

响应面优化水酶法提取奇亚籽油工艺

杨 端

(郑州工业应用技术学院, 郑州 451100)

摘要:以奇亚籽为原料,采用水酶法提取奇亚籽油。在单因素实验的基础上,采用响应面法对水酶法提取奇亚籽油的工艺条件进行优化。结果表明,水酶法提取奇亚籽油的最佳工艺条件为:碱性蛋白酶作为酶解用酶,酶解温度 45 °C,液料比 8.47:1, pH 10,酶添加量 5.17%,酶解时间 2.16 h。在最佳条件下,奇亚籽油提取率为 89.53%。

关键词:奇亚籽油;响应面法;水酶法;提取率

中图分类号:TS221;TS225.1 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2020)07-0031-04

Optimization of aqueous enzymatic extraction of chia seed oil by response surface methodology

YANG Duan

(Zhengzhou Industrial Application Technology College, Zhengzhou 451100, China)

Abstract: Chia seed was used as raw material and chia seed oil was extracted by aqueous enzymatic method. On the basis of single factor experiment, response surface methodology was used to optimize the extraction process of chia seed oil. The results showed that the optimal conditions for the extraction of chia seed oil were obtained as follows: alkaline protease as hydrolysis enzyme, enzymolysis temperature 45 °C, ratio of liquid to material 8.47:1, pH 10, enzyme dosage 5.17% and enzymolysis time 2.16 h. Under the optimal conditions, the extraction rate of chia seed oil was 89.53%.

Key words: chia seed oil; response surface methodology; aqueous enzymatic method; extraction rate

奇亚籽,属薄荷家族,种子椭圆形,颜色一般有白色、黑色或灰色等^[1-2]。奇亚籽油中富含必需脂肪酸 α -亚麻酸和亚油酸,两者含量分别为 62.48% 和 22.43%,另外奇亚籽油中的油酸、棕榈酸和硬脂酸含量也较为丰富,分别为 6.9%~7.8%、7.1%~7.3% 和 3.2%~3.6%^[3-5]。奇亚籽油具有调节血脂、抗氧化、降血压等作用,对肿瘤也有良好的干预作用^[6-7]。

奇亚籽油作为一种新兴的油脂产品,从其提取工艺、品质特性到生理活性功能的研究还处于初期阶段。Imran 等^[8]对奇亚籽采用沸水、微波焙烧、烘箱干燥、高压灭菌 4 种热处理方式处理后制备奇亚籽油。Ixtaina 等^[9]分别通过压榨和溶剂浸提法获得

奇亚籽油,发现溶剂浸提法的奇亚籽油产率比压榨法约高 30%。Ixtaina 等^[10]利用超临界流体萃取法制备奇亚籽油,该方法绿色环保,提取效果受压力、温度、时间等因素影响。Guindani 等^[11]分析认为超临界流体萃取法虽然在整体操作过程中污染小,但是成本高,无法实现大规模的生产。岳金霞等^[12]利用微波辅助提取奇亚籽油,研究了溶剂种类、液料比、微波功率、微波处理时间等对油脂得率的影响。综上所述,国内外关于采用水酶法提取奇亚籽油的报道较少。与传统工艺相比,水酶法在能耗、环境和安全卫生等方面具有显著优势,并且操作条件温和,能够最大程度地保留原料中的微量营养物质。本实验以奇亚籽为原料,利用响应面法优化水酶法提取奇亚籽油的工艺条件,以期奇亚籽油的进一步开发利用提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 实验材料

奇亚籽,海盐耐普实业有限公司;碱性蛋白酶

收稿日期:2019-11-06;修回日期:2020-03-24

基金项目:河南省科技厅 2017 年度科技攻关计划项目 (172112310466)

作者简介:杨 端(1979),女,讲师,硕士,研究方向为食品加工与安全(E-mail)2105510515@qq.com。

(酶活 100 000 U/g),上海丹妮悦生物科技有限公司;中性蛋白酶(酶活 100 000 U/g),河北鸿涛生物技术有限公司; α -淀粉酶(酶活 20 000 U/g),南京绿意生物科技有限公司;纤维素酶(酶活 50 000 U/g),郑州宇控生物科技有限公司。

PHSJ-5 型实验室 pH 计,上海仪电科学仪器股份有限公司;EX1103ZH 型电子天平,上海颖领电子衡器有限公司;DHG-L9140A 型恒温干燥箱,上海笃特科学仪器有限公司;TG16KR 型高速离心机,上海继谱科技有限公司;RE-501 型旋转蒸发器,巩义市瑞德仪器设备有限公司;KQ-50B 型超声波清洗机,昆山市超声仪器有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 水酶法提取奇亚籽油

参考文献 [13-14],按如下工艺路线提取奇亚籽油:奇亚籽—干燥粉碎—过 80 目筛—溶液超声—调 pH—加酶酶解—高温灭酶—离心—奇亚籽油。

称取适量奇亚籽,粉碎干燥过 80 目筛,按一定液料比配制成溶液,在超声温度 45 °C、超声破壁时间 15 min、超声功率 120 W 条件下进行超声预处理,然后将溶液 pH 调至酶的最适 pH,加酶酶解一定时间后,升温至 90 °C 灭酶 10 min,在 2 000 r/min 条件下离心 5 min,即得奇亚籽油。按下式计算奇亚籽油提取率。

$$Y = m_1 / m_2 \times 100\%$$

式中: Y 为奇亚籽油提取率; m_1 为奇亚籽油质量,g; m_2 为奇亚籽粉中油脂质量,g。

1.2.2 奇亚籽主要成分测定

粗脂肪测定,参照 GB 5009.6—2016;粗蛋白测定,参照 GB 5009.5—2016;灰分测定,参照 GB 5009.4—2016;水分及挥发物测定,参照 GB 5009.236—2016。

1.2.3 数据分析

使用 SPSS 20.0 软件进行数据分析,数据均使用“均值 \pm 标准差”表示,采取组间进行对比, $P < 0.05$ 表示具有统计学意义。

2 结果与分析

2.1 奇亚籽主要成分(见表 1)

表 1 奇亚籽主要成分				%
粗脂肪	粗蛋白	灰分	水分及挥发物	
31.69	25.02	4.67	7.38	

由表 1 可见,奇亚籽粗脂肪含量相对较高,为 31.69%,属于中含油油料。另外,奇亚籽中还含有约 25% 的蛋白质。

2.2 单因素实验

2.2.1 酶种类对奇亚籽油提取率的影响

在酶添加量 4%、液料比 8:1、酶解时间 2 h、各酶最适 pH 和温度下,考察碱性蛋白酶(最适 pH 10、温度 45 °C)、中性蛋白酶(最适 pH 7、温度 40 °C)、 α -淀粉酶(最适 pH 6.5、温度 60 °C)和纤维素酶(最适 pH 4.5、温度 50 °C)对奇亚籽油提取率的影响,结果见图 1。

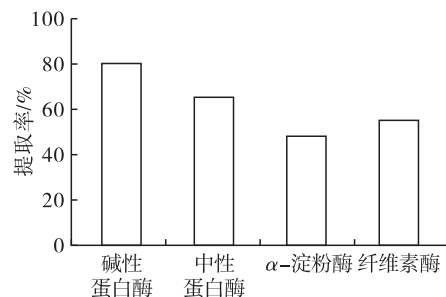


图 1 酶种类对奇亚籽油提取率的影响

从图 1 可知,碱性蛋白酶的奇亚籽油提取率最高,故选择碱性蛋白酶进行后续实验。

2.2.2 液料比对奇亚籽油提取率的影响

在碱性蛋白酶添加量 4%、酶解温度 45 °C、pH 10、酶解时间 2 h 条件下,考察液料比对奇亚籽油提取率的影响,结果见图 2。

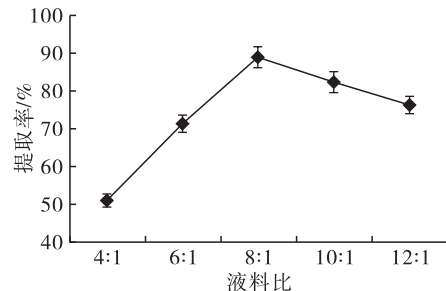


图 2 液料比对奇亚籽油提取率的影响

从图 2 可知,随着液料比的增加,奇亚籽油提取率也随之升高,在液料比为 8:1 时达到最高,之后随着液料比的继续增加,奇亚籽油提取率降低。这是因为当体系中液料比较低时,物料黏度较大,流动性差,不利于酶与反应物的充分作用,而当体系中液料比较高时,酶与反应物的浓度均降低,酶解不充分。因此,选择 8:1 为最适液料比。

2.2.3 酶添加量对奇亚籽油提取率的影响

在液料比 8:1、酶解温度 45 °C、pH 10、酶解时间 2 h 条件下,考察酶添加量对奇亚籽油提取率的影响,结果见图 3。

从图 3 可知,随着酶添加量的增加,奇亚籽油提取率逐渐提高,在酶添加量为 5% 时达到最高,继续增加酶添加量,奇亚籽油提取率降低。这是因为碱性蛋白酶对脂蛋白等复合体有降解作用,并且由于

酶解作用对奇亚籽细胞结构进行破坏,进而增加油脂流动性,有利于油脂释放,但当酶添加量达到一定程度后继续增加,酶与奇亚籽内蛋白的结合达到了饱和状态,使得酶作用受到限制,导致奇亚籽油提取率降低。因此,选择酶添加量为5%。

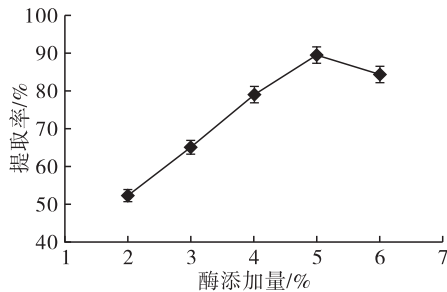


图3 酶添加量对奇亚籽油提取率的影响

2.2.4 酶解时间对奇亚籽油提取率的影响

在液料比8:1、碱性蛋白酶添加量4%、酶解温度45℃、pH 10条件下,考察酶解时间对奇亚籽油提取率的影响,结果见图4。

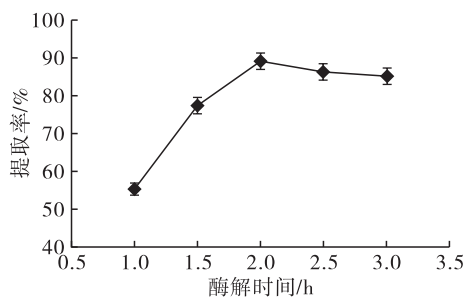


图4 酶解时间对奇亚籽油提取率的影响

从图4可知,酶解初期奇亚籽油提取率随着酶解时间的延长呈现上升的趋势,当酶解时间达到2h时,奇亚籽油提取率达到最高,但是继续延长酶解时间提取率反而稍有下降,这可能是酶解时间过长,体系中的油脂溶出已经达到了平衡。从节约成本考虑,选择酶解时间为2h。

2.3 响应面实验

在单因素实验的基础上,以碱性蛋白酶作为酶解用酶,在酶解温度45℃、pH 10条件下,以提取率(Y)为指标,液料比(X_1)、酶添加量(X_2)和酶解时间(X_3)为因素,进行Box-Behnken响应面实验,以优化奇亚籽油的提取条件。响应面实验因素与水平见表1,响应面实验设计与结果见表2,方差分析见表3。

表1 响应面实验因素与水平

水平	X_1	X_2 /%	X_3 /h
-1	6:1	4	1.5
0	8:1	5	2.0
1	10:1	6	2.5

表2 响应面实验设计与结果

实验号	X_1	X_2	X_3	Y/%
1	0	1	1	86.45
2	0	0	0	89.01
3	1	1	0	85.25
4	-1	0	-1	78.89
5	0	0	0	89.12
6	0	-1	1	84.72
7	0	0	0	89.06
8	-1	0	1	82.35
9	0	1	-1	83.43
10	0	0	0	89.14
11	-1	-1	0	79.30
12	0	-1	-1	81.62
13	0	0	0	89.15
14	1	0	-1	83.24
15	1	0	1	85.98
16	-1	1	0	81.56
17	1	-1	0	83.44

表3 方差分析

方差来源	平方和	自由度	均方	F	P
模型	194.51	9	21.61	2 862.86	<0.000 1**
X_1	31.24	1	31.24	4 138.74	<0.000 1**
X_2	7.24	1	7.24	958.90	<0.000 1**
X_3	18.97	1	18.97	2 513.19	<0.000 1**
X_1X_2	0.05	1	0.05	6.71	0.036 0*
X_1X_3	0.13	1	0.13	17.17	0.004 3**
X_2X_3	1.60×10^{-3}	1	1.60×10^{-3}	0.21	0.659 2
X_1^2	69.89	1	69.89	9 258.19	<0.000 1**
X_2^2	29.22	1	29.22	3 870.30	<0.000 1**
X_3^2	24.39	1	24.39	3 230.67	<0.000 1**
残差	0.053	7	7.57×10^{-3}		
失拟项	0.039	3	0.01	3.66	0.121 3
纯误差	0.014	4	3.50×10^{-3}		
总和	194.57	16			

注:*表示有显著差异($P < 0.05$);**表示有极显著差异($P < 0.01$)。

采用Design-Expert 8.0软件对表2实验数据进行多元回归拟合,得到多元回归方程: $Y = 81.90 + 1.98X_1 + 0.95X_2 + 1.54X_3 - 0.11X_1X_2 - 0.18X_1X_3 - 0.02X_2X_3 - 4.07X_1^2 - 2.63X_2^2 - 2.41X_3^2$ 。

由表3可知,回归模型极显著,失拟项不显著,说明回归方程对实验具有较好的拟合性,实验误差较小,模型可用于优化奇亚籽油提取工艺条件。3个因素对奇亚籽油提取率影响大小为液料比>酶解时间>酶添加量,并且3个因素的影响都达到了极显著水平;交互项 X_1X_2 的影响达到显著水平, X_1X_3 达到极显著水平, X_2X_3 的影响不显著;液料比、酶添

加量、酶解时间各因素的二次项对提取率影响均在极显著水平。

通过对模型方程求解得出提取奇亚籽油的最佳工艺条件为液料比 8.47:1、酶添加量 5.17%、酶解时间 2.16 h,在此条件下奇亚籽油提取率为 89.65%。为了进一步验证模型的可靠性,对最佳条件进行 3 次平行实验验证,得出奇亚籽油平均提取率为 89.53%,与预测值接近,说明回归模型与实际情况拟合较好。

3 结论

以奇亚籽作为原料,采用水酶法提取奇亚籽油。通过单因素实验和响应面实验确定了奇亚籽油的最佳提取工艺条件为:碱性蛋白酶作为酶解用酶,酶解温度 45℃,pH 10,液料比 8.47:1,酶添加量 5.17%,酶解时间 2.16 h。在最佳条件下,奇亚籽油提取率为 89.53%。

参考文献:

[1] 常馨月,陈程莉,龚娣.奇亚籽油的研究进展[J].中国油脂,2020,45(2):111-116.
 [2] 李燕杰,孙婷婷,甄成,等.奇雅子油的理化性质及脂肪酸组成分析[J].中国油脂,2016,41(8):96-97.
 [3] GAZEM R A A, CHANDRASHEKARIAH S A. Pharmacological properties of *Salvia hispanica* (Chia) seeds: a review[J]. J Crit Rev, 2016, 3: 63-67.
 [4] 荣旭,陶宁萍,李玉琪,等.奇亚籽营养成分分析与评价[J].中国油脂,2015,40(9):89-93.
 [5] 王志强,罗锦霞,张方圆,等.奇亚籽含油量及其脂肪酸组成分析[J].广州化工,2018,46(6):71-72.

(上接第 26 页)

[6] CLERCQ N D, MOENS K, FREDERIC D, et al. Influence of cocoa butter refining on the quality of milk chocolate[J]. J Food Eng, 2012, 111(2): 412-419.
 [7] BILUSIC T, ZANETI M, LJUBENKOV I, et al. Molecular characterization of Dalmatian cultivars and the influence of the olive fruit harvest period on chemical profile, sensory characteristics and oil oxidative stability [J]. Eur Food Res Technol, 2017, 244(2): 281-289.
 [8] ORACE J, NEBESNY E, ZYZELEWICZ D. Effect of roasting conditions on the fat, tocopherol, and phytosterol content and antioxidant capacity of the lipid fraction from cocoa beans of different *Theobroma cacao* L. cultivars[J]. Eur J Lipid Sci Technol, 2014, 116(8): 328-343.
 [9] ROIAINI M, SEYED H M, JINAP S. Effect of extraction methods on yield, oxidative value, phytosterols and antioxidant content of cocoa butter[J]. Food Res Int, 2016, 23(1): 47-54.
 [10] HERCHI W, SAWALHA S. Determination of phenolic

[6] 姚宏燕,罗文涛,杨成,等.奇亚籽油的品质特性及提取工艺研究进展[J].中国油脂,2019,44(4):46-49.
 [7] 岳昊,徐志祥,刘翠平,等.奇亚籽油的健康功效[J].中国油脂,2018,43(7):124-128.
 [8] IMRAN M, NADEEM M, MANZOOR M F, et al. Fatty acids characterization, oxidative perspectives and consumer acceptability of oil extracted from pre-treated chia (*Salvia hispanica* L.) seeds[J/OL]. Lipids Health Dis, 2016, 15(1): 162 [2019-11-06]. <https://doi.org/10.1186/S12944-016-0329-X>.
 [9] IXTAINA V Y, MARCELA L, NOLASCO S M, et al. Characterization of chia seed oils obtained by pressing and solvent extraction[J]. J Food Comp Anal, 2011, 24(2): 166-174.
 [10] IXTAINA V Y, VEGA A, NOLASCO S M, et al. Supercritical carbon dioxide extraction of oil from Mexican chia seed (*Salvia hispanica* L.): characterization and process optimization[J]. J Supercrit Fluids, 2010, 55(1): 192-199.
 [11] GUINDANI C, PODEST R, BLOCK J M, et al. Valorization of chia (*Salvia hispanica*) seed cake by means of supercritical fluid extraction[J]. J Supercrit Fluids, 2016, 112: 67-75.
 [12] 岳金霞,彭丹,徐晓辉.响应面法优化微波辅助提取奇亚籽油工艺[J].河南工业大学学报(自然科学版),2018,39(2):72-77.
 [13] 刘倩茹,赵光远,王瑛瑶,等.水酶法提取油茶籽油的工艺研究[J].中国粮油学报,2011,26(8):36-40.
 [14] 荣辉,吴兵兵,杨贤庆,等.响应面优化水酶法提取裂壶藻油的工艺[J].中国油脂,2018,43(2):98-103.
 and other polar compounds in flaxseed oil using liquid chromatography coupled with time-of-flight mass spectrometry[J]. Food Chem, 2011, 126(1): 332-338.
 [11] VANJA T, IVANA R R, ZORAN T, et al. Polyphenols, methylxanthines, and antioxidant capacity of chocolates produced in Serbia[J]. J Food Compos Anal, 2015, 41:137-143.
 [12] 孙晓洋,毕艳兰,杨国龙.代可可脂、类可可脂、天然可可脂的组成及性质分析[J].中国油脂,2007,32(10):38-42.
 [13] 邓龙,邓泽元,胡蒋宁,等.油茶籽油加工过程中理化性质和营养品质的变化[J].食品科学,2015,36(23):111-115.
 [14] 程敏,塔巍,刘睿杰,等.精炼工艺对椰子油品质的影响[J].中国油脂,2018,43(7):1-5.
 [15] 谢丹.精炼及储藏对菜籽油品质的影响[D].江苏无锡:江南大学,2012.
 [16] 常明,朱晋萱,刘睿杰,等.油脂精炼对茶叶籽油品质变化的影响[J].中国油脂,2014,39(6):31-34.