical water extraction of active ingredients of different polarity from *Lithospermum erythrorhizon* [D]. Guangzhou: South China University of Technology, 2010.]
- [8] 吕晓莹, 王瀛, 马小波. 无机多孔分离膜的发展现状及前景分析[J]. 南方农机, 2019, (16): 73. [LV Xiao-ying, WANG Ying, MA Xiao-bo. Development status and prospect analysis of inorganic porous separation membrane [J]. China Southern Agricultural Machinery, 2019, (16): 73.]
- [9] 同帆, 李迎, 胡敏盾, 霍乐乐, 李海红, 王丹. 烧结助剂对氧化铝陶瓷支撑体性能的影响[J]. 膜科学与技术, 2015, 35(5): 42-46. [TONG Zhi, LI Ying, HU Min-dun, HUO Le-le, LI Hai-hong, WANG Dan. Effects of sintering agent on the properties of alumina ceramic support [J]. Chemical Engineering and Processing, 2015, 35(5): 42-46.]
- [10] 李江, 潘裕柏, 宁金威, 黄莉萍, 郭景坤. 纳米晶添加氧化铝粉体的低温烧结研究[J]. 无机材料学报, 2003, 18(6): 1192-1198. [LI Jiang, PAN Yu-bai, NING Jin-wei, HUANG Li-ping, GUO Jing-kun. Low temperature sintering of bimodal alumina powder mixtures with nanocrystalline component [J]. Journal of Inorganic Materials, 2003, 18(6): 1192-1198.]
- [11] 同帆, 朱庆鹏, 李大川, 崔双科, 韩丹丹. 烧成制度对多孔氧化铝陶瓷膜支撑体性能的影响[J]. 硅酸盐通报, 2011, 30(6): 1440-1443. [TONG Zhi, ZHU Qing-peng, LI Da-chuan, CUI Shuang-ke, HAN Dan-dan. Effect of sintering temperature on the property of porous alumina ceramic membrane support [J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2011, 30(6): 1440-1443.]
- [12] 李大川, 朱庆鹏, 崔双科, 同帆, 周乃然. 圆板型多孔 α - Al_2O_3 陶瓷膜支撑体的制备与表征[J]. 环境工程学报, 2012, (3): 941-944. [LI Da-chuan, ZHU Qing-peng, CUI Shuang-ke, TONG Zhi, ZHOU Nai-ran. Preparation and characterization of circular plate-shaped porous alumina ceramic membrane support [J]. Chinese Journal of Environmental Engineering, 2012, (3): 941-944.]
- [13] Blandergroen B J, Maluleke A, Linkov V M. Electroconductive coatings on porous ceramic supports [J]. Journal of Applied Electrochemistry, 2003, 33(2): 475-481.
- [14] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会, 国家食品药品监督管理总局. GB 5009.6-2016, 食品中脂肪的测定[S].
- [15] 康保珊, 赵文恩, 焦风云, 张软爱. 不同提取溶剂系统对类胡萝卜素总含量的影响[J]. 2007, 28(1): 84-86. [KANG Bao-shan, ZHAO Wen-en, JIAO Feng-yun, ZHANG Ruan-ai. Effects of different extraction solvent systems on the total content of carotenoids [J]. Science and Technology of Food Industry, 2007, 28(1): 84-86.]
- [16] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. GB/T 17377-2008, 动植物油脂 脂肪酸甲酯的气相色谱分析[S].
- [17] 王健松, 李远彬, 王羚邴, 罗珊, 陈嘉丽, 盛楠, 温炳权, 杨良, 赖小平. 超临界和亚临界提取的沉香精油的气相色谱-质谱联用分析[J]. 时珍国医国药, 2017, 28(5): 1082-1085. [WANG Jian-song, LI Yuan-bin, WANG Ling-li, LUO Shan, CHEN Jia-li, SHENG Nan, WEN Bing-quan, YANG Liang, LAI Xiao-ping. GC-MS analysis on supercritical CO_2 fluid and sub-critical fluid extractions of agarwood essential oils [J]. Lishizhen Medicine and Materia Medica Research, 2017, 28(5): 1082-1085.]