

蚕丝含油率微波萃取试验方法探讨

吴盼¹ 薛文良¹ 钱竞芳¹ 周小进²

1. 东华大学 纺织学院(中国)
2. 苏州市纤维检验院 检验科(中国)

摘要: 针对目前蚕丝含油率检测效率低、耗时长、资源浪费大的问题,选用微波萃取工艺,设计 4 因素 3 水平的正交试验,分析比较微波萃取法与索式萃取法在蚕丝含油率检测方面的应用,探讨微波萃取法的测试条件。试验结果表明:微波萃取法相比索式萃取法检测准确度更高,过程更环保,且检测时间和试剂用量更少;微波萃取温度、萃取时间、萃取功率及乙酸乙酯用量各因素对样品含油率测试结果的影响从大到小依次为萃取温度、乙酸乙酯用量、萃取时间和萃取功率。最优检测条件为:萃取温度 67 °C,乙酸乙酯用量 40 mL,萃取时间 15 min,萃取功率 800 W。

关键词: 蚕丝;含油率;微波萃取;索式萃取;工艺优化

Experimental study on oil content of silk by microwave extraction

Wu Pan¹, Xue Wenliang¹, Qian Jingfang¹, Zhou Xiaojin²

1. College of Textiles, Donghua University, Shanghai/China
2. Laboratory department, Suzhou Institute of Fiber Inspection, Suzhou/China

Abstract: To address the challenges of low efficiency, extended processing time, and significant resource waste in silk oil content determination, this study implemented a microwave extraction technique. A four-factor, three-level orthogonal experiment was conducted to evaluate and contrast the performance of microwave extraction and Soxhlet extraction methods in assessing the oil content of silk, with a focus on optimizing the conditions for microwave extraction. The experimental findings demonstrated that, in comparison to Soxhlet extraction, the microwave extraction method provides superior accuracy, is more environmentally sustainable, and reduces both processing time and reagent usage. A detailed analysis of the factors influencing oil content determination – extraction temperature, extraction time, extraction power, and ethyl acetate volume – revealed the following order of impact: extraction temperature, ethyl acetate volume, extraction time, and extraction power. The optimal extraction conditions were identified as follows: extraction temperature of 67 °C, ethyl acetate volume of 40 mL, extraction time of 15 minutes, and extraction power of 800 W.

Keywords: silk; oil condition content; microwave-assisted extraction; Soxhlet extraction; process optimization

蚕丝含油率是指蚕丝上残余油脂占蚕丝干质量的百分比,一般采用 FZ/T 40006—2018《蚕丝含油率试验方法》^[1]测得。蚕丝含油率的高低对其吸湿透气性能的影响很大,且含油率过高对蚕丝的物理性能也有严重影响,容易造成蚕丝产品变色、产品回弹性能变差,且容易产生板结,密闭储存的蚕丝还会产生难

闻的异味^[2]。目前对蚕丝含油率测试方法的研究较少,大多都是采用 FZ/T 40006—2018 的索式萃取法,只是在试剂用量、水浴温度等方向进行优化研究^[3-4],并没有解决按照行业标准测试目前存在的耗时长、试剂消耗量大、环境污染等问题。在当今节能环保的大前提下,这些问题急需得到解决。因此,本

文针对这些问题,计划探讨通过采用微波萃取法^[5]取代索式萃取法,解决现有检测方法中萃取效果差、萃取时间长、试剂用量大、环境污染等问题,以确保蚕丝及制品质量,树立我国在国际检测中的地位。本研究既有明显的社会效益,又有可观的市场需求,对推动我国丝绸行业持续、稳定发展具有十分重要的意义。

1 试验

1.1 材料与仪器

试验材料:蚕丝;定性滤纸:中速(杭州富阳北木浆纸有限公司);化学试剂:乙酸乙酯(分析纯,国药集团化学试剂有限公司),乙醚(分析纯,国药集团化学试剂有限公司)。

仪器:索式萃取器,MDS-15型微波消解器(上海新仪微波化学科技有限公司),UF110型烘箱[美墨尔特(上海)贸易有限公司],R-300型旋转蒸发器(瑞士步琦有限公司),BSA224 S型电子天平(北京赛多利斯仪器有限公司),HH8型电热恒温水浴锅(金坛市科兴仪器厂),S-4800型扫描电子显微镜(日本),Nicolet iS10型傅里叶变换红外光谱仪(赛默飞世尔科技)。

1.2 试验方法

1.2.1 索式萃取法

索式萃取试验参照 FZ/T 40006—2018《蚕丝含油率试验方法》,其中乙醚使用量为 100 mL,水浴锅温度为 55 ℃,萃取时间为 2 h。

1.2.2 微波萃取法

微波萃取法试验步骤如下。

——将旋转蒸发器的蒸馏瓶和用于称量蚕丝的称量盒置于 105 ℃烘箱内烘至恒质量,并迅速将其移至干燥器中,冷却之后称取质量,记为 m_1 、 m_2 (精确至 0.1 mg)。

——随机选择 (2.00 ± 0.02) g 蚕丝纤维放入微波萃取容器中,加入试验设计所需溶剂量,密封后置于微波消解器中。

——将压力光纤传感器与温度光纤传感器进行

连接,在设定的微波强度下定温、定时萃取蚕丝中油脂。

——萃取完成后,将萃取液完全挤出至蒸馏瓶,中间经定性纸过滤,并加入 10 mL 干净的萃取试剂清洗 2 次,清洗液经过定性滤纸过滤后置于同一蒸馏瓶中。蒸馏瓶置于旋转蒸发器上,回收使用的试剂。再将含有油脂的蒸馏瓶和放有萃取后试样的称量盒放置于 105 ℃烘箱内烘干 2 h 后,放入干燥器内冷却至室温,称取质量 m_3 、 m_4 。

$$Q = \frac{m_3 - m_1}{m_3 - m_1 + m_4 - m_2} \times 100\% \quad (1)$$

式中:Q——蚕丝含油率,%;

m_1 ——蒸馏瓶的干燥质量,g;

m_2 ——称量盒的干燥质量,g;

m_3 ——含有油脂蒸馏瓶的干燥质量,g;

m_4 ——含有萃取后试样称量盒的干燥质量,g。

1.2.3 扫描电镜分析

使用扫描电子显微镜对测试前和测试后的蚕丝表面进行拍照分析,观察油脂在蚕丝表面的附着情况和萃取情况。

1.2.4 红外光谱分析

使用傅里叶变换红外光谱仪对两种测试方法得到的产物进行分析,对比两者的红外吸收光谱,分析两种产物。

1.2.5 试剂回收

微波萃取后的萃取剂使用旋转蒸发器进行回收,根据回收量与使用量可计算试剂的回收率;由于索式萃取器所采用的蒸馏瓶无法使用旋转蒸发器,故采用加热蒸馏法,用索式萃取器存放所蒸馏试剂,最后移入量筒中称量。

2 结果与分析

2.1 试验结果及分析

2.1.1 含油率及试剂回收率

表 1 所示为微波萃取和索式萃取的试验结果。固液比定义为蚕丝质量与萃取溶剂体积的比值。

表 1 微波萃取法和索式萃取法的试验结果

方法	萃取温度/℃	萃取时间/min	固液比/(g/mL)	含油率/%	回收率/%
索式萃取	35	120	3:100	0.614	60%~70%
微波萃取	67	15	2:40	0.645	>80%

根据表 1 分析：

——能耗。微波萃取法选择性加热，大部分能量都由萃取试剂吸收，能量利用率较高，而索式萃取法采用的是水浴加热，能量利用率极低。

——测试时间。微波萃取由于是高温萃取，萃取仅需十几分钟，而索式萃取是低温萃取，萃取效率较低，往往需要花费几个小时才能萃取完全。

——试剂用量。微波萃取法是封闭萃取，其萃取容器较小，所需萃取试剂远小于索式萃取法的。

——含油率。微波萃取法测得的含油率略高于索式萃取法的，这是由于索式萃取是冷萃取，分子运动速度低，萃取溶剂难以进入蚕丝内部及蚕丝表面的褶皱部位，对这部分油脂萃取的效果就较差，且油脂氢键与蚕丝中大分子结合紧密，而低温下萃取试剂分子动能较小，难使其断裂，从而导致索式萃取法测得的蚕丝含油率略低于采用高温的微波萃取法的。

——试剂回收率。微波萃取法的试剂回收率一般都在 80% 以上，而索式萃取法的试剂回收率一般仅为 60%~70%。这是由于索式萃取法是开放型萃取，萃取过程中就会有试剂挥发，回收过程不仅试剂严重挥发，操作也相当复杂，导致试剂回收率较低，微波萃取法采用的是封闭萃取，萃取剂在萃取过程中不会有任何损失，仅在液体转移和回收环节发生部分损耗，故其试剂回收率相对而言稍高。

2.1.2 表观形态

由图 1 可知，原始待测的蚕丝表面有大量油脂分子，聚集成团，附着于蚕丝表面，而经过索式萃取和微波萃取后的蚕丝表面光滑，蚕丝上残余的油脂基本已去除干净，这也表明微波萃取法在采用萃取温度 67℃，乙酸乙酯用量 40 mL，萃取时间 15 min，萃取功率 800 W 时可以完美取代传统的索式萃取法。

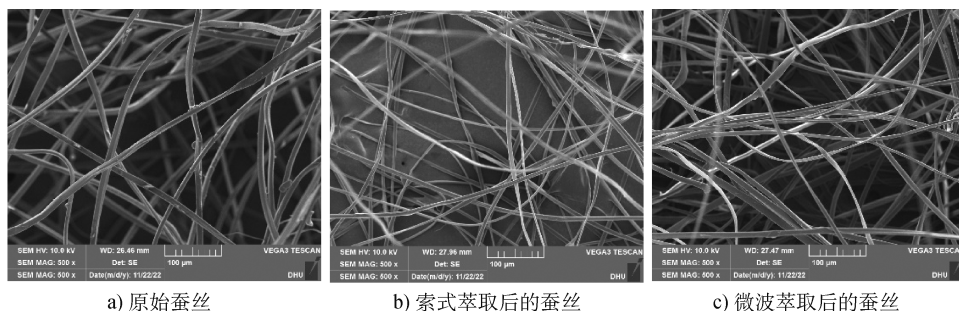


图 1 蚕丝的表观形态

2.1.3 红外谱图

由图 2 可知，对于同一种蚕丝，索式萃取法和微波萃取法所得产物——萃取油脂的红外光谱图基本一致，微波萃取法所得产物中无蚕丝蛋白红外特征峰。这表明采用微波高温萃取蚕丝油脂时并未破坏蚕丝，其测试所得产物与索式萃取法的一致。

2.2 微波萃取条件对萃取结果的影响

微波萃取蚕丝含油率正交试验本研究选取萃取温

度、萃取时间、萃取功率及蚕丝质量与萃取溶剂体积的固液比为因素，设计 4 因素 3 水平的正交试验，以萃取所得的蚕丝含油率作为主要评价指标，综合其测试条件进行分析。微波萃取含油率试验参数及结果如表 2 所示，根据极差 (R) 分析，影响因素的主次关系为萃取温度 ($R=0.129$) > 萃取固液比 ($R=0.037$) > 萃取时间 ($R=0.017$) > 萃取功率 ($R=0.013$)。将微波萃取试验因素进行组合， k_1 、 k_2 、 k_3 分别为各因素在 3 个水平下对蚕丝油脂的萃取结果。

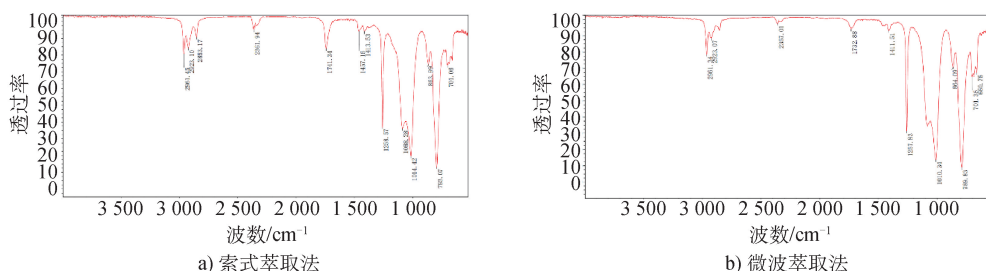


图 2 萃取油脂的红外光谱图

表 2 微波萃取正交方案及试验结果

编号	温度/°C	时间/min	功率/W	固液比/(g/mL)	含油率/%
1	57	10	400	2:30	0.481
2	57	15	1 200	2:40	0.532
3	57	20	800	2:50	0.548
4	67	10	1 200	2:50	0.656
5	67	15	800	2:30	0.634
6	67	20	400	2:40	0.657
7	77	10	800	2:40	0.653
8	77	15	400	2:50	0.659
9	77	20	1 200	2:30	0.637
k_1	0.520	0.597	0.599	0.584	
k_2	0.649	0.608	0.612	0.614	
k_3	0.650	0.614	0.608	0.621	
R	0.129	0.017	0.013	0.037	

2.2.1 萃取温度

微波萃取温度对萃取结果(蚕丝的含油率)的影响最大,如图 3 所示,随着萃取温度的提高,含油率呈现先增加后基本不变的变化趋势。这是由于萃取温度上升,油脂分子和萃取剂分子的热运动加剧,油脂更容易脱离蚕丝表面进入溶剂,但当温度超过一定数值时,蚕丝表面附着的油脂已完全溶入萃取剂,这时再升高温度,对油脂的萃取效果已基本没影响了。因此,在综合考虑能耗的情况下,选取 67 °C 为微波萃取试验的最佳温度。

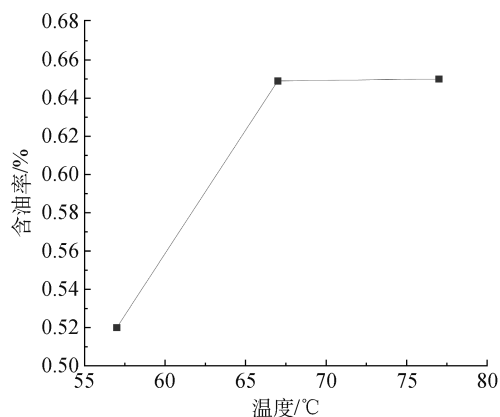


图 3 萃取温度对含油率的影响

2.2.2 萃取固液比

如图 4 所示,微波萃取固液比对萃取结果(蚕丝的含油率)的影响是随着萃取溶剂体积的增加而增大,但含油率的增大程度是逐渐减小的。这是由于萃取所采用仪器的限制,试样管体积有限,在确定蚕丝的质量后,最先试验加入的萃取溶剂不足以完全覆盖

蓬松的蚕丝,导致萃取效果较差,此时增加萃取溶剂,对萃取结果的影响较大,但当萃取溶剂完全覆盖蚕丝后,增加萃取溶剂对萃取结果只有轻微影响,这是由于后续试验将萃取溶剂挤出时,蚕丝会吸附部分萃取溶剂,导致萃取结果(蚕丝的含油率)偏小。因此,综合检测成本及节能减排需求,在保证检测精度的情况下,选取 2:40(蚕丝质量与萃取溶剂体积)为微波萃取试验的最佳固液比。

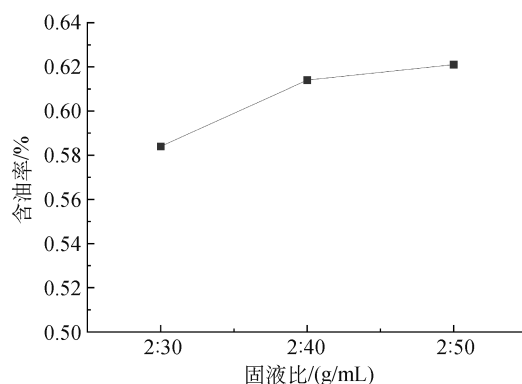


图 4 固液比对含油率的影响

2.2.3 萃取时间

如图 5 所示,萃取结果(蚕丝的含油率)随萃取时间的增加而增大,但增大幅度缓慢减小。这是由于萃取时间越大,油脂分子吸收的能量越多,萃取溶剂分子对其的碰撞次数也越多,蚕丝表面及间隙中附着的油脂分子就更容易溶于萃取溶剂。当油脂分子基本都溶入萃取溶剂后,再增加萃取时间对萃取结果也基本没影响了。因此,综合时间成本,选取 15 min 为微波萃取试验的最佳萃取时间。

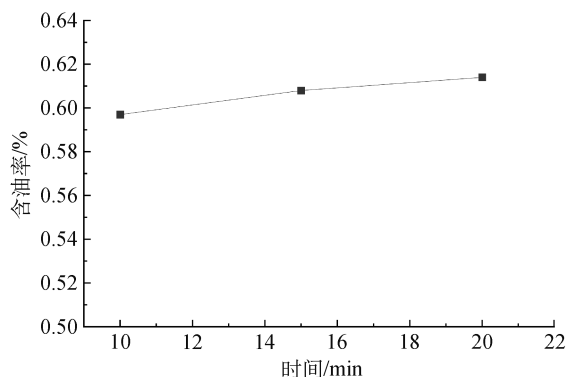


图5 萃取时间对含油率的影响

2.2.4 萃取功率

如图6所示,微波萃取法的萃取功率对萃取结果(蚕丝的含油率)的影响比较小,一定程度上含油率随着萃取功率的增大有小幅提高。这是由于测试仪器选取的测试方法为温控式,当萃取溶剂温度达到设定温度后仪器会自动调整微波功率。在功率较低时,萃取溶剂温度上升缓慢,导致萃取效果较差;功率过高,溶剂升温剧烈,温度调控不灵敏,萃取时的温度可能会超过设定温度,将对试验结果产生一定影响。因此,综合试验结果及试验时溶剂升温变化幅度,选取800 W为微波萃取试验的最佳萃取功率。

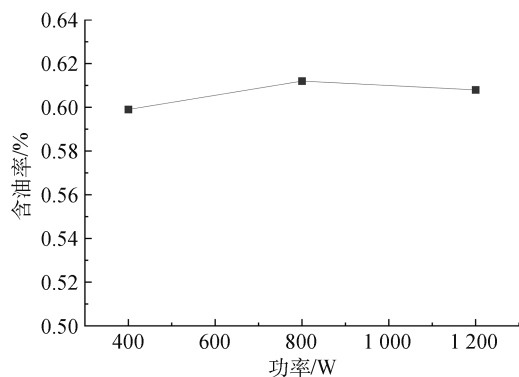


图6 萃取功率对含油率的影响

3 结论

——在一定范围内,微波萃取温度对蚕丝油脂萃取结果的影响最大,萃取功率对萃取结果的影响最小。综合试验结果和工艺优化的需求,获得的较优的检测方案为蚕丝2 g,萃取温度67℃,乙酸乙酯用量40 mL,萃取时间15 min,萃取功率800 W。该方案相较于目前采用的索式萃取法,在检测成本和耗时方面都有较大改进。

——相比于冷萃取的索式萃取法,采用高温萃取的微波萃取法对蚕丝油脂的萃取更加完全,测试结果更为精确。

——微波萃取法工艺中试剂回收率高,操作方便快捷,测试过程中无有毒气体排放,试验过程更加安全环保。相比之下,微波萃取法更符合绿色环保的需求。

参 考 文 献

- [1] 中国纺织工业联合会. 蚕丝含油率试验方法: FZ/T 40006—2018[S]. 北京: 中国标准出版社, 2018: 10.
- [2] 薛正元, 杭志伟, 张珏, 等. 桑蚕丝异味来源及蚕蛹油提取方法[J]. 纺织科技进展, 2018(11): 44-46.
- [3] 楼陈钰. 蚕丝被填充物含油率检测影响因素的探讨[J]. 上海纺织科技, 2017, 45(7): 13-15.
- [4] 李兵等. 家蚕丝绸含油率测定方法的研究[J]. 丝绸, 2008(4): 46-47.
- [5] RICHARD G, FRANK S, KENNETH W et al. The use of microwave ovens for rapid organic synthesis [J]. Tetrahedron Letters, 1986, 27(3): 279-282.

欢迎订阅、投稿

《产业用纺织品》 <https://cyyf.cbpt.cnki.net>