



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101103805 B

(45) 授权公告日 2011.04.06

(21) 申请号 200710016460.3

A23L 1/30(2006.01)

(22) 申请日 2007.08.09

(56) 对比文件

(73) 专利权人 山东师范大学

CN 1872971 A,2006.12.06,

地址 250014 山东省济南市历下区文化东路  
88 号

雷华平等. 蜂花粉脂肪油超临界 CO<sub>2</sub> 萃取  
及 GC-MS 分析. 《中药材》.2004,(第 3 期),

(72) 发明人 耿越 张健 刘连亮 周怡  
逯南南

审查员 凌宇静

(74) 专利代理机构 济南日新专利代理事务所  
37224

代理人 谢省法

(51) Int. Cl.

A23L 1/28(2006.01)

A23L 1/076(2006.01)

A23L 1/29(2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 4 页

(54) 发明名称

一种从蜂花粉提取脂肪类化合物工业化生产  
方法

(57) 摘要

本发明提供一种从蜂花粉中提取脂肪类化合物工业化生产方法。a. 先将蜂花粉破壁，然后对破壁后的蜂花粉造粒，再将该蜂花粉造粒原料置入萃取器中；b. 将纯度为 99% 以上的液体 CO<sub>2</sub> 送入高压泵，加压后的液态 CO<sub>2</sub> 送入萃取器，在温度为 30 ~ 65℃、压力为 20 ~ 50MPa、CO<sub>2</sub> 流速为 280 ~ 380kg/h 的条件下萃取 0.5 ~ 1 小时，然后在压力为 5.8 ~ 6.4MPa 的分离器 1 分离，得一次萃取化合物；c. 将相对于蜂花粉造粒原料重量 5 ~ 12% 的食用酒精泵入萃取器，在温度为 30 ~ 65℃、压力为 20 ~ 50MPa、CO<sub>2</sub> 流速为 280 ~ 380kg/h 的条件下继续萃取 0.5 ~ 1 小时，然后先经压力为 7 ~ 14MPa、温度为 40 ~ 60℃ 的分离器 1 分离，得二次萃取化合物；d. 合并两次萃取化合物，得产品。

1. 一种从蜂花粉中提取脂肪类化合物工业化生产方法,其特征在于:
  - a. 先将蜂花粉破壁,然后对破壁后的蜂花粉造粒,再将该蜂花粉造粒原料置入萃取器中;
  - b. 将纯度为99%以上的液体CO<sub>2</sub>送入高压泵,加压后的液态CO<sub>2</sub>送入萃取器,在温度为30~65℃、压力为20~50MPa、CO<sub>2</sub>流速为280~380kg/h的条件下萃取0.5~1小时,然后在压力为5.8~6.4MPa的分离器分离,得一次萃取化合物;
  - c. 将相对于蜂花粉造粒原料重量5~12%的食用酒精泵入萃取器,在温度为30~65℃、压力为20~50MPa、CO<sub>2</sub>流速为280~380kg/h的条件下继续萃取0.5~1小时,然后经压力为7~14MPa、温度为40~60℃的分离器分离,得二次萃取化合物;
  - d. 合并两次萃取化合物,得产品。
2. 根据权利要求1所述的从蜂花粉中提取脂肪类化合物工业化生产方法,其特征在于所述的蜂花粉破壁率为不低于85%,所述的造粒粒度为10~100目。
3. 根据权利要求1所述的从蜂花粉中提取脂肪类化合物工业化生产方法,其特征在于所述的蜂花粉含水量为2~8%。

## 一种从蜂花粉提取脂肪类化合物工业化生产方法

### 技术领域：

[0001] 本发明属于食品和药品原料大规模加工方法，尤其是一种从蜂花粉中提取脂肪类化合物的工业化生产方法。

### 背景技术：

[0002] 蜂花粉为蜜蜂采集回来的花粉，除有一般花粉的成分外，还含有在采集时加进去的少量花蜜和分泌物，使其在粘度、花粉壁结构等理化性质方面有别于松花粉。蜂花粉具有较强的生理活性，可增强人体免疫功能、抗肿瘤、抗便秘、延缓衰老，具有美容作用；是一种值得研究开发的理想的高级天然营养品。该类花粉中含有丰富的脂肪类化合物，现有技术中提取脂肪类化合物广泛采用乙醚、石油醚等有机溶剂萃取法。其主要缺点是提取成本高，且提取物中残留有机溶剂，直接影响产品质量。CN1052417A 公开了《用超临界二氧化碳对花粉进行脱臭保鲜》的技术方案，其提供了一种在低于 40℃ 的条件下，对花粉进行脱臭，保鲜，并保留其酶的生物活性和营养价值的生产工艺。在超临界流体萃取设备中，应用高效吸附剂，在温度低于 40℃ 及压力为 6-22 兆帕 (MPa) 的条件下，通过二氧化碳流体对花粉进行连续萃取和吸附，即可获得脱臭，保鲜花粉。但该技术方案仅限于对蜜蜂传媒花粉进行脱臭及保鲜，获得的产品是脱臭、灭菌的保鲜花粉。

[0003] CN1307092A 公开了《用 CO<sub>2</sub> 超临界萃取松花粉中脂肪类化合物》，提供一种从以风为传媒的松花粉中提取脂肪类物质的技术方案。将经过干燥、物理破壁或发酵生物法破壁及灭菌处理后的松花粉放入 CO<sub>2</sub> 超临界萃取装置中，加压后的 CO<sub>2</sub> 经加热器加热后进入萃取器，与其中的松花粉充分接触，在温度为 30-50℃、压力为 8-40MPa、CO<sub>2</sub> 流速为 0.5-15L/min 的条件下，萃取 0.5-2 小时，带着脂肪类萃取物的 CO<sub>2</sub> 流体经节流膨胀阀后分别进入一级和二级分离器中分离。该技术仅限于对松花粉进行脂肪类化合物的萃取，而对破壁后粘度更大，更易成团，造成萃取不充分的蜂花粉萃取及分离未有提及，且该技术有效提取率仅为 80% 左右，相对得率较低，易造成原料浪费。

[0004] CN1733009 公开了《一种从蜂花粉中提取脂肪类化合物的方法》，提供了一种从蜂花粉中提取脂肪类化合物的方法。将蜂花粉粉碎后置入设有夹套的萃取器，再将纯度为 99% 以上的 CO<sub>2</sub> 经冷凝器冷凝为液体后进入高压泵，加压后的液态 CO<sub>2</sub> 经加热器加热后送入萃取器，与粉状蜂花粉充分接触，在温度为 30 ~ 65℃、压力为 20 ~ 40MPa、CO<sub>2</sub> 流速为 20 ~ 50kg/h 的条件下，连续萃取 1 ~ 3 小时，携带着萃取脂肪类化合物的 CO<sub>2</sub> 流体进入设有夹套的分离器，将萃取出的脂肪类化合物分离后，CO<sub>2</sub> 返回冷凝器。其采用的花粉未经过造粒，为粉状蜂花粉，CO<sub>2</sub> 流速较小，只适合实验室和小规模提取，不能满足大规模工业生产需求。而且，其技术方案未明确具体的分离参数。

### 发明内容：

[0005] 本发明的目的旨在克服现有技术的不足，提供一种有效提取率较高，不含残留有机溶剂，可快速大规模从蜂花粉中提取脂肪类化合物工业化生产方法。

[0006] 本发明的目的可通过如下技术措施来实现：

[0007] a. 先将蜂花粉破壁，然后对破壁后的蜂花粉造粒，再将该蜂花粉造粒原料置入萃取器中；

[0008] b. 将纯度为 99% 以上的液体 CO<sub>2</sub> 送入高压泵，加压后的液态 CO<sub>2</sub> 送入萃取器，在温度为 30 ~ 65℃、压力为 20 ~ 50MPa、CO<sub>2</sub> 流速为 280 ~ 380kg/h 的条件下萃取 0.5 ~ 1 小时，然后在压力为 5.8 ~ 6.4MPa 的分离器 1 分离，得一次萃取化合物；

[0009] c. 将相对于蜂花粉造粒原料重量 5 ~ 12% 的食用酒精泵入萃取器，在温度为 30 ~ 65℃、压力为 20 ~ 50MPa、CO<sub>2</sub> 流速为 280 ~ 380kg/h 的条件下继续萃取 0.5 ~ 1 小时，然后先经压力为 7 ~ 14MPa、温度为 40 ~ 60℃ 的分离器 1 分离，得二次萃取化合物；

[0010] d. 合并两次萃取化合物，得产品。

[0011] 本发明的目的还可通过如下技术措施来实现：

[0012] 所述的蜂花粉破壁率为不低于 85%，所述的造粒粒度为 10 ~ 100 目；所述的蜂花粉含水量为 2 ~ 8%；c 工序分离器 1 中未被分离的混合物经压力和温度分别低于分离器 1 并至少为 25℃ 及 5MPa 的分离器 2，分离后的食用酒精与脂肪类化合物的混合物一起的用作下一次萃取的夹带剂。经分离后的 CO<sub>2</sub> 通过净化器、冷凝器，得液体 CO<sub>2</sub> 重复使用。

[0013] 本发明先将蜂花粉破壁，再对破壁后蜂花粉造粒，后置入萃取器中；液体 CO<sub>2</sub> 送入高压泵，加压后加热送入萃取器，进行一次萃取，然后送分离器，通过调节分离器 1 及分离器 2 压力至与 CO<sub>2</sub> 气罐压力相同，完成一次萃取分离；再将食用酒精泵入萃取器，进行二次萃取，经分离，最后把一次、二次萃取分离中分离釜 1 中的产物合并得产品。二次萃取分离中分离器 2 中的食用酒精与脂肪类化合物的混合物一起作为下一次萃取的夹带剂使用。

[0014] 本发明以食用酒精作为夹带剂，加入夹带剂前分离器 1 压力与分离器 2 压力都与 CO<sub>2</sub> 罐罐压相同，加入夹带剂后分别调节分离器 1、分离器 2 压力，整个萃取过程中控制分离器 1 温度为 40 ~ 60℃，分离器 2 温度为 25 ~ 45℃。

[0015] 本发明将经过不同造粒处理和含水量不同的蜂花粉放入 CO<sub>2</sub> 超临界萃取装置中。该装置的萃取器和分离器都设有夹套，可用热水加热和保持恒温。来自钢瓶的 CO<sub>2</sub> 经冷凝器冷凝为液体后进入高压泵，经加压后的 CO<sub>2</sub> 经加热器加热后进入萃取器，与造粒蜂花粉充分接触、萃取，携带脂肪类萃取物的 CO<sub>2</sub> 流体经节流膨胀阀后，分别进入一级和二级分离器中。在分离器中，由于压力降低，CO<sub>2</sub> 流体密度减小，大量溶解于 CO<sub>2</sub> 流体中的脂肪类化合物就会被分离出来。通过调节分离器压力、温度，可以使大量的脂肪类化合物从分离器 1 中析出，只有少量的脂肪类化合物从分离器 2 中析出。而 CO<sub>2</sub> 流体经流量计、净化器后回到冷凝器，形成循环。

[0016] 本发明用液体 CO<sub>2</sub> 超临界萃取蜂花粉，得到的脂肪类化合物含有大量不同种类的不饱和脂肪酸，具有增强免疫力以及其它保健功能。同时经萃取得到的蜂花粉中脂肪类物质具有品质好，成本低，有效提取率高（可达 97% 以上），节省原材料，产品质量高，不含残留有机溶剂等优点。由于 CO<sub>2</sub> 流速大，一次投料量大（10-50kg），可以满足大规模工业生产需求。

[0017] 如果将本发明与 CN1052417A 公开的技术方案相比较，可以看出，本发明是从经过不同破壁后造粒处理的（10 ~ 100 目）、含水量不同的（2%—8% 左右）蜂花粉中提取脂肪类化合物，另一个是从蜂花粉中萃取出一个是脱臭、灭菌的保鲜花粉，两个技术方案的发明

目的不同,原料及作用对象不同,获得的产品、产率等均不同。

[0018] 如果将本发明与 CN1307092A 公开的技术方案相比较,可以看出本发明是从经过不同破壁后造粒处理的(10~100目)、含水量不同(2%—8%左右)和粘度等理化性质不同的蜂花粉中工业化提取脂肪类化合物,提取过程中 CO<sub>2</sub> 流量明显不同,提取过程存在差异,同时设定了具体的分离参数,获得的产品是脱脂的蜂花粉和萃取出脂肪类化合物,本发明的有效提取率高达 97% 以上,两个技术方案的发明目的不同,原料及作用对象不同,技术方法不同,获得的产品成分及萃取效果等也不同。

[0019] 如果将本发明与 CN1733009 公开的技术方案相比较,可以看出本发明是从经过不同破壁后造粒处理的(10~100目)蜂花粉中工业化提取脂肪类化合物,提取过程中 CO<sub>2</sub> 流量明显不同,提取过程中添加了夹带剂,同时设定了具体的分离参数,使得最终分离器 1 中所得脂肪类化合物质量与分离器 2 中所得脂肪类化合物质量之比为 10-100:1。两个技术方案适合的生产规模不同,原料处理不同,工艺路线不同。

### 具体实施方式:

[0020] 实施例 1:

[0021] 先将 10kg 含水量为 8%、破壁率为 98% 的蜂花粉进行造粒,再将粒度为 10 目的蜂花粉原料置入 CO<sub>2</sub> 超临界萃取装置中,萃取器和分离器设有用热水加热和保持恒温的夹套,由循环来的纯度为 99.9% 的 CO<sub>2</sub> 经冷凝器冷凝为液体后,进入高压泵加压,通过加热器加热后进入萃取器,与 10 目的蜂花粉造粒原料充分接触。在温度为 65℃、压力为 20MPa、CO<sub>2</sub> 流速为 380kg/h 的条件下,循环萃取 0.5 小时,调节分离器 1 压力为 5.8MPa,完成一次萃取分离,得一次萃取产物;再将相对于 10 目蜂花粉原料重量 5% 的食用酒精泵入萃取器,在温度为 65℃、压力为 20MPa、CO<sub>2</sub> 流速为 380kg/h 的条件下,继续循环萃取 1 小时,然后调节分离器 1 压力至 7MPa,温度为 40℃,完成二次萃取分离,得二次萃取产物;合并一次、二次萃取分离中分离器 1 析出的产物,得产品。二次萃取时分离器 1 中未被分离的混合物送分离器 2,调节分离器 2 压力为 5.8MPa,温度为 25℃,经分离后的食用酒精与脂肪类化合物的混合物一起的用作下一次萃取的夹带剂。一次萃取分离器中所得脂肪类化合物质量与二次萃取分离器中所得脂肪类化合物质量之比为 100:1;分离后的 CO<sub>2</sub> 送 CO<sub>2</sub> 气罐,经净化器、冷凝器冷凝为液体后重复使用。

[0022] 实施例 2:

[0023] 先将 30kg 含水量为 2%、破壁率为 86% 的蜂花粉进行造粒,再将粒度为 100 目的蜂花粉原料置入 CO<sub>2</sub> 超临界萃取装置中,萃取器和分离器设有用热水加热和保持恒温的夹套,由循环来的纯度为 99.9% 的 CO<sub>2</sub> 经冷凝器冷凝为液体后,进入高压泵加压,通过加热器加热后进入萃取器,与 100 目的蜂花粉造粒原料充分接触。在温度为 50℃、压力为 50MPa、CO<sub>2</sub> 流速为 280kg/h 的条件下,连续萃取 1 小时,调节分离器 1 压力为 6.4MPa,完成一次萃取分离,得一次萃取产物;再将相对于 100 目蜂花粉原料重量 12% 的食用酒精泵入萃取器,在温度为 50℃、压力为 50MPa、CO<sub>2</sub> 流速为 280kg/h 的条件下,继续循环萃取 0.5 小时,然后调节分离器 1 压力至 14MPa,温度为 60℃,完成二次萃取分离,得二次萃取产物;合并一次、二次萃取分离中分离器 1 析出的产物,得产品。二次萃取时分离器 1 中未被分离的混合物送分离器 2,调节分离器 2 压力为 6.4MPa,温度为 30℃,经分离后的食用酒精与脂肪类化合物

的混合物一起的用作下一次萃取的夹带剂。一次萃取分离器中所得脂肪类化合物质量与二次萃取分离器中所得脂肪类化合物质量之比为 50 :1 ;分离后的 CO<sub>2</sub> 送 CO<sub>2</sub> 气罐,经净化器、冷凝器冷凝为液体后重复使用。

[0024] 实施例 3 :

[0025] 先将 50kg 含水量为 5%、破壁率为 90%的蜂花粉进行造粒,再将粒度为 50 目的蜂花粉原料置入 CO<sub>2</sub> 超临界萃取装置中,萃取器和分离器设有用热水加热和保持恒温的夹套,由循环来的纯度为 99.9%的 CO<sub>2</sub> 经冷凝器冷凝为液体后,进入高压泵加压,通过加热器加热后进入萃取器,与 50 目的蜂花粉造粒原料充分接触。在温度为 45℃、压力为 35MPa、CO<sub>2</sub> 流速为 320kg/h 的条件下,循环萃取 45 分钟,调节分离器 1 压力为 6.0MPa,完成一次萃取分离,得一次萃取产物 ;再将相对于 50 目蜂花粉原料重量 8%的食用酒精泵入萃取器,在温度为 45℃、压力为 35MPa、CO<sub>2</sub> 流速为 320kg/h 的条件下,继续循环萃取 40 分钟,然后调节分离器 1 压力至 10MPa,温度为 50℃,完成二次萃取分离,得二次萃取产物 ;合并一次、二次萃取分离中分离器 1 析出的产物,得产品。二次萃取时分离器 1 中未被分离的混合物送分离器 2,调节分离器 2 压力为 6.0MPa,温度为 25℃,经分离后的食用酒精与脂肪类化合物的混合物一起的用作下一次萃取的夹带剂。一次萃取分离器中所得脂肪类化合物质量与二次萃取分离器中所得脂肪类化合物质量之比为 60 :1 ;分离后的 CO<sub>2</sub> 送 CO<sub>2</sub> 气罐,经净化器、冷凝器冷凝为液体后重复使用。