

超声辅助水剂法提取硅藻土中玉米蜡脂的工艺优化

韩丹¹, 孙立斌^{2,3}, 汪鸿², 于殿宇³, 王俊国¹

(1. 吉林工商学院粮油食品深加工吉林省高校重点实验室, 长春 130507; 2. 吉林工商学院粮食学院, 长春 130507; 3. 东北农业大学食品学院, 哈尔滨 150030)

摘要: 为了提高玉米油精炼的附加值, 并实现硅藻土的可循环利用, 以玉米油精炼副产物含蜡脂的硅藻土为原料, 采用超声辅助水剂法提取玉米蜡脂, 考察了不同提取条件对玉米蜡脂提取率的影响, 并通过响应面法优化玉米蜡脂提取的工艺条件。结果表明: 超声辅助水剂法提取玉米蜡脂的最佳工艺条件为超声功率 480 W、超声时间 4 h、提取温度 95 °C、料液比 1:3, 在此条件下玉米蜡脂提取率为 $(59.46 \pm 0.91)\%$ 。综上, 超声辅助水剂法可以有效提取硅藻土中的玉米蜡脂。

关键词: 硅藻土; 超声辅助法; 水剂法; 玉米蜡脂

中图分类号: TS229; TS224.4 文献标识码: A 文章编号: 1003-7969(2024)03-0121-04

Optimization of ultrasonic – assisted aqueous extraction of corn wax lipid from diatomaceous earth

HAN Dan¹, SUN Libin^{2,3}, WANG Hong², YU Dianyu³, WANG Junguo¹

(1. Key Laboratory of Grain and Oil Processing of Jilin Province, Jilin Business and Technology College, Changchun 130507, China; 2. School of Grain Science and Technology, Jilin Business and Technology College, Changchun 130507, China; 3. School of Food Science, North East Agriculture University, Harbin 150030, China)

Abstract: In order to improve the corn oil refining added value and realize the recyclable use of diatomaceous earth, diatomaceous earth containing wax lipid, a by-product of corn oil refining, was used as raw material to extract corn wax lipid by ultrasonic – assisted aqueous method, the effects of different extraction conditions on the extraction rate of corn wax lipid were investigated, and the process conditions for the extraction of corn wax lipid were optimized by response surface methodology. The results showed that the optimal extraction conditions were as follows: ultrasonic power 480 W, ultrasonic time 4 h, extraction temperature 95 °C, and material – liquid ratio 1:3. Under these conditions, the extraction rate of corn wax lipid was $(59.46 \pm 0.91)\%$. In conclusion, the ultrasonic – assisted aqueous method can effectively extract corn wax lipid from diatomaceous earth.

Key words: diatomaceous earth; ultrasonic – assisted method; aqueous extraction; corn wax lipid

玉米油、葵花籽油、米糠油等油脂脱蜡过程中常添加硅藻土作为助滤剂^[1], 玉米油脱蜡后的硅藻土中含有 30% ~ 45% 的玉米蜡脂(玉米蜡、饱和脂肪酸酯和玉米油的统称)。玉米蜡是高级脂肪酸和高

级醇形成的酯, 无毒无害, 可代替矿物油作吸收剂。另外, 一些精制的植物蜡不仅可作为糕点离型剂、冷冻食品赋型剂、口香糖可塑剂、巧克力糖果抛光剂等食品添加剂和水果蔬菜保鲜剂, 还可以应用于制药领域作为中成药包裹壁材、药片抛光剂、药膏分散剂等, 也可作为油墨涂料行业连结料^[2-5], 具有较好的经济效益和社会效益。目前, 对硅藻土的回收利用研究较少, 硅藻土使用后往往未经二次利用, 造成资源浪费。因此, 从硅藻土中提取蜡脂对其进一步利

收稿日期: 2022-11-17; 修回日期: 2023-11-10

基金项目: 吉林工商学院科学技术研究项目(K2022009)

作者简介: 韩丹(1982), 女, 讲师, 研究方向为油脂精深加工(E-mail)952565445@qq.com。

通信作者: 王俊国, 教授(E-mail)596528016@qq.com。

用具有重要意义。

超声辅助法在提取油脂、蛋白、多糖、多酚等物质方面得到了很好的应用,是一种非热的新兴加工技术^[6-10]。Zhang 等^[11]研究发现木瓜籽油的产量和质量与提取方法和提取条件密切相关,超声辅助提取的木瓜籽油具有良好的氧化稳定性以及较高含量的甘油三酯和不饱和脂肪酸。超声辅助法已被证明是一种高效、经济、绿色的油脂提取技术。本文采用超声辅助水剂法提取玉米油精炼副产物硅藻土中的玉米蜡脂,并通过响应面法优化玉米蜡脂的提取工艺,为提高精炼玉米油附加值,实现硅藻土的可循环利用提供技术参考。

1 材料与方法

1.1 实验材料

硅藻土(玉米蜡脂含量 42.57%),四平天成玉米有限公司。

DF-101S 型集热式恒温加热磁力搅拌器,上海豫康科教仪器设备有限公司;WH-2K4 型二列四孔恒温水浴锅,巩义市予华仪器有限公司;KQ-800KDE 型高功率数控超声波清洗器,昆山市超声仪器有限公司;L420 型台式低速离心机,湖南湘仪实验室仪器开发有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 玉米蜡脂的提取

称取 100 g 硅藻土,按照一定料液比加入热水作为加热介质,保持温度不变,加热搅拌 2 h 后放入超声波清洗器,设置一定的超声功率和超声时间,超声处理后,放至室内自然沉降 6 h;吸取上层样品于离心管中,在 3 800 r/min 的转速下离心 10 min,取上层悬浮物,放置真空烘箱中干燥去水至恒重,得到玉米蜡脂。

1.2.2 玉米蜡脂提取率的计算

玉米蜡脂提取率(Y)的计算见公式(1)。

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

式中: m_1 为 100 g 硅藻土中提取的玉米蜡脂质量,g; m_2 为 100 g 硅藻土中所含玉米蜡脂的质量,g。

1.2.3 数据处理

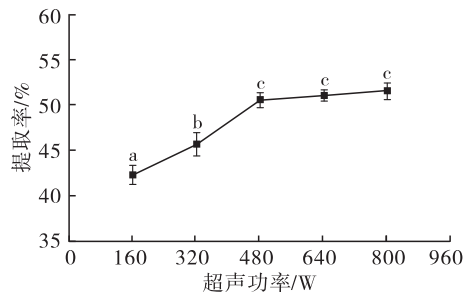
采用 ANOVA 进行统计分析, $p < 0.05$ 为差异显著,具有统计学意义,所有实验重复 3 次,并以“平均值 ± 标准差”表示。

2 结果与讨论

2.1 玉米蜡脂提取的单因素实验

2.1.1 超声功率对提取率的影响

在料液比 1:3、提取温度 90℃、超声时间 3 h 的条件下,考察超声功率对玉米蜡脂提取率的影响,结果如图 1 所示。



注:不同字母表示差异显著($p < 0.05$)。下同

图 1 超声功率对提取率的影响

由图 1 可知,随着超声功率的增加,玉米蜡脂的提取率呈先增加后稳定的趋势,当超声功率在 320~480 W 时提取率增加最快,超声功率在 800 W 时,提取率最高,但与超声功率 480 W 和 640 W 时相比无显著性差异。超声功率越大,空化效应越显著^[12-13],玉米蜡脂分子的扩散速率越大,因此提取率逐渐增大。从经济效益的角度出发,超声功率过高会增大生产成本,且有可能加快设备的损耗。综合分析,选择提取玉米蜡脂的超声功率为 480 W。

2.1.2 超声时间对提取率的影响

在料液比 1:3、提取温度 90℃、超声功率 480 W 的条件下,考察超声时间对玉米蜡脂提取率的影响,结果如图 2 所示。

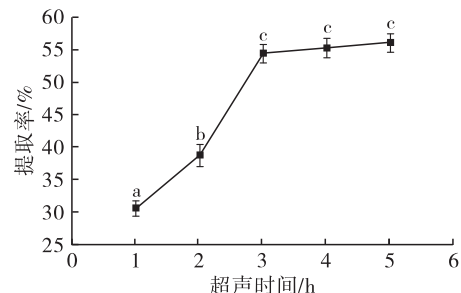


图 2 超声时间对提取率的影响

由图 2 可知,在超声时间从 1 h 延长至 3 h 时,玉米蜡脂的提取率增加的速度最快,继续延长超声时间,提取率仍增加,但变化并不显著,在超声时间 3 h 时玉米蜡脂已较好溶出,延长超声时间不仅造成能源浪费,同时过长的超声时间会导致油脂氧化^[14],促进乳化液的形成,导致提取率降低。因此,选择提取玉米蜡脂的超声时间为 3 h。

2.1.3 提取温度对提取率的影响

在料液比 1:3、超声功率 480 W、超声时间 3 h 的条件下,考察提取温度对玉米蜡脂提取率的影响,结果如图 3 所示。

由图 3 可知,随着提取温度的升高,玉米蜡脂的提取率呈先增加后降低的趋势,这是因为随着温度的升高,玉米蜡脂的溶出性好,因此提取率增加,但

温度越高,对玉米蜡脂结构的影响越大,进而导致玉米蜡脂的品质变化和提取率降低。提取温度为90℃时,提取率达到最大值,因此选择提取温度为90℃。

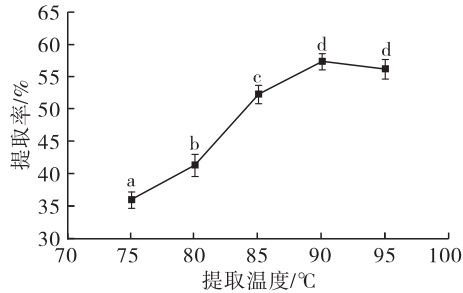


图3 提取温度对提取率的影响

2.1.4 料液比对提取率的影响

在提取温度90℃、超声功率480W、超声时间3h的条件下,考察料液比对玉米蜡脂提取率的影响,结果如图4所示。

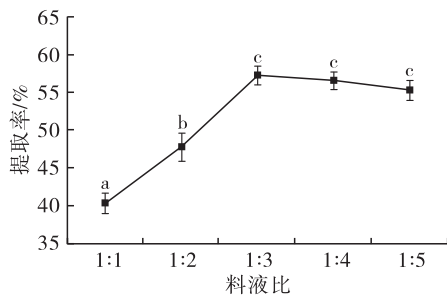


图4 料液比对提取率的影响

由图4可知,随着料液比的逐渐减小,提取率呈先增大后减小的趋势,在料液比从1:1减小至1:3的过程中,硅藻土吸水增多,玉米蜡脂更易脱离硅藻土,提取率增大。当进一步增加水量使料液比达到1:4时,提取率不再增加反而开始下降,这可能是料液比过小,玉米蜡脂与多余的水发生了乳化现象,导致部分玉米蜡脂残留在水中,使得玉米蜡脂不能被完全提取出来,从而提取率降低。在料液比为1:3时,提取率最高,此时硅藻土吸水程度已经达到饱和状态,油脂分子的扩散作用效果也达到最好。料液比较大时,游离油脂不易被非油成分从水包油体系中替代出来,体系黏稠度大,油滴不易分离;料液比较小时,发生乳化,提取率降低^[15]。因此,选择提取玉米蜡脂的料液比为1:3。

2.2 玉米蜡脂提取的响应面优化实验

2.2.1 响应面实验设计及结果

在单因素实验的基础上,采用响应面实验对玉米蜡脂的提取工艺进行优化。依据 Design Expert 软件,采用四因素三水平的 Box - Behnken 实验设计,以超声功率(A)、超声时间(B)、提取温度(C)和料

液比(D)为自变量,玉米蜡脂提取率(Y)为响应值进行响应面实验。表1为响应面实验因素与水平,表2为响应面实验设计与结果。

表1 响应面实验因素与水平

水平	A 超声功率/W	B 超声时间/h	C 提取温度/℃	D 料液比
-1	320	2	85	1:2
0	480	3	90	1:3
1	640	4	95	1:4

表2 响应面试验设计与结果

实验号	A	B	C	D	提取率/%
1	-1	-1	0	0	41.76
2	1	-1	0	0	55.34
3	-1	1	0	0	50.74
4	1	1	0	0	52.37
5	0	0	-1	-1	36.48
6	0	0	1	-1	44.39
7	0	0	-1	1	54.28
8	0	0	1	1	60.46
9	-1	0	0	-1	42.73
10	1	0	0	-1	46.13
11	-1	0	0	1	48.49
12	1	0	0	1	58.35
13	0	-1	-1	0	42.85
14	0	1	-1	0	46.12
15	0	-1	1	0	44.84
16	0	1	1	0	59.73
17	-1	0	-1	0	42.61
18	1	0	-1	0	40.79
19	-1	0	1	0	46.73
20	1	0	1	0	62.85
21	0	-1	0	-1	40.68
22	0	1	0	-1	43.72
23	0	-1	0	1	46.22
24	0	1	0	1	62.93
25	0	0	0	0	64.21
26	0	0	0	0	59.57
27	0	0	0	0	62.15
28	0	0	0	0	60.67
29	0	0	0	0	62.63

对表2中的实验数据进行多元回归拟合,得到各因素对玉米蜡脂提取率的回归方程: $Y = 61.85 + 3.56A + 3.66B + 4.66C + 6.38D - 2.99AB + 4.49AC + 1.61AD + 2.90BC + 3.42BD - 0.43CD - 6.13A^2 - 6.33B^2 - 6.97C^2 - 6.63D^2$ 。

2.2.2 响应面实验方差分析

利用 Design Expert 软件对实验结果进行方差分析,结果如表3所示。

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	1 975.87	14	141.13	19.61	<0.000 1
A	152.44	1	152.44	21.18	0.000 4
B	160.75	1	160.75	22.33	0.000 3
C	260.12	1	260.12	36.14	<0.000 1
D	488.96	1	488.96	67.93	<0.000 1
AB	35.70	1	35.70	4.96	0.042 9
AC	80.46	1	80.46	11.18	0.004 8
AD	10.43	1	10.43	1.45	0.248 6
BC	33.76	1	33.76	4.69	0.048 1
BD	46.72	1	46.72	6.49	0.023 2
CD	0.75	1	0.75	0.10	0.751 9
A ²	243.58	1	243.58	33.84	<0.000 1
B ²	259.64	1	259.64	36.07	<0.000 1
C ²	315.39	1	315.39	43.81	<0.000 1
D ²	285.28	1	285.28	39.63	<0.000 1
回归	100.78	14	7.20		
失拟项	87.92	10	8.79	2.73	0.172 3
纯误差	12.86	4	3.21		
总和	2 076.65	28			

注:差异显著($p < 0.05$);差异极显著($p < 0.01$)

由表3可知,模型回归显著($p < 0.000 1$),失拟项不显著($p = 0.172 3$),决定系数(R^2)为95.15%,校正决定系数(R^2_{Adj})为90.29%,说明该模型拟合良好,可用此模型进行有效分析和预测玉米蜡脂提取率。4个因素对玉米蜡脂提取率影响大小依次为 $D > C > B > A$,即料液比 > 提取温度 > 超声时间 > 超声功率;另外通过方差分析结果还可以看出,所有一次项及二次项对提取率有极显著影响。

2.2.3 验证实验

利用 Design Expert 软件预测超声辅助水剂法提取玉米蜡脂的最佳工艺条件为超声功率480 W、超声时间4 h、提取温度95℃、料液比1:3,在此条件下玉米蜡脂提取率预测值为59.77%。在最佳工艺条件下进行3次验证实验,玉米蜡脂提取率为 $(59.46 \pm 0.91)\%$,与预测值相近。

3 结论

本研究采用超声辅助水剂法提取硅藻土中的玉米蜡脂,并通过响应面法优化得到玉米蜡脂提取的最佳工艺条件为超声功率480 W、超声时间4 h、提取温度95℃、料液比1:3,在此条件下玉米蜡脂的提取率为 $(59.46 \pm 0.91)\%$ 。该工艺实现了玉米蜡脂与硅藻土的高效分离。

参考文献:

[1] 于殿宇. 油脂工艺学[M]. 北京: 科学出版社, 2012.
[2] 陈小军. 精制米糠蜡的制备及应用研究[D]. 郑州: 河

南工业大学, 2011.

- [3] 夏剑秋, 王延春, 张瑾, 等. 天然植物性大豆蜡的研发[J]. 中国油脂, 2005, 30(12): 41-42.
[4] 贺智慧, 郜顺成, 董建林. 玉米胚芽油的新型脱蜡工艺技术[J]. 粮油加工, 2009(9): 40-42.
[5] 刘喜亮, 刘智锋. 油脂脱蜡工艺与产品质量[J]. 粮油加工与食品机械, 2004(1): 37-42, 45.
[6] SAMARAM S, MIRHOSSEINI H, TAN C P, et al. Optimisation of ultrasound - assisted extraction of oil from papaya seed by response surface methodology: Oil recovery, radical scavenging antioxidant activity, and oxidation stability[J]. Food Chem, 2015, 172: 7-17.
[7] STEVANATO N, DA SILVA C. Radish seed oil: Ultrasound - assisted extraction using ethanol as solvent and assessment of its potential for ester production [J]. Ind Crops Prod, 2019, 132: 283-291.
[8] LIU M M, QI B, LIU Z X, et al. Optimization of low - abundance protein extraction and abundant protein removal from defatted soybean meal [J]. J Zhejiang Univ Sci B, 2017, 18(10): 878-885.
[9] ZHANG R Y, LIU C, CHEN P X, et al. Sequential extraction of oligosaccharide and polysaccharides from defatted tiger nut (*Cyperus esculentus*) meal for its comprehensive utilization [J]. J Food Meas Charact, 2023, 17(5): 4357-4370.
[10] DING Q, JIANG H, CHEN Y, et al. Influence of nitrogen protection on the extraction yield and antioxidant activities of polyphenols by ultrasonic - assisted extraction from rapeseed meal [J/OL]. J Food Process Eng, 2019, 42(5): e13104 [2022-11-17]. <https://doi.org/10.1111/jfpe.13104>.
[11] ZHANG W, PAN Y G, HUANG W, et al. Optimized ultrasonic - assisted extraction of papaya seed oil from Hainan/Eksotika variety [J]. Food Sci Nutr, 2019, 7(8): 2692-2701.
[12] 张秀芬, 黄珍玲, 吴玲玲, 等. 响应面法优化超声辅助水酶法提取辣木籽油[J]. 食品研究与开发, 2022, 43(21): 108-114.
[13] 张雅娜, 王辰, 吴奇芯, 等. 超声辅助水酶法提取黄秋葵籽油的研究[J]. 食品研究与开发, 2022, 43(7): 141-147.
[14] 赵巧玲, 刘文玉, 胡汇泉, 等. 超声波辅助水酶法提取胡麻油工艺条件的研究[J]. 粮食与食品工业, 2015, 22(2): 35-39.
[15] 周末, 张凌雁, 于修焯, 等. 蔗糖溶液辅助水剂法提取苦杏仁油的工艺研究[J]. 中国油脂, 2017, 42(12): 6-9, 31.