

王国卿,张鑫,朱俊宇,等.微波-超声波协同溶剂萃取对黑水虻油脂产率及产物特性影响[J].华中农业大学学报,2022,41(4):43-50.
DOI:10.13300/j.cnki.hnlkxb.2022.04.006

微波-超声波协同溶剂萃取对黑水虻油脂产率及产物特性影响

王国卿,张鑫,朱俊宇,袁巧霞

华中农业大学工学院,武汉430070

摘要 为充分利用黑水虻油脂资源,以及优化微波-超声波协同萃取提取黑水虻幼虫油脂工艺,采用单因素试验研究萃取溶剂、萃取时间、超声波功率、固液比对黑水虻油脂得率的影响。分别以油脂得率与能量转化率为指标,采用正交试验优化微波-超声波协同溶剂提取黑水虻幼虫油脂的工艺条件。结果显示:微波-超声波提取黑水虻油脂的理想溶剂为石油醚,微波功率为100 W、温度为40℃、超声功率为100 W、萃取时间为10 min;通过正交优化试验获得最佳组合工艺为提取时间25 min,固液比(g/mL)1:25,超声功率150 W,此时油脂得率为41.43%,能量转化率为56.79%。在试验因素范围内不同工艺参数对油脂的热稳定性和官能团组成未产生明显影响;水虻幼虫油脂中脂肪酸主要是亚油酸(19.03%)、油酸(16.66%)、月桂酸(14.92%)和棕榈酸(11.9%)。

关键词 黑水虻; 油脂萃取; 微波-超声波协同萃取; 畜禽粪便处理

中图分类号 TQ644 **文献标识码** A **文章编号** 1000-2421(2022)04-0043-08

随着畜禽养殖的发展和碳中和目标实现的需要,畜禽粪便高效、低碳转化及增值化利用备受人们关注。黑水虻(*Hermetia illucens* L.)又称亮斑扁角水虻,属于双翅目,水虻科,其幼虫粗脂肪可以达到31%~35%,粗蛋白高达42%~44%^[1],并且氨基酸含量比较丰富,油脂中不饱和脂肪酸所占比重较大,因此具有非常实用的资源价值。黑水虻转化畜禽粪便,既可实现畜禽粪便无害化处理,其产物黑水虻幼虫或预蛹还是优质的动物蛋白和脂肪资源^[2],虫沙也是优质的有机肥^[3],可见黑水虻转化畜禽粪便有助于低碳畜牧业的实现。目前黑水虻幼虫多作为蛋白饲料进行利用,但由于高脂肪含量,使其耐贮性差^[4],如果采用有效的方法将其脂肪提取转化成生物柴油等化工用品,实现其产物的分级利用,则更有利于其资源利用的高效化和增值化。

目前昆虫油脂提取方法主要有物理压榨法和溶剂萃取法等^[5],物理压榨法绿色且操作简单,但提取时间长、效率低、耗能高^[6]。有机溶剂萃取法具有条件温和、对有效成分有良好的选择性等优点^[7],但存在有机溶剂消耗量大、提取周期较长、提取效率较低

的问题^[8-9]。近年来,微波-超声波协同萃取技术得到了快速发展,该技术利用了微波的穿透效应和超声波的空化效应,提高了提取效率。郭玲玲等^[10]采用微波-超声波协同方式提取了紫苏叶中挥发性精油,紫苏精油提取率可达到2.34%。蒋新龙等^[11]研究超声波-微波协同提取棠梨籽油,最佳油脂提取率为34.78%。曹小燕等^[12]利用超声波-微波协同技术提取阳荷中的多糖,结果表明微波超声波协同萃取技术能够很好地提高阳荷中的多糖提取率。

为了充分地利用黑水虻油脂资源,本研究以黑水虻幼虫为原料,在确定合适萃取剂的基础上,研究微波-超声波协同萃取工艺参数对提取率及产物特性的影响,旨在为进一步开发利用黑水虻幼虫油脂资源提供参考。

1 材料与方法

1.1 试验原料与试剂

黑水虻幼虫:市售(山东亿虫黑水虻养殖中心,中国山东),经除杂、干燥、粉碎后制成粒径0.355~0.420 mm原料粉末,备用。试验所用的黑水虻幼虫

收稿日期:2022-02-12

基金项目:国家自然科学基金项目(31872400)

王国卿,E-mail:499735194@qq.com

通信作者:袁巧霞,E-mail:qxuyan@mail.hzau.edu.cn

原料的基本组成成分含量为:粗蛋白43.12%,粗脂肪42.13%,灰分9.15%,水分4.60%。

萃取剂:石油醚(60~90℃)、甲醇、乙醇、乙酸乙酯、正己烷,试剂均购自国药集团化学试剂有限公司,分析纯。

1.2 试验装置

试验装置为微波超声波组合萃取仪(BILON-CW-1000,中国上海),该萃取仪最大微波输出功率为1 000 W,最大超声波输出功率为1 000 W。

1.3 试验方法

按照试验要求称量黑水虻幼虫粉末以及量取相应的萃取剂置于150 mL专用萃取釜中,并充分混合,将萃取釜置于萃取仪中,安装好冷凝回流装置,分别设置相应参数进行微波-超声波协同处理。萃取结束后于旋转蒸发器中真空抽滤,将抽滤后的产物放在恒温鼓风干燥箱105℃干燥30 min以上,待产物质量恒定后对固相产物和油相产物称质量。每组试验重复3次,取平均值。

本研究在前期进行了预试验,通过预试验发现在该设备参数条件下,超声功率、提取时间和物料与溶剂比对萃取效果影响较大,而在仪器设备可控范围内微波功率与反应温度对萃取效果没有显著的影响。因此,本研究首先对有机溶剂进行筛选,采用单因素试验,研究超声功率、提取时间、料液比(原料质量与溶剂容积比)3个因素对萃取效果的影响。3因素的试验水平为:提取时间为5、15、25、35、45 min;超声功率为0、50、100、150、200 W;料液比(g/mL)1:5、1:10、1:15、1:20、1:25,微波功率和萃取温度分别为100 W和40℃。然后在单因素试验基础上开展正交试验,依据 $L_9(3^4)$ 试验表进行,对提取工艺进行优化(表1)。

表1 正交检验因子水平编码表

Table 1 Orthogonal test factor level coding table

水平 Level	(A)提取时间/min Extraction time	(B)固液比/ (g/mL) Solid-liquid ratio	(C)超声功率/W Ultrasonic power
1	5	1:5	50
2	15	1:15	150
3	25	1:25	250

1.4 分析方法

1) 油脂得率和能量转化率。油脂高位热值和原料高位热值均采用ZDHW-5000微机全自动弹量热仪(中国鹤壁)进行测定。

$$\text{油脂得率} = \frac{\text{提取油脂质量}}{\text{原料质量}} \times 100\% \quad (1)$$

$$\text{能量转化率} = \frac{\text{获得油脂的质量} \times \text{油脂高位热值}}{\text{原料质量} \times \text{原料高位热值}} \times 100\% \quad (2)$$

2) 原料基本组成成分分析。黑水虻幼虫的粗脂肪按国标GB 5009.6—2016中索式提取法进行;粗蛋白质测试通过国标GB 5009.5—2016中凯氏定氮法进行分析(分析仪器:KDN-102C凯氏定氮仪,中国上海);原料含水率通过食品行业标准国标GB 5009.236—2016中电热干燥箱法进行分析(分析仪器:DHC-92485-III电热恒温鼓风干燥箱,中国上海)。

3) 脂质酯交换及GC-MS测定。首先进行甲酯化处理,取样品50 mg,加入2 mL正己烷充分溶解,再加入0.4 mol/L NaOH甲醇溶液2 mL,充分振荡,然后放入70℃水浴10 min,继续加入10 mL饱和食盐水,充分振荡,静置分层,去上层后经0.22 μm微孔滤膜过滤,使用安捷伦气相色谱-质谱检测器和毛细管色谱柱(色谱柱为HP-5MS(30.0 m×250 μm,0.25 μm);色谱柱起始温度45℃,以5℃/min的速度升至290℃保持5 min;气化室温度250℃;传输线温度300℃;载气He;载气流量1.0 mL/min;分流比50:1;进样量为1 μL。质谱条件:EI源;电子能量70 eV;离子源温度230℃;四极杆150℃;扫描模式为Scan;扫描质量范围为35~500 u。

4) 傅里叶变换红外光谱仪(FITR)检测。生物油官能团采用Nicolet iS50(美国,赛默飞)傅里叶变换红外光谱仪进行测定,光谱范围4 000~400 cm^{-1} ,分辨率4 cm^{-1} 。

5) 热重分析仪(TGA)检测。本研究采用TGA仪器分析提取的粗油脂的热稳定性。称取(6±0.3) mg生物油样品置于特定坩埚中,采用美国TA公司SDTQ600型同步热分析仪进行样品热稳定性测定。样品在30 mL/min的氮气氛围下将粗油脂从室温加热到700℃然后降温,加热速率为10℃/min。

6) 电镜检测。利用喷金机将金靶粉末涂抹在萃取油脂后的固体产物中,然后利用扫描电镜观察黑水虻固体粉末表面形态变化。

2 结果与分析

2.1 最佳萃取溶剂选择

在微波功率为100 W、温度为40℃、超声功率为100 W、萃取时间为10 min、料液比为1:15条件下,采

用不同溶剂萃取黑水虻油脂的得率结果显示,石油醚提取率最高(39.2%),其次为乙醇(38.4%)、正己烷(37.6%)、乙酸乙酯(36.5%),最低为甲醇溶剂(12.3%)。乙醇、甲醇等溶剂有很强的极性,介电常数比较大,对于微波能量的吸收能力比较强,在一定程度上可加快萃取效率。从本试验可看出,非极性溶剂石油醚处理组提取率最高,正己烷也是非极性溶剂,其产率尽管略低于乙醇,但仍远高于甲醇。石油醚相对来说成本较低、毒性较小。因此,本研究采用石油醚作为后续试验提取溶剂。

2.2 不同因素对油脂得率及能量转化率影响

在微波功率为100 W、温度为40℃、超声功率为100 W、萃取时间为10 min、料液比为1:15萃取条件下,不同的料液比下黑水虻幼虫粗油脂得率与能量转化率变化情况见图1A。由图1A可知,油脂萃取率与能量转化率随溶剂添加量增加逐渐提高,料液比为1:20(g/mL)时,黑水虻幼虫油脂提取率和能量转化效率达到最大值,分别为42.18%和58.66%,随后略有降低但总体趋向于平稳。图1B为黑水虻油脂的提取效率和能量转化率随时间变化趋势(萃取条件为:微波功率为100 W、温度为40℃、超声功率为100 W、料液比为1:10)。由图1B可知,在其他条件

不变的情况下,随着萃取时间的增加,油脂得率与能量转化率呈现先增加后减少的趋势,当超声波-微波处理15 min时,油脂萃取率达到最大值(36.74%)。而当提取时间继续增加时,油脂在微波辐射以及超声波空化效应下被分解,导致油脂得率下降。能量转化效率则是在35 min时达到最大值(54.02%),但随着萃取时间的增加生产成本也会逐渐增加。

图1C为在不同的超声波功率下黑水虻油脂的提取率和能量转化率(萃取条件为:微波功率为100 W、温度为40℃、萃取时间为10 min、料液比为1:10)。由图1C可知,油脂得率与能量转化率随超声功率的增加呈现先增大后减小的趋势,当超声功率达到100 W时达到最大值(分别为36.80%和49.42%),随后逐渐降低。原因主要是超声波辐射压强产生强烈的空化效应、机械振动、扰动效应、乳化扩散、破碎和搅拌等多级效应,增大物质分子运动的频率和速度,增加了溶液的穿透力,加速油脂分子进入溶剂,促进提取的进行从而使油脂得率升高。但随着超声波功率的持续增加,油脂的空化效应会使油脂的大分子结构分解,造成油脂的损失。

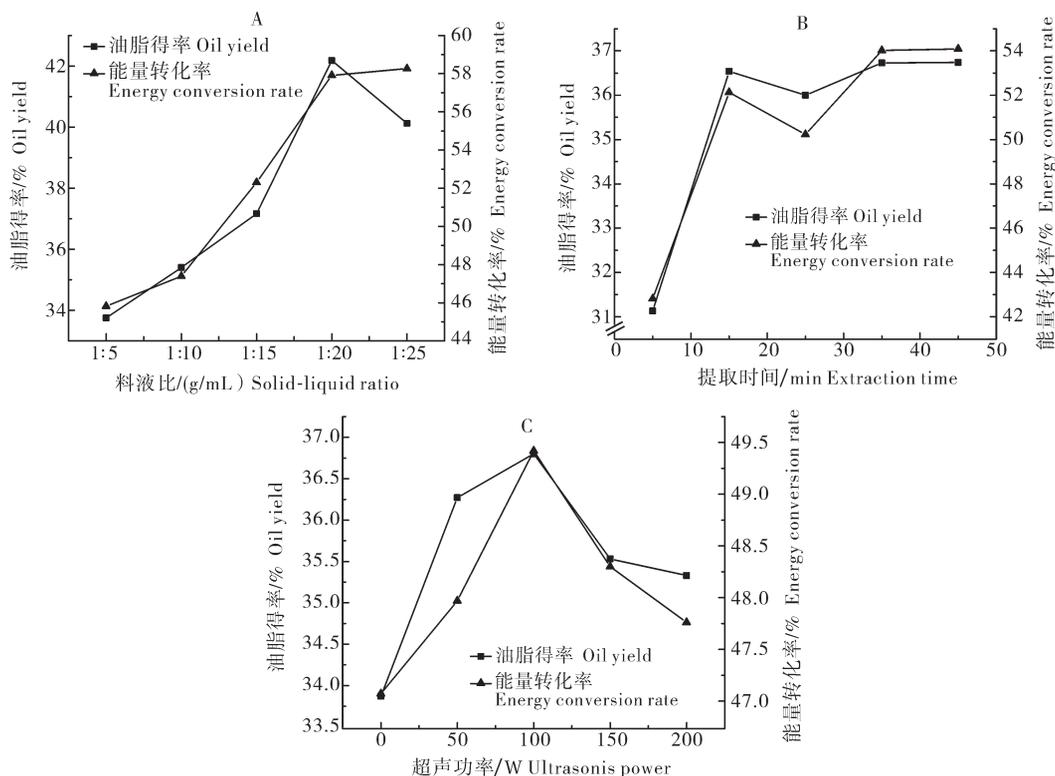


图1 不同试验条件下油脂得率和能量转化率变化情况

Fig.1 Changes of oil yield and energy conversion rate under different experimental conditions

2.3 微波-超声波协同提取油脂的工艺条件优化

基于单因素试验,以油脂得率与能量转化率为因变量,选择提取时间(A)、超声功率(B)和固液比(C)设计三因素三水平正交试验,结果见表2和表3。由表2可知,试验因子对油脂得率的影响程度为 R_{yA} (提取时间) $>R_{yC}$ (固液比) $>R_{yB}$ (超声功率),最佳组合工艺是 $A_3C_3B_2$,即提取时间25 min、固液比1:25,超声功率150 W,此时油脂得率为41.43%。由表3可知,试验因子对能量转化率的影响程度为 R_{eA} (提取时间) $>R_{eC}$ (固液比) $>R_{eB}$ (超声功率),最佳的组合工艺为 $A_3C_3B_2$,即提取时间25 min、固液比1:25、超声功率150 W,此时能量转化率为56.79%,与油脂得率正交优化结果相同,故优化的提取条件合理可行。

表2 黑水虻油脂得率正交优化试验

Table 2 Results of orthogonal optimization test of oil yield of black soldier flies

试验编号 Test number	提取时间/ min Extraction time	超声功率/W Ultrasonic power	固液比/ (g/mL) Solid-liquid ratio	油脂得率/% Oil yield
1	1	1	1	24.33
2	1	2	2	26.88
3	1	3	3	31.20
4	2	1	3	35.90
5	2	2	1	31.90
6	2	3	2	33.13
7	3	1	2	37.15
8	3	2	3	41.43
9	3	3	1	34.38
k_{y1}	27.47	32.46	30.20	
k_{y2}	33.64	33.40	32.39	
k_{y3}	37.65	32.90	36.18	
R_y	10.18	0.44	5.97	

由表4可知,因素A(提取时间)、C(固液比)对油脂提取率的影响显著,因素B(超声功率)对油脂提取率的影响不显著。

由表5可知,因素A(提取时间)对油脂提取率的影响显著,因素B(超声功率)、C(固液比)对油脂提取率的影响不显著。

2.4 油脂热稳定性

各组单因素试验条件下制得的黑水虻油脂的TG和DTG热重曲线如图2所示。生物油在氮气环境下的热解过程可以分为3个阶段^[13]。第一阶段由于细胞内和外部轻质组分脱失导致少量质量下降^[14]。第二阶段为主要的脱挥发阶段,这一阶段主

表3 黑水虻能量转化率正交优化试验

Table 3 The results of orthogonal optimization experiment of energy conversion rate of black soldier flies

试验编号 Test number	提取时间/ min Extraction time	超声功率/W Ultrasonic power	固液比/ (g/mL) Solid-liquid ratio	能量转化率/% Energy conversion rate
1	1	1	1	34.71
2	1	2	2	37.98
3	1	3	3	44.54
4	2	1	3	48.80
5	2	2	1	42.84
6	2	3	2	47.58
7	3	1	2	51.64
8	3	2	3	56.79
9	3	3	1	45.47
k_{e1}	39.08	45.05	41.01	
k_{e2}	46.41	45.87	45.73	
k_{e3}	51.30	45.86	50.04	
R_e	12.22	0.81	9.03	

表4 油脂提取率正交试验方差分析

Table 4 Analysis of variance in orthogonal test of oil extraction rate

试验因素 Test factor	平方和 Sum of square	自由度 Degrees of freedom	均方 Mean square	F	P
A	157.89	2	78.945	98.746	0.010
B	1.336	2	0.668	0.836	0.545
C	54.812	2	27.406	34.28	0.028
误差 Error	1.599	2	0.799		

注: $P<0.01$,影响极显著; $0.01<P<0.05$,影响显著; $P>0.05$,影响不显著。Note: $P<0.01$ means that the influence of the investigated factor is extremely significant. $0.01<P<0.05$ means that the influence of the investigated factor is significant. $P>0.05$ means that the influence of the investigated factor is not significant. 下同 The same as below.

表5 能量转化率正交试验方差分析

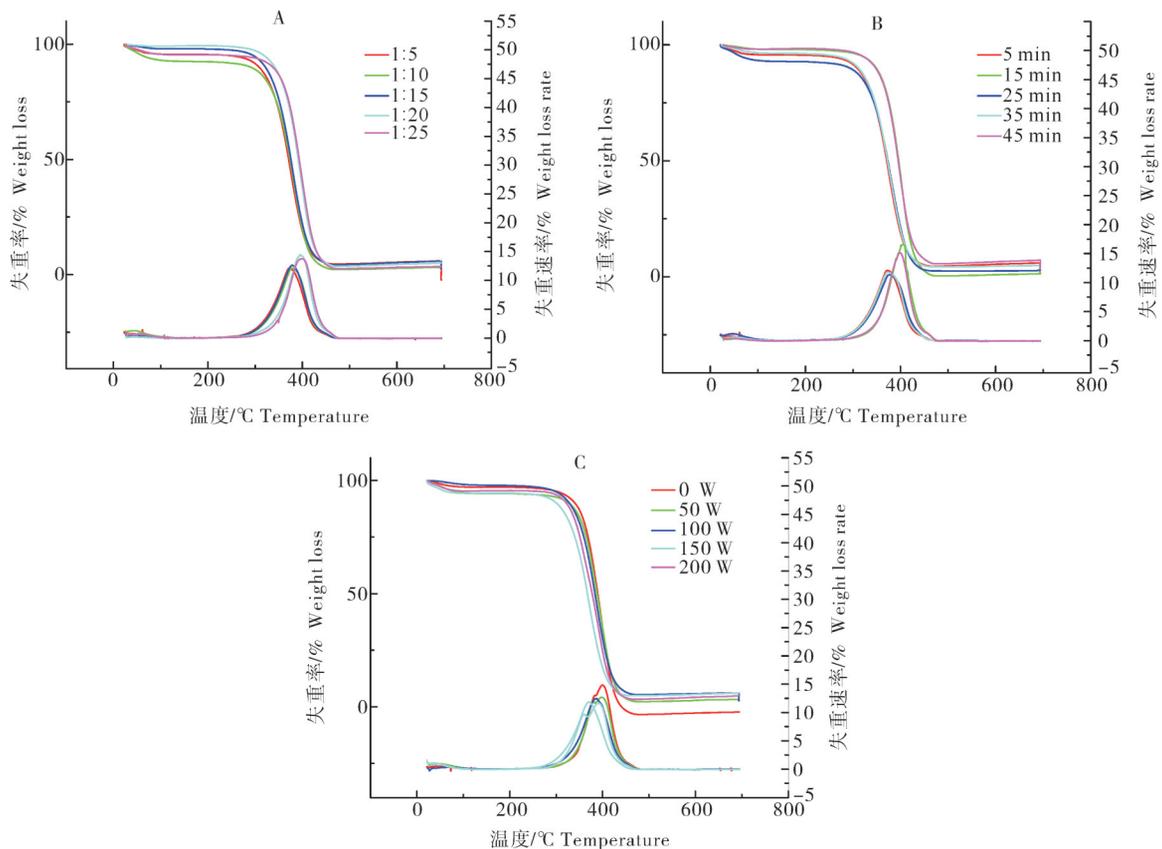
Table 5 Energy conversion rate orthogonal test analysis of variance

试验因素 Test factor	平方和 Sum of square	自由度 Degrees of freedom	均方 Mean square	F	P
A	227.08	2	113.54	22.10	0.043
B	1.334	2	0.68	0.13	0.885
C	122.58	2	61.29	11.93	0.077
误差 Error	10.28	2	5.14		

要由于相对分子质量较大的烃分子被分解为相对分子质量较小的碳氢化合物、CO、CO₂^[15]。第三阶段为固体杂质残留物的分解^[16]。由图2可知,生物油在氮气氛围下热解只集中在300~500℃阶段,最大失重率达98.65%,在450℃之后未见明显失重,说明失重已结束。根据试验结果推测,本试验为幼虫干粉的有机溶剂萃取得到的,生物油中基本不含水分,并且本试验得到的生物油的GC-MS结果显示生物油组分以长链脂肪酸为主,沸点较高,在热解温度250℃时也未见到明显的失重。因此,第一阶段没有明显变化,并且通过有机溶剂萃取的黑水虻油脂几乎不含固体残渣,因此,第三阶段也未见明显变化。由TGA曲线的导数(DTG)可知,提取油脂的最大失重速率发生在温度为400℃左右,最后脂质降解后没有剩余质量。比较图2A、B、C可知,不同试验条件下制取的粗油脂的热重曲线趋势相同,且每个试验因素及水平之间没有明显规律,可以推断出不同萃取时间、料液比以及超声功率对于油脂的热稳定性没有显著影响。

2.5 油脂官能团分析

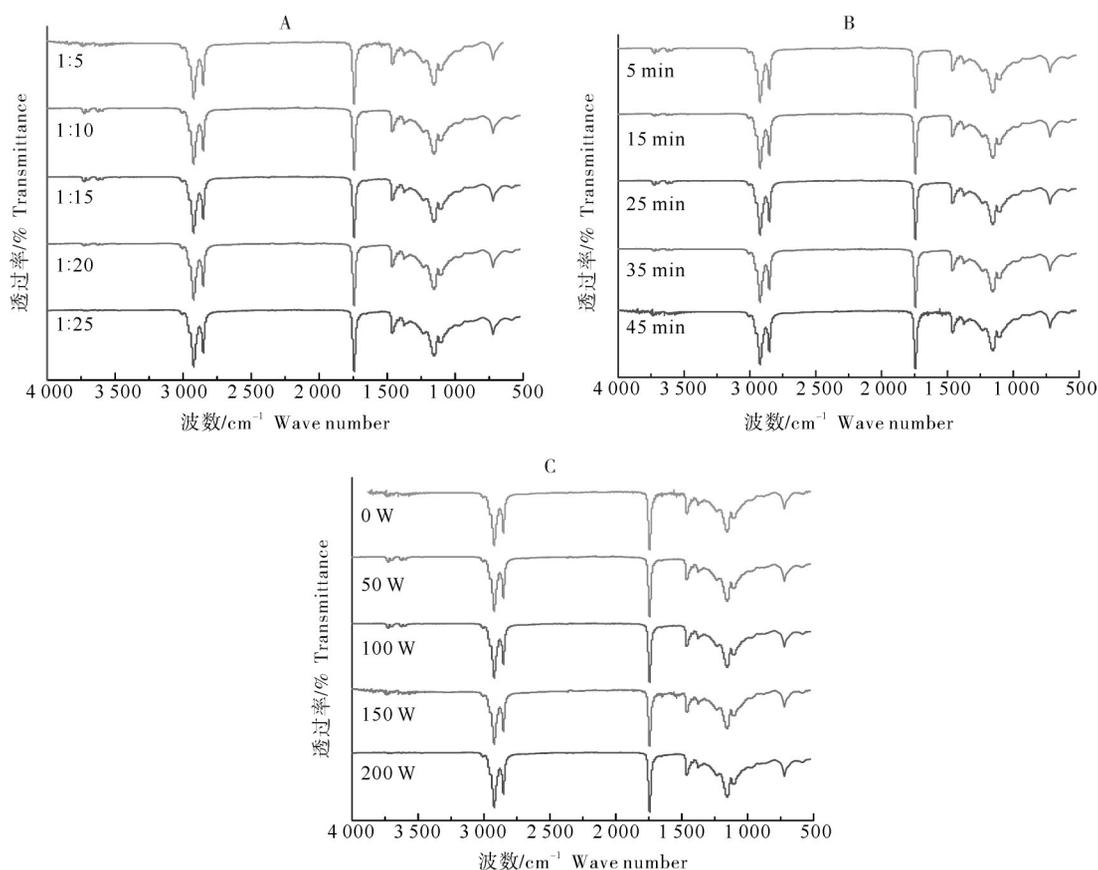
由图3可知,在2 850.09~2 921.11 cm⁻¹的吸光度对应于脂肪族的C—H拉伸振动,可以推断出其含有大量的脂肪族或者环烷集团。靠近1 745.66 cm⁻¹处的吸收峰表示酮或羧酸中C=O官能团的拉伸振动,这与脂类中含有较高的酮类是一致的。在1 745.66 cm⁻¹吸收峰处发现了烯烃官能团的振动。在1 377.79~1 463.99 cm⁻¹吸收峰表示了X—H键的振动(X=C、N)。这些官能团表明在黑水虻幼虫油脂中存在甘油三酯^[17]。在1 152.76 cm⁻¹处的吸收峰证明芳香胺(C—N键的拉伸振动)的存在。靠近1 100.09 cm⁻¹处的吸收峰证明了脂类官能团(C—O键拉伸振动或者C—H键拉伸振动)的存在。比较图3A、B、C可以看出,随着料液比、超声功率以及提取时间的变化,黑水虻油脂的FTIR图谱没有发生显著性变化,说明提取时间、固液比与超声功率变化对油脂的官能团组成未造成明显影响。



A: 料液比 Different solid-liquid ratio; B: 提取时间 Extraction time; C: 超声功率 Ultrasonic power.

图2 不同试验条件下黑水虻油脂的TG-DTG曲线

Fig.2 TG-DTG curves of oil of black soldier fly under different experimental conditions



A: 料液比 Different solid-liquid ratio; B: 提取时间 Extraction time; C: 超声功率 Ultrasonic power.

图3 不同试验条件下黑水虻幼虫油脂的FTIR图谱

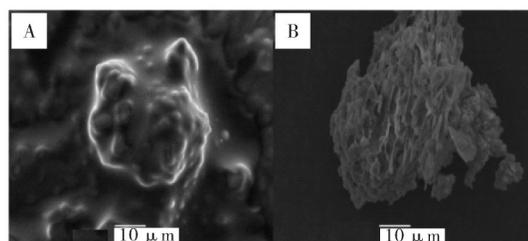
Fig.3 FTIR spectra of oil from larvae of black soldier fly under different experimental conditions

2.6 油脂的主要成分

采用GC-MS法测得的最佳工艺条件下得到黑水虻粗油脂的化学组成。黑水虻油脂的饱和脂肪酸总量占全部脂肪酸总量约为47.11%，以月桂酸C12:0(14.92%)含量最高，其次是棕榈酸C16:0(11.9%)、肉豆蔻酸C14:0(3.63%)、硬脂酸C18:0(3.24%)，癸酸C10:0(0.78%)含量最低。不饱和脂肪酸占总量的52.89%，其中主要以亚油酸(19.03%)和油酸(16.66%)为主，然后是棕榈油酸C16:1n-7(3.01%)。黑水虻油脂中含有较高的月桂酸。

2.7 油脂提取后固体残渣形态结构的变化

图4为黑水虻幼虫粉末萃取前后电镜扫描图。从图4A可知，萃取之前样品粉末的外部结构比较完整，保持了其原始的细胞结构。由图4B可知，当微波超声波协同萃取后，大部分的细胞破裂，失去了原有的结构，出现了不规则的孔隙和空、孔洞，这说明微波超声波处理显著的影响了样品的外部结构，甚至是内部结构。在微波和超声波协同作用下，产生的热量通过辐射、传导和对流传递，其产生的局部压



A: 未经处理 Untreated; B: 协同萃取后 After synergistic extraction.

图4 黑水虻幼虫粉末的电镜扫描照片

Fig.4 SEM images of black soldier fly larva powder

力和强烈的热应力会导致细胞质膨胀和细胞膜解体，从而促进细胞内成分转移到溶剂内。因此，微波辅助技术与超声波技术相结合，以加速将微波的辐射效应与超声波的空化效应相结合，能够达到更彻底的油脂萃取效果。

3 讨论

微波-超声波协同萃取技术可有效地提取黑水虻幼虫体内油脂。本研究首先考察了不同萃取溶剂对油脂得率的影响，确定石油醚(60~90℃)为本试验

的最佳萃取溶剂,然后通过正交优化试验研究了料液比、萃取时间和超声波功率这3个关键工艺参数对黑水虻幼虫油脂得率、能量转化率以及油脂相关理化特性的影响。结果显示:微波-超声波提取黑水虻油的理想溶剂为石油醚;最佳组合工艺为提取时间25 min,固液比1:25 g/mL,超声功率150 W,此时油脂得率为41.43%,能量转化率为56.79%。微波-超声波协同萃取的粗油脂成分组分复杂,主要由长链的脂肪酸组成,含有甘油三酯官能团,之前关于黑水虻幼虫油脂官能团的文献也报道过类似的结果^[18-19]。幼虫油脂中脂肪酸主要是亚油(19.03%)、油酸(16.66%)、月桂酸(14.92%)和棕榈酸(11.9%),月桂酸可以使蛋鸡胆固醇含量升高,从而改善蛋鸡胆固醇代谢情况^[20]。同样,胆固醇在鱼类发育过程中也具有重要的生理功能,但是植物或种籽油中月桂酸含量很低,几乎不含有饱和脂肪酸,因此,用植物油作为水产品油脂时,会使鱼类出现胆固醇不足的现象,因此开发黑水虻油脂资源在水产饲养应用方面相较于植物油脂更有优势^[21]。油脂在氮气氛围下热解主要集中在一个阶段且油脂失重率较高,热解产物中几乎不含有固体残留物。通过比较不同条件下TG-DTG和FTIR曲线可知,料液比、提取时间和超声波功率变化对油脂热稳定性和官能团组成的影响不明显。通过对反应前后的原料进行扫描电子显微镜观察得知,微波-超声波协同萃取油脂可以完全打破细胞壁结构,强化萃取效果,是一种有效提取昆虫体内油脂的方法。

参考文献 References

- [1] 许新新,王颖.黑水虻资源化利用的研究进展[J].农业工程技术,2020,40(26):56,58.XU X X, WANG Y. Research progress on resource utilization of black soldier flies[J]. Agricultural engineering technology, 2020, 40(26): 56, 58 (in Chinese).
- [2] 张金金,王占彬.黑水虻在畜禽养殖中的应用与研究进展[J].家畜生态学报,2021,42(4):84-90.ZHANG J J, WANG Z B. Application and research progress of *Hermetia illucens* in livestock and poultry breeding[J]. Journal of domestic animal ecology, 2021, 42(4): 84-90 (in Chinese with English abstract).
- [3] 龚小燕,孙丽娜,韩梦琦,等.施用黑水虻虫粪对水稻秧苗质量的影响[J].天津农学院学报,2021,28(2):36-38,66.GONG X Y, SUN L N, HAN M Q, et al. Effect of application of black soldier fly manure on rice seedling quality[J]. Journal of Tianjin Agricultural University, 2021, 28(2): 36-38, 66 (in Chinese with English abstract).
- [4] 杨国勇,刘世胜.昆虫资源在水产饲料中的应用[J].河北渔业,2021(10):41-44. YANG G Y, LIU S S. Application of insect resources in aquatic feed[J]. Hebei fisheries, 2021(10): 41-44 (in Chinese).
- [5] 廉振民,李文宾,刘万霞,等.中国昆虫油脂的开发利用及研究现状[J].延安大学学报(自然科学版),2008(1):59-63. LIAN Z M, LI W B, LIU W X, et al. Development and utilization of insect oil and research status in China[J]. Journal of Yan'an University (natural science edition), 2008(1): 59-63 (in Chinese with English abstract).
- [6] 张学彬,谷东建,刘增博,等.均匀设计法优化丁香精油提取工艺及其抑菌活性研究[J].食品研究与开发,2020,41(4):63-69. ZHANG X B, GU D J, LIU Z B, et al. Optimization of organic solvent extraction of essential oil from clove by uniform design method[J]. Food research and development, 2020, 41(4): 63-69 (in Chinese with English abstract).
- [7] 苏铁,林智熠,侯政杰,等.木本植物精油研究进展[J].世界林业研究,2021,34(4):61-66.SU T, LIN Z Y, HOU Z J, et al. Research progress in woody essential oil[J]. World forestry research, 2021, 34(4): 61-66 (in Chinese with English abstract).
- [8] 王琦,高慧颖,郑亚凤,等.响应面法优化有机溶剂提取火龙果花精油工艺的研究[J].福建农业学报,2014,29(1):72-77. WANG Q, GAO H Y, ZHENG Y F, et al. The optimization of extraction technology of pitaya flower essential oil with organic solvent by response surface method[J]. Fujian journal of agricultural sciences, 2014, 29(1): 72-77 (in Chinese with English abstract).
- [9] 吴启康,田晓静,高丹丹,等.有机溶剂萃取法提取挥发油研究进展[J].农产品加工,2018(10):58-59,62.WU Q K, TIAN X J, GAO D D, et al. Solvent extraction of volatile oil from research progress[J]. Farm products processing, 2018(10): 58-59, 62 (in Chinese with English abstract).
- [10] 郭玲玲,相玉秀.超声波-微波协同辅助萃取紫苏叶黄酮工艺优化及其抗氧化活性研究[J].食品研究与开发,2020,41(18):147-154. GUO L L, XIANG Y X. Study on ultrasound-microwave assisted extraction process optimization of perilla leaf flavonoids and its antioxidant activity[J]. Food research and development, 2020, 41(18): 147-154 (in Chinese with English abstract).
- [11] 蒋新龙,蒋益花,陈思晴,等.棠梨籽油的超声波-微波协同提取及其脂肪酸组成[J].中国粮油学报,2019,34(3):61-66. JIANG X L, JIANG Y H, CHEN S Q, et al. Ultrasonic-microwave-wave synergistic extraction and fatty acid composition of *Pyrus betulaefolia* bunge seed oil[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2019, 34(3): 61-66 (in Chinese with English abstract).
- [12] 曹小燕,杨海涛.微波-超声波协同辅助优化阳荷多糖提取工艺及抗氧化性分析[J].食品研究与开发,2020,41(18):68-74. CAO X Y, YANG H T. Optimization of microwave-ultrasound assisted extraction of polysaccharides from *Zingiber striatum* and its antioxidant activity[J]. Food research and development, 2020, 41(18): 68-74 (in Chinese with English abstract).
- [13] PENG X W, MA X Q, LIN Y S, et al. Combustion performance of biocrude oil from solvolysis liquefaction of *Chlorella pyrenoidosa* by thermogravimetry-Fourier transform infrared spectroscopy[J]. Bioresource technology, 2017, 238: 510-518.
- [14] PANE L, FRANCESCHI E, NUCCIO L D, et al. Applications of thermal analysis on the marine phytoplankton, *Tetrasel-*

- mis suecica* [J]. Journal of thermal analysis and calorimetry, 2001, 66(1):145-154.
- [15] MAZUMDAR P, BORUGADDA V B, GOUD V V, et al. Physico-chemical characteristics of *Jatropha curcas* L. of North East India for exploration of biodiesel [J]. Biomass and bioenergy, 2012, 46:546-554.
- [16] MARCILLA A, CATALÀ L, GARCÍA-QUESADA J C, et al. A review of thermochemical conversion of microalgae [J]. Renewable and sustainable energy reviews, 2013, 27: 11-19.
- [17] WANG C W, QIAN L, WANG W G, et al. Exploring the potential of lipids from black soldier fly: new paradigm for biodiesel production (I) [J]. Renewable energy, 2017, 111: 749-756.
- [18] DUTTA R, SARKAR U, MUKHERJEE A. Extraction of oil from *Crotalaria juncea* seeds in a modified Soxhlet apparatus: physical and chemical characterization of a prospective bio-fuel [J]. Fuel, 2014, 116:794-802.
- [19] YAN W H, DUAN P G, WANG F, et al. Composition of the bio-oil from the hydrothermal liquefaction of duckweed and the influence of the extraction solvents [J]. Fuel, 2016, 185: 229-235.
- [20] 刘梦芸, 王建莉, 冯凤琴. 饲粮添加单月桂酸甘油酯对蛋鸡生产性能、蛋品质、血清生化指标、免疫器官指数和腹脂形态的影响 [J]. 中国家禽, 2017, 39(17): 24-30. LIU M Y, WANG J L, FENG F Q. Effects of glycerol monolaurate on production performance, egg quality, serum parameters, immune organ index and abdominal fat morphology of laying hens [J]. China poultry, 2017, 39(17): 24-30 (in Chinese with English abstract).
- [21] 徐歆歆, 王文韬, 薛荣荣, 等. 三种昆虫油脂理化性质及脂肪酸组成的初步研究 [J]. 饲料工业, 2020, 41(14): 31-34. XU X X, WANG W T, XUE R R, et al. A preliminary study of physico-chemical properties and fatty acid in three kinds of insects lipid [J]. Feed industry, 2020, 41(14): 31-34 (in Chinese with English abstract).

Effects of microwave-ultrasonic synergistic solvent extraction on oil yield and product properties of black soldier fly

WANG Guoqing, ZHANG Xin, ZHU Junyu, YUAN Qiaoxia

College of Engineering, Huazhong Agricultural University, Wuhan 430070, China

Abstract The effects of four key process parameters including the type of extractant, solid-liquid ratio, extraction time and ultrasonic power on the oil and fat of black soldier fly larvae were investigated with single factor experiments to study and determine the technology of using microwave-ultrasonic synergistic extraction to extract oil from black soldier fly larvae. Taking the oil yield and energy conversion rate as indicators, orthogonal experiments were used to optimize the technological conditions for the extraction of oil from black soldier fly larvae by microwave-ultrasonic synergistic solvent. The results showed that the ideal solvent for microwave-ultrasonic extraction of black soldier fly larvae oil was petroleum ether. The condition optimized was the extraction time of 25 min, the solid-liquid ratio of 1:25, and the ultrasonic power of 150 W. Under the condition optimized, the oil of the yield was 41.43%, and the energy conversion rate was 56.79%. However, different parameters of process had no significant effect on the thermal stability and functional group composition of the oil within the range of experimental factors. The fatty acids in the oil of black soldier fly larvae were mainly linoleic acid (19.03%), oleic acid (16.66%), lauric acid (14.92%) and palmitic acid (11.9%).

Keywords black soldier fly; oil extraction; microwave-ultrasonic synergistic extraction; livestock manure treatment

(责任编辑:陆文昌)