



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 112481015 B

(45) 授权公告日 2023.03.31

(21) 申请号 202011547575.7 *C11B 1/00* (2006.01)
(22) 申请日 2020.12.24 *C11B 3/00* (2006.01)
(65) 同一申请的已公布的文献号 *C11B 3/10* (2006.01)
申请公布号 CN 112481015 A *C11B 3/16* (2006.01)
C11B 1/10 (2006.01)
(43) 申请公布日 2021.03.12
(73) 专利权人 卡莱丽化妆品有限公司
地址 215500 江苏省苏州市常熟市227省道
辛庄段陶泾路旁
(72) 发明人 周华锋 常鲤上 周建青 杜兆阳
吴姗姗
(74) 专利代理机构 苏州广正知识产权代理有限公司 32234
专利代理师 张利强
(51) Int. Cl. *C11B 1/02* (2006.01)

(56) 对比文件

CN 108096074 A, 2018.06.01
CN 106466299 A, 2017.03.01
CN 102772715 A, 2012.11.14
CN 108085134 A, 2018.05.29
CN 106190531 A, 2016.12.07

审查员 张聪

权利要求书1页 说明书6页

(54) 发明名称

一种精制蛇油制备工艺

(57) 摘要

本发明公开了一种精制蛇油制备工艺,包括以下步骤:取蛇脂肪瓣放入1含有柠檬酸和氯化钠的等渗水溶液中浸泡,然后去离子水漂洗,得到预处理过的蛇脂肪瓣;将预处理过的蛇脂肪瓣加入到搅拌釜中,并加入巯基抗氧化剂,搅拌,均质,得到液化蛇脂肪;将液化蛇脂肪,通过管式离心机离心获得蛇油粗品;将获得的蛇油粗品,加入的吸附剂,搅拌,通过管式离心机离心获得脱色脱味的蛇油;将获得的蛇油采用超临界CO₂萃取分离获得精制蛇油。本发明采用了选取特定巯基抗氧化剂,能有有效的降低蛇油的过氧化值,具有显著的高温稳定性。制备工艺无有机溶剂,利用了均质破壁,充分将蛇油从脂肪细胞中释放出来,结合了高速管式离心,提高了低温萃取油得率。

1. 一种精制蛇油制备工艺,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 取蛇脂肪瓣放入10~20倍含有柠檬酸和氯化钠的等渗水溶液中浸泡20-60min,然后去离子水漂洗2-6遍,得到预处理过的蛇脂肪瓣;

(2) 将步骤(1)中的预处理过的蛇脂肪瓣加入到搅拌釜中,并加入巯基抗氧化剂,搅拌,均质,得到液化蛇脂肪;

(3) 将步骤(2)中的液化蛇脂肪,通过管式离心机离心获得蛇油粗品;

(4) 将步骤(3)获得的蛇油粗品,加入吸附剂,搅拌,通过管式离心机离心获得脱色脱味的蛇油;

(5) 将步骤(4)获得的蛇油采用超临界CO₂萃取分离获得精制蛇油;

所述巯基抗氧化剂为半胱氨酸、乙酰半胱氨酸、谷胱甘肽或巯基丙酸中的一种或多种。

2. 根据权利要求1所述的精制蛇油制备工艺,其特征在于,所述等渗水溶液中柠檬酸的质量百分比浓度为0.05~0.5%,氯化钠的质量百分比浓度为0.6~0.8%,巯基抗氧化剂的重量为蛇脂肪瓣的0.5%~5%,吸附剂的重量为蛇脂肪瓣的2~10%。

3. 根据权利要求1所述的精制蛇油制备工艺,其特征在于,步骤(2)中加入巯基抗氧化剂,在30~45℃条件下搅拌1~2h,并通过高速剪切机,在2000~8000rpm转速下均质10~30min。

4. 根据权利要求1所述的精制蛇油制备工艺,其特征在于,所述巯基抗氧化剂为半胱氨酸。

5. 根据权利要求1所述的精制蛇油制备工艺,其特征在于,所述吸附剂为氧化铝或硅胶。

6. 根据权利要求5所述的精制蛇油制备工艺,其特征在于,所述的吸附剂为粒径5~30μm、孔径5~20nm的硅胶。

7. 根据权利要求1所述的精制蛇油制备工艺,其特征在于,步骤(4)中在30~45℃条件下搅拌30~120min,搅拌速度为50~500rpm。

8. 根据权利要求1所述的精制蛇油制备工艺,其特征在于,步骤(3)和(4)中管式离心分离的条件为:转速为12000~18000rpm。

9. 根据权利要求1所述的精制蛇油制备工艺,其特征在于,所述超临界CO₂萃取分离条件为:萃取温度为30~40℃,萃取压力为28~40Mpa,流量为20~60L/h,分离釜的压力为8~25Mpa,分离温度为30~40℃。

一种精制蛇油制备工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及动物油提取技术领域,特别是涉及一种精制蛇油制备工艺。

背景技术

[0002] 李时珍在《本草纲目》中记载蛇脂“绵裹塞耳聋,亦傅肿毒”,又“摩着物,皆透也”。蛇油为蛇的脂肪组织经过提取而成。蛇油具有非常强的渗透力,同时具有消肿解毒之功效,民间中医常用蛇油治疗冻疮、皲裂及烫伤等,取得了非常显著的临床应用价值。蛇油主要成分为脂肪酸甘油酯,其不饱和脂肪酸含量在60%左右,包括人体必需的不饱和脂肪酸,同时含有花生四烯酸、亚麻酸及亚油酸等多不饱和脂肪酸。不饱和脂肪酸是皮脂膜的重要组成部分,与NMF、神经酰胺等成分一同构成角质细胞间重要的细胞间质,传导其他活性成分,构成完整的皮肤屏障,是皮肤健康的一个关键因素。蛇油中高含量的不饱和脂肪酸是其修复皮肤、保持皮肤健康的关键,蛇油具有促进皮肤新陈代谢、增强皮肤免疫力,抗皮肤老化等功效。传统蛇油制备采用蛇脂肪高温熬制的办法,制取的蛇油为深黄色,具有非常重的蛇腥味,同时具有氧化后的酸败味,稳定性比较差,过氧化值不达标,需要经过酸碱精炼,容易氧化,其特有的蛇脂肪土腥味,消费者无法接受其腥味,限制了蛇油在皮肤护理中的广泛应用,消费无法接受其腥味,因此,提高稳定性和脱腥成为蛇油制备的关键。

[0003] 如中国专利文献CN103468390B公开的一种蛇油的制备方法,采用加热炼制,然后采用溶剂萃取,脱溶剂得到精制蛇油,该方法通过高温熬制,易氧化,得到的蛇油具有氧化后的酸败味,过氧化值高,易氧化,稳定性比较差。

[0004] 又如中国专利文献CN105754716A中公开的一种精制蛇油的生产加工工艺,包括以下步骤:1)预处理;2)与稻壳混合;3)正丁烷萃取;4)真空极限脱正丁烷;5)转移至脱溶脱嗅罐;6)再次真空脱正丁烷;7)固液分离得到蛇油,传输蛇油于收集桶;计量、封口、贴签;装于容器,该方法萃取所用正丁烷常压下为气体,萃取过程中需要加压使其成为液态才可起到萃取的作用,且其通过添加柠檬皮起到吸附作用,用柠檬皮具有的香味掩盖部分蛇腥味,不能完全去除蛇油腥味。

[0005] 本发明人在专利中CN108085134A中,公开了采用低沸点有机溶剂进行蛇油提取,后前经过超临界萃取进行脱腥蛇油的制备,虽然低沸点有机溶剂在萃取蛇油上具有低温提取物的效率高,但是在生产过程中,低沸点有机溶剂易挥发、易爆炸等风险,在实际生产过程中操作不便。

发明内容

[0006] 本发明主要解决的技术问题是提供一种精制蛇油制备工艺,克服现有技术中采用有机溶剂方法制备精制蛇油的生产中的不足,从而提供一种无需有机溶剂的低温精制蛇油制备工艺。

[0007] 为解决上述技术问题,本发明采用的一个技术方案是:提供一种精制蛇油制备工艺,包括以下步骤:

[0008] (1)取蛇脂肪瓣放入10~20倍含柠檬酸和氯化钠的等渗水溶液中浸泡20-60min,然后去离子水漂洗2-6遍,得到预处理过的蛇脂肪瓣;

[0009] (2)将步骤(1)中的预处理过的蛇脂肪瓣加入到搅拌釜中,并加入巯基抗氧化剂,搅拌,均质,得到液化蛇脂肪;

[0010] (3)将步骤(2)中的液化蛇脂肪,通过管式离心机离心获得蛇油粗品;

[0011] (4)将步骤(3)获得的蛇油粗品,加入的吸附剂,搅拌,通过管式离心机离心获得脱色脱味的蛇油;

[0012] (5)将步骤(4)获得的蛇油采用超临界CO₂萃取分离获得精制蛇油。

[0013] 在本发明一个较佳实施例中,所述等渗水溶液中柠檬酸的质量百分比浓度为0.05~0.5%,氯化钠的质量百分比浓度为0.6~0.8%,巯基抗氧化剂的重量为蛇脂肪瓣的0.5%~5%,吸附剂的重量为蛇脂肪瓣的2~10%。

[0014] 在本发明一个较佳实施例中,步骤(2)中加入巯基抗氧化剂,在30~45℃条件下搅拌1~2h,并通过高速剪切机,在2000~8000rpm转速下均质10~30min。

[0015] 在本发明一个较佳实施例中,所述巯基抗氧化剂为半胱氨酸、乙酰半胱氨酸、谷胱甘肽、巯基丙酸或硫辛酸中的一种或多种。

[0016] 在本发明一个较佳实施例中,所述巯基抗氧化剂为半胱氨酸。

[0017] 在本发明一个较佳实施例中,所述吸附剂为氧化铝或硅胶。

[0018] 在本发明一个较佳实施例中,所述的吸附剂为粒径5~30μm、孔径5~20nm的硅胶。

[0019] 在本发明一个较佳实施例中,步骤(4)中在30~45℃条件下搅拌30~120min,搅拌速度为50~500rpm。

[0020] 在本发明一个较佳实施例中,步骤(3)和(4)中管式离心分离的条件为:转速为12000~18000rpm。

[0021] 在本发明一个较佳实施例中,所述超临界CO₂萃取分离条件为:萃取温度为30~40℃,萃取压力为28~40Mpa,流量为20~60L/h,分离釜的压力为8~25Mpa,分离温度为30~40℃。

[0022] 本发明的有益效果是:

[0023] 1、本发明提供的精制蛇油的制备工艺采用了选取特定巯基抗氧化剂,能有有效的降低蛇油的过氧化值,具有显著的高温稳定性。

[0024] 2、本发明提供制备工艺无有机溶剂,利用了均质破壁,充分将蛇油从脂肪细胞中释放出来,结合了高速管式离心,提高了低温萃取油得率。

具体实施方式

[0025] 下面将对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅是本发明的一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其它实施例,都属于本发明保护的范畴。

[0026] 实施例1

[0027] 本实施例提供了一种精制蛇油制备工艺,包括以下步骤:

[0028] (1)取10kg新鲜蛇脂肪瓣浸泡于100kg含有柠檬酸和氯化钠的等渗水溶液中,等渗水溶液中柠檬酸的质量百分比浓度为0.05%,氯化钠的质量百分比浓度为0.7%,温度为25℃

下浸泡1h,然后去离子水漂洗3遍,沥干得到预处理过的蛇脂肪瓣;

[0029] (2)称取步骤(1)中的预处理过的蛇脂肪瓣10kg加入搅拌釜中,再向里面加入50g半胱氨酸,30℃慢速搅拌2h,然后以转速3000rpm均质破壁30min后,蛇脂肪完全液化,得到液化蛇脂肪;

[0030] (3)将步骤(2)中的液化蛇脂肪,通过管式离心机在13000rpm条件下离心,获得蛇油粗品;

[0031] (4)称取6kg蛇油粗品及0.3kg啤酒硅胶,啤酒硅胶粒径30 μ m、孔径20nm,在转速300rpm搅拌60min,通过管式离心机在17000rpm离心获得脱色脱味的的蛇油;

[0032] (5)将步骤(4)获得的蛇油加入超临界萃取釜中,进行超临界CO₂萃取分离,萃取釜的萃取温度为38℃,萃取压力为30 Mpa,流量为30L/h,分离釜的分离压力为10Mpa,分离温度为38℃,即得无色无味的精制蛇油。

[0033] 实施例2

[0034] 本实施例提供了一种精制蛇油制备工艺,包括以下步骤:

[0035] (1)取10kg新鲜蛇脂肪瓣浸泡于150kg含有柠檬酸和氯化钠的等渗水溶液中,等渗水溶液中柠檬酸的质量百分比浓度为0.25%,氯化钠的质量百分比浓度为0.7%,温度为25℃下浸泡1h,然后去离子水漂洗5遍,沥干得到预处理过的蛇脂肪瓣;

[0036] (2)称取步骤(1)中的预处理过的蛇脂肪瓣10kg加入搅拌釜中,再向里面加入250g谷胱甘肽,40℃慢速搅拌2h,然后以转速5000rpm均质破壁10min后,蛇脂肪完全液化,得到液化蛇脂肪;

[0037] (3)将步骤(2)中的液化蛇脂肪,通过管式离心机在16000rpm条件下离心,获得蛇油粗品;

[0038] (4)称取6kg蛇油粗品及0.12kg三氧化二铝,三氧化二铝粒径5 μ m、孔径5nm,在转速50rpm搅拌120min,通过管式离心机在15000rpm离心获得脱色脱味的的蛇油;

[0039] (5)将步骤(4)获得的蛇油加入超临界萃取釜中,进行超临界CO₂萃取分离,萃取釜的萃取温度为40℃,萃取压力为35 Mpa,流量为50L/h,分离釜的分离压力为12Mpa,分离温度为40℃,即得无色无味的精制蛇油。

[0040] 实施例3

[0041] 本实施例提供了一种精制蛇油制备工艺,包括以下步骤:

[0042] (1)取10kg新鲜蛇脂肪瓣浸泡于200kg含有柠檬酸和氯化钠的等渗水溶液中,等渗水溶液中柠檬酸的质量百分比浓度为0.5%,氯化钠的质量百分比浓度为0.7%,温度为25℃下浸泡40min,然后去离子水漂洗3遍,沥干得到预处理过的蛇脂肪瓣;

[0043] (2)称取步骤(1)中的预处理过的蛇脂肪瓣10kg加入搅拌釜中,再向里面加入500g巯基丙酸,40℃慢速搅拌2h,然后以转速8000rpm均质破壁15min后,蛇脂肪完全液化,得到液化蛇脂肪;

[0044] (3)将步骤(2)中的液化蛇脂肪,通过管式离心机在14000rpm条件下离心,获得蛇油粗品;

[0045] (4)称取6kg蛇油粗品及0.6kg啤酒硅胶,啤酒硅胶粒径15 μ m、孔径10nm,在转速500rpm搅拌30min,通过管式离心机在18000rpm离心获得脱色脱味的的蛇油;

[0046] (5)将步骤(4)获得的蛇油加入超临界萃取釜中,进行超临界CO₂萃取分离,萃取釜

的萃取温度为39℃,萃取压力为28 Mpa,流量为20L/h,分离釜的分离压力为16Mpa,分离温度为40℃,即得无色无味的精制蛇油。

[0047] 实施例4

[0048] 本实施例提供了一种精制蛇油制备工艺,包括以下步骤:

[0049] (1)取10kg新鲜蛇脂肪瓣浸泡于100kg含有柠檬酸和氯化钠的等渗水溶液中,等渗水溶液中柠檬酸的质量百分比浓度为0.05%,氯化钠的质量百分比浓度为0.7%,温度为25℃下浸泡1h,然后去离子水漂洗3遍,沥干得到预处理过的蛇脂肪瓣;

[0050] (2)称取步骤(1)中的预处理过的蛇脂肪瓣10kg加入搅拌釜中,再向里面加入150g半胱氨酸,30℃慢速搅拌2h,然后以转速3000rpm均质破壁30min后,蛇脂肪完全液化,得到液化蛇脂肪;

[0051] (3)将步骤(2)中的液化蛇脂肪,通过管式离心机在13000rpm条件下离心,获得蛇油粗品;

[0052] (4)称取6kg蛇油粗品及0.3kg啤酒硅胶,啤酒硅胶粒径20μm、孔径8nm,在转速100rpm搅拌60min,通过管式离心机在17000rpm离心获得脱色脱味的的蛇油;

[0053] (5)将步骤(4)获得的蛇油加入超临界萃取釜中,进行超临界CO₂萃取分离,萃取釜的萃取温度为38℃,萃取压力为30 Mpa,流量为30L/h,分离釜的分离压力为10Mpa,分离温度为38℃,即得无色无味的精制蛇油。

[0054] 对比例1

[0055] 本实施例提供了一种蛇油的制备工艺,包括如下步骤:

[0056] (1)取10kg新鲜蛇脂肪瓣浸泡于100kg含有柠檬酸和氯化钠的等渗水溶液中,等渗水溶液中柠檬酸的质量百分比浓度为0.05%,氯化钠的质量百分比浓度为0.7%,温度为25℃下浸泡1h,然后去离子水漂洗3遍,沥干得到预处理过的蛇脂肪瓣;

[0057] (2)称取步骤(1)中的预处理过的蛇脂肪瓣10kg加入搅拌釜中,再向里面加入150g维生素C(或者丁羟甲苯),30℃慢速搅拌2h,然后以转速3000rpm均质破壁30min后,蛇脂肪完全液化,得到液化蛇脂肪;

[0058] (3)将步骤(2)中的液化蛇脂肪,通过管式离心机在13000rpm条件下离心,获得蛇油粗品;

[0059] (4)称取6kg蛇油粗品及0.3kg啤酒硅胶,啤酒硅胶粒径20μm、孔径8nm,在转速100rpm搅拌60min,通过管式离心机在17000rpm离心获得脱色脱味的的蛇油;

[0060] (5)将步骤(4)获得蛇油加入超临界萃取釜中,进行超临界CO₂萃取分离,萃取釜的萃取温度为38℃,萃取压力为30 Mpa,流量为30L/h,分离釜的分离压力为10Mpa,分离温度为38℃,即得无色无味的精制蛇油。

[0061] 测试例1

[0062] 按照GB T 5538-2005 动植物油脂过氧化值测定标准,对实施例1~4和对比例1所得精制蛇油进行过氧化值测定,具体结果见表1。

[0063] 表1

	蛇脂肪过氧化值	处理后蛇油过氧化值
	mmol/Kg	mmol/Kg
[0064] 对比例 1 (维生素 C)	26.32	19.31
对比例 1 (丁羟甲苯)		12.25
实施例 1		1.23
实施例 2		0.93
实施例 3		0.48
实施例 4		0.26

[0065] 由表1可知,精制蛇油制备工艺中采用特定巯基抗氧化剂有利于降低精制蛇油的过氧化值。

[0066] 测试例2

[0067] 按照GB/T 21121-2007 动植物油脂 氧化稳定性的测定(加速氧化测试)对实验例1~4和对比例1所得精制蛇油进行氧化值稳定性测试,具体结果见表2。

[0068] 表2

	100℃条件下氧化诱导时间 (h)
[0069] 对比例 1(维生素 C)	1.4
对比例 1(丁羟甲苯)	1.9
实施例 1	4.4
实施例 2	5.2
实施例 3	6.3
实施例 4	6.8

[0070] 由表2可知,精制蛇油制备工艺中采用特定巯基抗氧化剂有利于提高精制蛇油的氧化诱导时间,即蛇油的氧化稳定性增加。

[0071] 本发明精制蛇油制备工艺的有益效果是:本发明提供的精制蛇油的制备工艺采用了选取特定巯基抗氧化剂,能有有效的降低蛇油的过氧化值,具有显著的高温稳定性;本发明提供制备工艺无有机溶剂,利用了均质破壁,充分将蛇油从脂肪细胞中释放出来,结合了

高速管式离心,提高了低温萃取油得率。

[0072] 以上所述仅为本发明的实施例,并非因此限制本发明的专利范围,凡是利用本发明说明书内容所作的等效结构或等效流程变换,或直接或间接运用在其它相关的技术领域,均同理包括在本发明的专利保护范围内。