

油莎豆油的动态超高压微射流辅助正己烷提取 工艺优化及品质分析

张彩芳¹, 丁昱婵^{1,2}, 秦令祥^{1,2}

(1. 漯河食品职业学院, 河南 漯河 462300; 2. 漯河市食品研究院有限公司, 河南 漯河 462300)

摘要:旨在为油莎豆油的高效提取提供参考,以油莎豆为原料,采用动态超高压微射流辅助正己烷提取油莎豆油,通过单因素试验研究了微射流压力、提取温度和提取时间对油莎豆油得率的影响,并采用响应面试验对提取工艺进行优化;对比了动态超高压微射流辅助正己烷提取与单一正己烷提取对油莎豆油得率的影响,并对油莎豆油的品质进行了分析。结果表明:动态超高压微射流辅助正己烷提取油莎豆油的最佳工艺条件为微射流压力110 MPa、提取温度50℃、提取时间7 min,在此条件下油莎豆油得率为22.81%;与单一正己烷提取相比,动态超高压微射流辅助正己烷提取油莎豆油得率更高,提取温度更低,提取时间更短;动态超高压微射流辅助正己烷提取的油莎豆油的理化指标及脂肪酸组成及含量均符合油莎豆油行业标准(LS/T 3259—2018)的要求。综上,动态超高压微射流辅助正己烷提取法是一种高效的油莎豆油提取方法。

关键词:油莎豆;油莎豆油;动态超高压微射流;理化指标;脂肪酸组成

中图分类号:TS225.1;TS224.4 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2023)11-0020-05

Optimization of dynamic ultra high – pressure microfluidization assisted *n* – hexane extraction and quality analysis of *Cyperus esculentus* oil

ZHANG Caifang¹, DING Yuchan^{1,2}, QIN Lingxiang^{1,2}

(1. Luohe Vocational College of Food, Luohe 462300, Henan, China; 2. Luohe Food Research Institute Co., Ltd., Luohe 462300, Henan, China)

Abstract: In order to provide a reference for the efficient extraction of *Cyperus esculentus* oil, *Cyperus esculentus* oil was extracted by dynamic ultra high – pressure microfluidization assisted *n* – hexane method. The effects of microfluidization pressure, extraction temperature, and extraction time on the yield of *Cyperus esculentus* oil were studied through single factor experiments, and the extraction process was optimized using response surface methodology. The effects of dynamic ultra high – pressure microfluidization assisted *n* – hexane method and single *n* – hexane extraction on the yield of *Cyperus esculentus* oil were compared, and the quality of *Cyperus esculentus* oil was analyzed. The results showed that the optimal extraction conditions were obtained as follows: microfluidization pressure 110 MPa, extraction temperature 50℃, and extraction time 7 min. Under these conditions, the yield of *Cyperus esculentus* oil was 22.81%. Compared with single *n* – hexane extraction, the dynamic ultra high – pressure microfluidization assisted *n* – hexane method had higher yield, lower extraction temperature, and shorter extraction time. The physicochemical indicators and fatty acid composition and content of *Cyperus esculentus* oil extracted by dynamic ultra high – pressure microfluidization assisted *n* – hexane method met the

收稿日期:2022-10-19;修回日期:2023-07-19

作者简介:张彩芳(1984),女,副教授,硕士,研究方向为功能食品研究与开发(E-mail)10663123@qq.com。

通信作者:秦令祥,副教授,高级工程师,硕士(E-mail)10663123@qq.com。

requirements of the *Cyperus esculentus* oil industry standard (LS/T 3259 – 2018). In summary, dynamic ultra high – pressure microfluidization assisted *n* – hexane method is an efficient method for *Cyperus esculentus* oil extraction.

Key words: *Cyperus esculentus*; *Cyperus esculentus* oil; dynamic ultra high – pressure microfluidization; physicochemical indicator; fatty acid composition

油莎豆 (*Cyperus esculentus*), 又名虎坚果, 为莎草科莎草属草本植物^[1-2], 是地下块茎油料作物中产量最高的植物之一^[3-4], 有“油料之王”之称^[5]。油莎豆中含粗脂肪 20% ~ 30%^[6]。油莎豆油脂脂肪酸组成与橄榄油相似, 富含单不饱和脂肪酸——油酸, 具有良好的氧化稳定性^[7-8]。目前, 油莎豆油的提取方法有低温压榨法^[9]、有机溶剂萃取法^[10]、水酶法^[11]、超声波辅助法^[12]、微波辅助法^[3]、超临界二氧化碳萃取法^[13]、亚临界萃取法^[14]等。

动态超高压微射流提取技术是一种新兴的天然成分提取技术, 其原理是利用高压微射流均质机的瞬间压力释放、强烈剪切力和高速碰撞等作用, 促使细胞深度破壁和超微细化, 提高传质速度, 利于胞内天然成分的扩散和溶出^[15-16]。因此, 将动态超高压微射流技术应用于油脂的提取, 有望缩短提取时间, 提高出油率和油脂品质。目前, 动态超高压微射流技术在油脂提取中的研究还比较少。本文采用动态超高压微射流辅助正己烷提取油莎豆油, 在单因素试验的基础上, 采用响应面法对动态超高压微射流辅助正己烷提取油莎豆油的工艺条件进行优化, 并对油莎豆油的品质进行分析, 以期对油莎豆油的提取及工业化应用提供参考和依据。

1 材料与方法

1.1 试验材料

1.1.1 原料与试剂

油莎豆, 新疆油莎豆农业合作社; 无水乙醇、正己烷、三氯乙酸、水杨酸、铁氰化钾、亚硫酸钾, 分析纯, 东莞市乔科化学有限公司; DPPH 溶液, 合肥莱尔生物科技有限公司; 维生素 C, 食品级, 河南元卓生物科技有限公司。

1.1.2 仪器与设备

DZF-6010 型真空干燥箱, 上海和呈仪器制造有限公司; 20B 型高速万能粉碎机, 江阴市祝塘明科机械厂; FA2204C 型电子分析天平、SCIENTZ-150 型高压均质机, 上海叶拓科技有限公司; EV4000 VAC 型旋转蒸发仪, 北京莱伯泰科仪器有限公司; MM-700 型高压微射流均质机, 美国 Microfluidics 公司; EU2200 型紫外可见分光光度计, 上海卓光仪器科技有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 油莎豆预处理

将清洗干净、无腐烂、无虫蛀的油莎豆放入真空干燥箱进行干燥, 然后粉碎, 过 0.25 mm 筛, 得到油莎豆粉, 备用。

1.2.2 动态超高压微射流辅助正己烷提取油莎豆油

准确称取 50.0 g 油莎豆粉, 按料液比 1:10 加入正己烷, 混合均匀, 于高压均质机中预均质(30 MPa, 2 次), 然后放入高压微射流均质机中, 在设定的压力、温度和时间下进行动态超高压微射流提取, 提取液经抽滤、减压浓缩、真空干燥后得到油莎豆油。

1.2.3 油莎豆油得率的计算

油莎豆油的得率(Y)按式(1)计算。

$$Y = m_1 / m_2 \times 100\% \quad (1)$$

式中: m_1 为油莎豆油的质量, g; m_2 为油莎豆粉的质量, g。

1.2.4 油莎豆油的品质分析

1.2.4.1 理化指标测定

油莎豆油的酸值、过氧化值、皂化值、碘值分别按 GB 5009.229—2016、GB 5009.227—2016、GB/T 5534—2008、GB/T 5532—2008 测定。

1.2.4.2 脂肪酸组成测定

按照 GB 5009.168—2016 测定油莎豆油的脂肪酸组成及含量。

1.2.5 数据处理

各试验均重复 3 次并取平均值, 采用 SPSS 软件和 Design-Expert V12.0 软件进行数据分析。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 微射流压力的影响

在提取温度 50 °C、提取时间 6 min 条件下, 考察微射流压力对油莎豆油得率的影响, 结果见图 1。

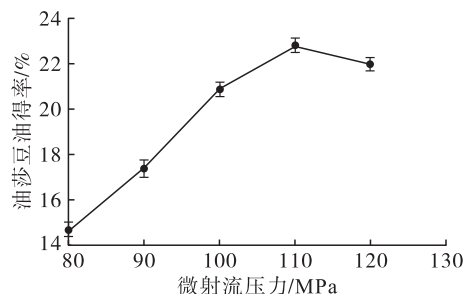


图 1 微射流压力对油莎豆油得率的影响

由图 1 可知,油莎豆油得率随着微射流压力的增加先升高后降低,在微射流压力为 110 MPa 时,油莎豆油得率最大。这是因为微射流压力增大,促使油莎豆细胞破碎程度增加和数量增多,物料中的油脂扩散和溶出增多,得率提高;但微射流压力超过 110 MPa 时,过高的压力可能会破坏部分油脂的结构,导致油莎豆油得率降低。因此,微射流压力以 110 MPa 为宜。

2.1.2 提取温度的影响

在微射流压力 90 MPa、提取时间 6 min 条件下,考察提取温度对油莎豆油得率的影响,结果见图 2。

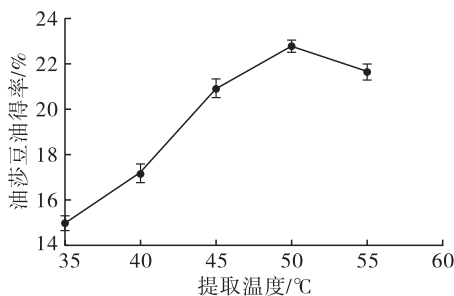


图 2 提取温度对油莎豆油得率的影响

由图 2 可知,油莎豆油得率随着提取温度的升高先增加后降低,在提取温度为 50 °C 时,油莎豆油得率最大。这是因为温度升高,溶剂的溶解能力增强,油脂的溶出增多,使油莎豆油得率提高;但当温度超过 50 °C 后,较高的温度使溶剂挥发增多,溶剂溶解油脂的能力降低,导致油莎豆油得率降低。因此,提取温度以 50 °C 为宜。

2.1.3 提取时间的影响

在微射流压力 90 MPa、提取温度 50 °C 条件下,考察提取时间对油莎豆油得率的影响,结果见图 3。

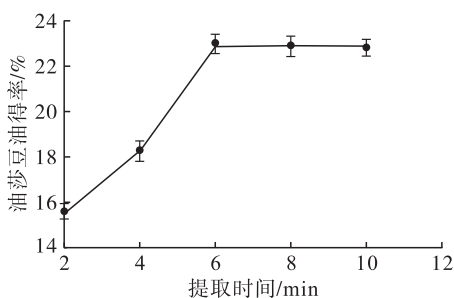


图 3 提取时间对油莎豆油得率的影响

由图 3 可知,油莎豆油得率随着提取时间的延长不断提高最后趋于平缓。这是因为提取时间延长,油脂扩散和溶出增多,油莎豆油得率提高,但当提取时间超过 6 min 后,溶剂与溶质接触趋于平衡,

油莎豆油溶出已基本完全,故油莎豆油得率不再明显增加。因此,提取时间以 6 min 为宜。

2.2 响应面实验

2.2.1 回归模型的建立

在单因素试验的基础上,以微射流压力(A)、提取温度(B)和提取时间(C)为影响因素,油莎豆油得率(Y)为响应值,利用 Design - Expert V12.0 软件设计响应面实验以优化动态超高压微射流辅助正己烷提取油莎豆油的工艺条件。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。

表 1 响应面实验因素与水平

水平	A 微射流压力/MPa	B 提取温度/°C	C 提取时间/min
-1	100	45	4
0	110	50	6
1	120	55	8

表 2 响应面实验设计与结果

试验号	A	B	C	Y/%
1	-1	-1	0	20.38
2	1	-1	0	21.32
3	-1	1	0	20.71
4	1	1	0	21.41
5	-1	0	-1	18.16
6	1	0	-1	19.23
7	-1	0	1	20.93
8	1	0	1	21.57
9	0	-1	-1	18.33
10	0	1	-1	18.68
11	0	-1	1	20.96
12	0	1	1	21.03
13	0	0	0	22.73
14	0	0	0	22.74
15	0	0	0	22.75
16	0	0	0	22.76
17	0	0	0	22.77

采用 Design - Expert V12.0 软件,对表 2 的试验数据进行回归拟合,得到回归方程: $Y = 22.75 + 0.42A + 0.11B + 1.26C - 0.06AB - 0.11AC - 0.07BC - 0.79A^2 - 1.01B^2 - 1.99C^2$ 。

2.2.2 回归模型的方差分析

对 2.2.1 回归模型进行方差分析,结果见表 3。

表3 回归模型方差分析

方差来源	平方和	自由度	均方	F	p
模型	40.07	9	4.45	8 367.37	<0.000 1
A	1.40	1	1.40	2 336.16	<0.000 1
B	0.09	1	0.09	165.74	<0.000 1
C	12.73	1	12.73	23 914.65	<0.000 1
AB	0.01	1	0.01	27.06	0.001 3
AC	0.05	1	0.05	86.87	<0.000 1
BC	0.02	1	0.02	36.83	0.000 5
A ²	2.60	1	2.60	4 891.36	<0.000 1
B ²	4.28	1	4.28	8 051.47	<0.000 1
C ²	16.70	1	16.70	31 373.27	<0.000 1
残差	0.00	7	0.00		
失拟项	0.00	3	0.00	3.63	0.122 4
纯误差	0.00	4	0.00		
总和	40.08	16			

注: $p < 0.05$ 差异显著; $p < 0.01$ 差异极显著

由表3可知:该回归模型的 p 值小于0.01,表明该模型极显著;失拟项 p 值大于0.05,不显著,说明该模型可信度高;另外,模型的决定系数(R^2)为0.999 9,说明模型拟合程度良好,模型的调整决定系数(R^2_{Adj})为0.999 8,说明该模型能解释99.98%响应值的变化。综上所述,该模型可用于油莎豆油提取工艺的优化。另外,由表3还可知,所有项的影响均极显著($p < 0.01$),各因素对油莎豆油得率影响的大小顺序为 $C > A > B$,即提取时间 > 微射流压力 > 提取温度。

2.2.3 最佳条件的确定及验证

对建立的模型求解得到动态超高压微射流辅助正己烷提取油莎豆油的最佳工艺条件,即微射流压力112.43 MPa、提取温度50.17℃、提取时间6.62 min,在此条件下油莎豆油得率理论值为22.99%。考虑到实际操作,将最佳工艺条件调整为微射流压力110 MPa、提取温度50℃、提取时间7 min,在该条件下进行3次验证试验,得到油莎豆油得率的平均值为22.81%,其与理论值的相对误差为0.78%,说明所建立的模型可靠。

2.3 不同提取方法对比

对比了动态超高压微射流辅助正己烷提取法(本文法)与单一正己烷提取法(传统法,提取条件参考李翠芬等^[17]的并略作修改)对油莎豆油得率的影响,结果见表4。

表4 不同提取方法对油莎豆油得率的影响

提取方法	料液比	压力/MPa	提取温度/℃	提取时间/min	得率/%
本文法	1:10	110	50	7	22.81 ± 0.23
传统法	1:10		155	20	18.46 ± 0.15

由表4可知,与单一正己烷提取法相比,动态超高压微射流辅助正己烷提取法的油莎豆油得率明显提高,提取温度更低,提取时间更短,说明动态超高压微射流辅助正己烷提取法更高效、省时、节能。

2.4 油莎豆油的品质分析

2.4.1 油莎豆油的理化指标

对最佳工艺条件下提取的油莎豆油的理化指标进行测定,并与LS/T 3259—2018《油莎豆油》中相应指标进行对比,结果如表5所示。

表5 油莎豆油的理化指标

指标	标准中规定	本文法提取
酸值(KOH)/(mg/g)	≤3	1.16 ± 0.05
过氧化值/(g/100 g)	≤0.25	0.087 ± 0.04
皂化值(KOH)/(mg/g)	176 ~ 196	183.36 ± 0.85
碘值(I)/(g/100 g)	74 ~ 97	91.23 ± 0.36

由表5可知,动态超高压微射流辅助正己烷提取的油莎豆油的理化指标均符合LS/T 3259—2018的规定。

2.4.2 油莎豆油的脂肪酸组成及含量

对最佳工艺条件下提取的油莎豆油的脂肪酸组成进行测定,并与LS/T 3259—2018《油莎豆油》中相应指标进行对比,结果如表6所示。

表6 油莎豆油的脂肪酸组成及含量 %

脂肪酸	标准中规定	本文法提取
棕榈酸	12.2 ~ 14.2	11.98 ± 0.08
硬脂酸	2.4 ~ 4.9	2.82 ± 0.07
油酸	67.7 ~ 74.6	74.36 ± 0.13
亚油酸	8.8 ~ 11.5	9.13 ± 0.09
亚麻酸	0.2 ~ 1.9	0.43 ± 0.06

由表6可知:动态超高压微射流辅助正己烷提取的油莎豆油其油酸和亚油酸含量较高,不饱和脂肪酸含量高达83.92%,且各脂肪酸含量符合LS/T 3259—2018的规定。

3 结论

本试验采用动态超高压微射流辅助正己烷提取油莎豆油,经单因素试验和响应面试验对其工艺条件进行优化,确定最佳提取工艺条件为微射流压力

110 MPa、提取温度 50 ℃、提取时间 7 min,在此条件下油莎豆油得率为 22.81%,所提取的油莎豆油的理化指标及脂肪酸组成及含量均符合油莎豆油行业标准的要求。与单一正己烷提取相比,动态超高压微射流辅助正己烷提取油莎豆油更高效、省时和节能。因此,动态超高压微射流辅助正己烷提取法是一种高效的油脂提取方法,且不影响油莎豆油的品质。

参考文献:

- [1] 瞿萍梅,程治英,龙春林,等. 油莎豆资源的综合开发利用[J]. 中国油脂,2007,32(9):61-63.
- [2] 杨帆,朱文学. 油莎豆研究现状及展望[J]. 粮食与油脂,2020,33(7):4-6.
- [3] 段蕾,韩墨,卫滋花,等. 微波辅助提取油莎豆油及其脂肪酸分析[J]. 粮食与油脂,2021,34(5):59-62,82.
- [4] 沈庆雷. 油莎豆高产优质栽培初步研究[D]. 江苏扬州:扬州大学,2010.
- [5] 李志军,王绛,刘和,等. 油莎豆产业发展现状及建议[J]. 现代农业科技,2022(8):225-231.
- [6] 阳振乐. 油莎豆的特性及其研究进展[J]. 北方园艺,2017(17):192-201.
- [7] 曹秭琦,任永峰,路战远,等. 油莎豆的特性及其开发利用研究进展[J]. 北方农业学报,2022,50(1):66-74.
- [8] 师茜,田丽萍,薛琳,等. 油莎豆油与其他植物油主要脂肪酸的分析比较[J]. 食品工业,2016,37(1):52-54.
- [9] 姚占斌,相海,张晔,等. 油莎豆低温压榨单螺杆榨油机的设计与试验研究[J]. 中国油脂,2020,45(5):132-137.
- [10] 朱圣芳,田丽萍,薛琳,等. 溶剂法提取油莎豆油的工艺研究[J]. 食品科技,2012,37(4):155-158.
- [11] 余攀,万端极,吴正奇,等. 油莎豆提油的工艺研究[J]. 湖北工业大学学报,2017,32(4):84-86.
- [12] 林素羽,朱连,赵文政,等. 油莎豆油超声辅助法提取工艺及理化性质的研究[J]. 食品工程,2022(1):39-42.
- [13] 张志刚,王捷,姚玉军,等. 超临界 CO₂ 萃取油莎豆油的研究[J]. 粮食与饲料工业,2021(5):37-40,49.
- [14] 连四超,刘玉兰,陈璐,等. 油莎豆油亚临界丁烷萃取条件优化及产品质量研究[J]. 中国油脂,2022,47(4):9-14.
- [15] 梁朋光,孙健,岳健,等. 响应面优化滇黄精多糖提取及其结构与活性分析[J]. 南方农业学报,2021,52(12):3434-3445.
- [16] 陈美丽,许艳华,纵伟,等. 超高压微射流对石榴汁品质的影响[J]. 食品研究与开发,2017,38(3):81-85.
- [17] 李翠芬,杜冰,吕建秋. 沙田柚籽油脂提取工艺研究[J]. 广东化工,2021,48(10):17-20,34.
- [14] 杨德孟. β -胡萝卜素对紫苏油抗氧化活性及其稳定性研究[D]. 浙江宁波:宁波大学,2020.
- [15] 任静. 储藏期间元宝枫油氧化稳定性研究[D]. 陕西杨凌:西北农林科技大学,2021.
- [16] SALDEEN K, SALDEEN T. Importance of tocopherols beyond *alpha*-tocopherol: evidence from animal and human studies [J]. Nutr Res, 2005, 25(10): 877-889.
- [17] 向晶. 茶叶籽油脂脂肪酸、角鲨烯和羊毛甾醇影响因素研究[D]. 杭州:浙江大学,2022.
- [18] BREINHOLDER P, MOSCA L, LINDNER W. Concept of sequential analysis of free and conjugated phytosterols in different plant matrices [J]. J Chromatogr B, 2002, 777(1/2): 67-82.
- [19] 连四超,刘玉兰,孙国昊,等. 浓香和精炼葵花籽油加速氧化过程中综合品质变化的差异[J]. 中国油脂,2022,47(2):79-84,103.

(上接第 13 页)

- [7] 程敏. 精炼工艺对元宝枫油品质的影响[J]. 中国油脂,2021,46(8):16-19.
- [8] 刘存存. 加工工艺对茶油营养的影响以及脱臭馏出物中甾醇的精制[D]. 昆明:昆明理工大学,2011.
- [9] 朱云. 植物油中角鲨烯含量及其在油脂加工与使用过程中的变化[J]. 中国油脂,2019,44(12):136-138.
- [10] 徐洪宇. 植物油氧化及其氧化稳定性的研究[J]. 食品安全导刊,2021(33):177-179.
- [11] 王茜茜. 菜籽油储藏稳定性研究[D]. 南京:南京财经大学,2013.
- [12] 刘国艳,李思童,梁丽,等. 油茶籽油不同形态酚类化合物对油脂氧化稳定性的影响[J]. 中国油脂,2022,47(2):85-90,117.
- [13] 孔凡. 南瓜籽油制取工艺及氧化稳定性的研究[D]. 武汉:武汉轻工大学,2021.