

Экстракция масел из семян масличных культур с применения метода ускоренной экстракции растворителями (ASE®)

ВВЕДЕНИЕ

Ускоренная экстракция растворителями (Accelerated Solvent Extraction – ASE) – это метод экстракции, который в значительной степени упрощает процедуру пробоподготовки. Традиционные растворители подаются в экстракционную ячейку, в которой содержится образец, после чего проба поддается действию повышенных температуры и давления. Спустя несколько минут экстракт переносится из разогретой экстракционной ячейки в виалу-сборник и затем может использоваться для дальнейшей очистки или непосредственно для анализа. Процесс экстракции выполняется полностью в автоматическом режиме и занимает несколько минут. Это быстрый и простой метод, характеризующийся низким расходом растворителей.

Масла, содержащиеся в пищевых продуктах и кондитерских изделиях, извлечены из масличных культур, таких как канола, соя, кукуруза, лен, подсолнух, хлопчатник и пр. производство масла из масличных культур – очень важный бизнес и агрономы продолжают исследовать способы повышения масличности семян, а также методы контроля состава получаемых масел.

Общепринятым методом извлечения масла из масличных культур является экстракция растворителями. Существующие методы экстракции требуют использования больших объемов растворителей (как правило, порядка нескольких сот миллилитров) и по времени занимают от 8 до 16 часов.

ASE – это относительно новая технология, в которой используется повышенные температура и давление для повышения скорости и степени извлечения целевых компонентов из образцов с различной матрицей. Метод ускоренной экстракции растворителями одобрен Федеральным агентством по защите окружающей среды США (Метод 3545) и может использоваться в других областях применения, где требуется пробоподготовка с использованием экстракции. Так, к примеру, ASE может быть использован для экстракции образцов массой 10 г в течение 14 мин с расходом растворителей приблизительно 16 мл.

Процедура, описанная в данной статье, применяется для определения содержания масел в масличных культурах. Содержание масла определяется путем сбора экстрактов, в предварительно взвешенную виалу, выпариванием растворителя в токе азота и повторным взвешиванием.

АППАРАТУРНОЕ ОФОРМЛЕНИЕ

ASE 200 – автоматический экстрактор, укомплектованный экстракционными ячейками объемом 11 или 22 мл.

Аналитические весы

Виалы-сборники Dionex для сбора экстрактов объемом 40 или 60 мл.

Аппарат для ускоренного испарения растворителей SE 400 или SE 500

РАСТВОРИТЕЛИ

Петролейный эфир

УСЛОВИЯ ЭКСТРАКЦИИ

| | |
|----------------------------------|----------------------|
| Температура печи: | 105 °C |
| Давление: | 6.067 МПа (1000 пси) |
| Длительность нагрева: | 5 мин |
| Время выдержки: | 10 мин |
| Объем растворителя для промывки: | 100% |
| Длительность очистки: | 60 с |
| Растворитель: | петролейный эфир |
| Количество циклов: | 3 |

С целью повышения степени извлечения возможно проведение повторных экстракций каждого образца (до трех раз). Если образец содержит ненасыщенные жиры, в ходе экстракции возможно их окисление. Поэтому, чтобы проанализировать эти жиры, необходимо предварительно дегазировать растворитель.

ПРОБОПОДГОТОВКА

Очень важным условием является уменьшение размера частиц всех образцов размалыванием или каким-либо другим способом. Диаметр частиц должен быть менее 3 мм. Образец также должен быть смешан с внутренним наполнителем, таким как чистый песок, для предотвращения уплотнения образца в ходе экстракции. Влажные образцы (> 10 % влаги) должны быть высушены в течение минимум 2 часов или смешаны с осушителем, таким как ASE Prep DE (диатомитовая земля), в соотношении 1 : 1 по массе. В зависимости от плотности образцов возможно использование экстракционных ячеек объемом 22 мл.

ПРОЦЕДУРА

Измельчите образец до необходимого размера частиц (диаметр – менее 2-3 мм). Поместите целлюлозный диск на дно экстракционной ячейки. Возьмите навеску образца массой от 3 до 10 г в химическом стакане. Если образец влажный, смешайте его с Prep DE. Если же влажность образца не превышает 10 %, смешайте его с песком в соотношении 1 : 1 и количественно перенесите в экстракционную ячейку. Заполните весь оставшийся свободный объем песком.

Поместите закрытую ячейку в верхнюю карусель с соответствующим количеством чистых и предварительно взвешенных виал-сборников (виалы лучше взвешивать без крышек и септ перед экстракцией и затем после испарения растворителя во избежание каких-либо влияний, вызванных потерей материала крышек и септ). Задайте программу экстракции в соответствии с рекомендованными условиями и запустите метод.

По завершении процесса экстракции поместите виалу-сборник в аппарат для ускоренного выпаривания с продувкой азотом. Затем взвесьте остаток, чтобы определить содержание масла в исходном образце.

Таблица 1. AOCS Метод AM 2-93

| | |
|--------------------------|---------------------------------------|
| Масса образца | 4 г измельченных семян |
| Подсушивание | 130 °С, 2 ч |
| Экстракция | 4 ч, дренаж растворителя и охлаждение |
| Повторное измельчение | 7 мин |
| Экстракция | 4 ч, дренаж растворителя и охлаждение |
| Растворитель | Петролейный эфир |
| Общий объем растворителя | 150 – 250 мл |
| Общее время | 10,5 ч |

Таблица 2. Peroксидное число (ПЧ) и содержание свободных жирных кислот (СЖК) в экстрактах семян пшеницы, полученных методом ASE

| Температура экстракции (°С) | ПЧ (мг/л или ppm) | СЖК (%) |
|-----------------------------|-------------------|---------|
| 50 | 2,24 | 0,57 |
| 70 | 3,15 | 0,8 |
| 110 | 3,23 | 1,05 |
| 130 | 2,08 | 1,28 |

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЯ

В данном случае в качестве образца были использованы семена канолы, содержание масла в которых составляет 45 % масс. Чтобы понять преимущества метода ASE, важно понимать используемые в настоящее время методологии. Наиболее распространенным методом является официальный метод AM 2-93 AOCS (American Oil Chemist Society). Специфика этого метода описана в табл. 1.

Существует несколько способов сравнения метода ASE и стандартных методик. Прежде всего, процентное содержание масла, экстрагированного методом ASE составило 44,9 % при относительной погрешности СКО 0,31% (n=3), тогда как при использовании метода AOCS был получен результат 45,2 % при СКО 0,24% (n=12). Во-вторых, зависимость содержания общего экстрагированного масла от длительности экстракции может быть проанализирована для двух методик (смотрите рис. 1 и 2). В-третьих, масса масла, экстрагированного в единицу времени может быть сопоставлена для методов ASE и FOSFA (смотрите рис. 3). Как видно, ASE дает сопоставимые результаты, которые отличаются меньшими временными затратами и расходом растворителя.

Исследования были выполнены для определения эффекта использования повышенной температуры на триглицериды в процессе экстракции методом ASE. Два значения, пероксидное число (ПЧ) и содержание свободных жирных кислот (СЖК) были получены для масел, которые были экстрагированы при различных температурах. Результаты представлены в табл. 2.

Пероксидное число – это мера окисления триглицеридов, и значения меньше 5 ppm свидетельствуют об отсутствии значительного окисления по сравнению с методом Сокслета. СЖК – это мера разложения триглицеридов. Типовые для метода Сокслета значения составляют 0,5 – 1,0% СЖК. Из этих данных видно, в ходе экстракции методом ASE, происходит незначительное окисление и разложение триглицеридов.

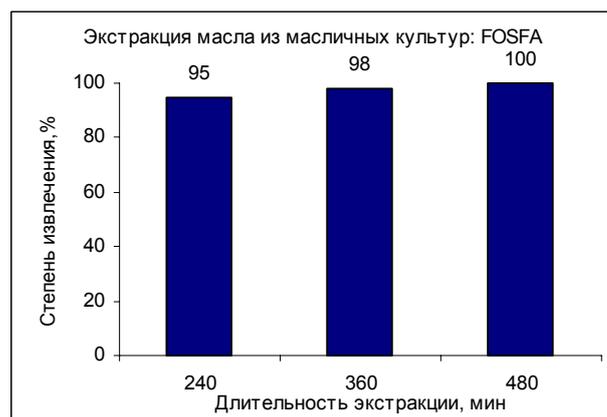


Рисунок 1

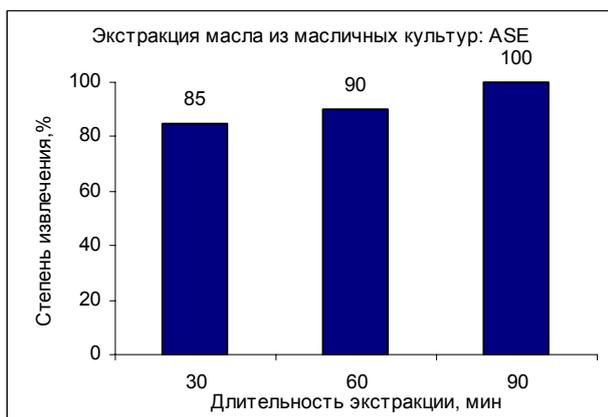


Рисунок 2

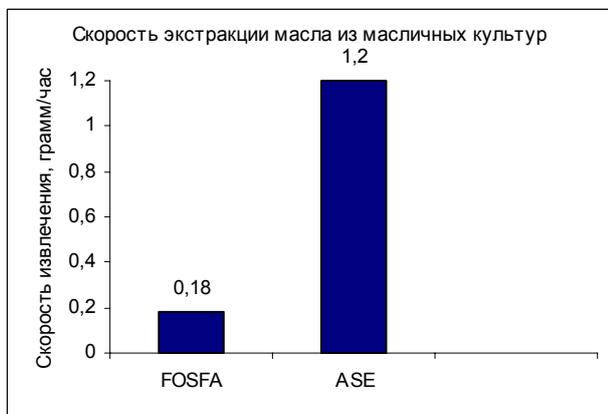


Рисунок 3

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Из предоставленных здесь данных видно, что метод ASE может быть использован для определения содержания масла в масличных культурах. Полученные данные эквивалентны полученным существующим официальным методам, но при использовании ASE длительность анализа и расход растворителей существенно ниже.