

超高压辅助提取沙棘籽油的工艺优化

李尚泽, 舒鑫, 杨琳, 王晓琼, 张小蓉, 胡永正, 李明元

(西华大学食品与生物工程学院, 成都610039)

摘要:为提高沙棘籽油得率,以沙棘籽为原料,研究了超高压辅助提取沙棘籽油的工艺。通过单因素实验考察了溶剂类型、超高压压力、保压时间、料液比对沙棘籽油得率的影响,在此基础上采用Box-Behnken响应面法对影响沙棘籽油得率的主要因素进行优化。结果表明:超高压辅助提取沙棘籽油最优工艺条件为以石油醚为溶剂、超高压压力458 MPa、保压时间6.2 min、料液比1:37,在此条件下沙棘籽油得率为15.68%。

关键词:沙棘籽油;超高压;提取;响应面法

中图分类号:TS225.1;TS224 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2021)04-0011-04

Optimization of ultrahigh pressure assisted extraction of sea-buckthorn seed oil

LI Shangze, SHU Xin, YANG Lin, WANG Xiaoqiong, ZHANG Xiaorong, HU Yongzheng, LI Mingyuan

(College of Food and Bioengineering, Xihua University, Chengdu 610039, China)

Abstract: In order to improve the yield of sea-buckthorn seed oil, with sea-buckthorn seed as raw material, the process of ultrahigh pressure assisted extraction of sea-buckthorn seed oil was studied. The effects of solvent type, ultrahigh pressure, pressure holding time, and material-liquid ratio on the yield of sea-buckthorn seed oil were investigated through single factor experiment. Then the main factors affecting the yield of sea-buckthorn seed oil were optimized using the Box-Behnken response surface methodology. The results showed that the optimal process conditions for extracting sea-buckthorn seed oil were obtained as follows: using petroleum ether as solvent, ultrahigh pressure 458 MPa, pressure holding time 6.2 min and material-liquid ratio 1:37. Under these conditions, the yield of sea-buckthorn seed oil was 15.68%.

Key words: sea-buckthorn seed oil; ultrahigh pressure; extraction; response surface methodology

沙棘是一种胡颓子科酸刺属的多年生小浆果植物^[1],其种子经提取得到的沙棘籽油具有消炎生肌、医治溃疡、降低血脂和血液黏稠度、抗辐射和抑制癌细胞增殖等多种作用,在医疗和保健行业有着很高的应用价值^[2-4]。

目前,已报道的沙棘籽油提取方法主要有压榨

法、溶剂浸提法、微波辅助法、超声波辅助法和超临界CO₂提取法等。压榨法存在得率低的缺点^[5];溶剂浸提法、微波辅助法和超声波辅助法本质都是利用有机溶剂萃取沙棘籽中油脂,再分离得到沙棘籽油,缺点是所需时间较长,且提取过程中温度较高,沙棘籽油部分活性成分损失;超临界CO₂提取法存在规模较小,工业化生产成本高的问题。超高压辅助提取是利用100~600 MPa静压力作用于料液上,使提取溶剂渗透到物料细胞内,在预定压力下保持一段时间使有效成分达到溶解平衡后迅速泄压,细胞内外渗透压力差突然增大,细胞内的有效成分转移到细胞外的提取液中,促进有效成分和溶剂间的

收稿日期:2020-07-08;修回日期:2020-11-24

基金项目:四川省重点研发项目“小浆果产业链关键技术集成与示范”(2018NZ0008)

作者简介:李尚泽(1995),男,在读硕士,研究方向为食品科学(E-mail)1347870322@qq.com。

通信作者:李明元,教授(E-mail)limingyuan519@qq.com。

传质作用,达到高效提取的目的^[6-7],具有能耗低、时间短、效率高等优点^[8]。超高压辅助提取法已经被广泛用于果蔬、药材等有效成分提取和油脂提取等领域,但目前未见超高压辅助提取沙棘籽油的报道。

本文研究了超高压辅助提取沙棘籽油的工艺,在单因素实验基础上利用 Box - Behnken 响应面法优化提取工艺,旨在提升沙棘籽油得率,同时为后续深入研究沙棘籽油的提取方式和活性提供基础资料。

1 材料与方法

1.1 实验材料

沙棘籽(含油量 17.23%,品种为小果沙棘),甘肃艾康沙棘制品有限公司;石油醚(沸程 60~90℃)、乙酸乙酯、正己烷,成都述而作科技有限公司。

HPP600MPa a/3-5L 型超高压食品处理实验设备,BPG-9070A 型精密鼓风干燥箱,RE52AA 型旋转蒸发仪,JA2003 型万分之一天平,小型超微粉碎机。

1.2 实验方法

1.2.1 沙棘籽预处理

将沙棘籽简单筛选去除杂质,置于 50℃ 干燥箱中干燥 2 h(根据 GB/T 5009.3—2016 测定烘干后沙棘籽含水量为 2.75%),采用小型超微粉碎机对沙棘籽粉碎,过 0.380 mm 孔径(40 目)筛,备用。

1.2.2 沙棘籽油的超高压辅助提取

准确称取 10 g(精确至 0.001 g)沙棘籽粉于聚乙烯塑料袋中,加入一定量溶剂,混合均匀后进行真空包装,放入超高压设备压力腔中,在室温下设定一定压力,保压一定时间。取出后过滤,滤液转移到圆底烧瓶中,根据不同溶剂沸点设定水浴温度,使用旋转蒸发仪蒸出溶剂,在鼓风干燥箱中干燥 0.5 h 后取出,得到沙棘籽油,称重,计算沙棘籽油得率。

2 结果与讨论

2.1 单因素实验

2.1.1 溶剂类型对沙棘籽油得率的影响

准确称取 10 g(精确至 0.001 g)沙棘籽粉 9 份,平均分为 3 组,在料液比 1:24、超高压压力 400 MPa、保压时间 4 min 条件下,分别用乙酸乙酯、石油醚、正己烷进行实验,考察溶剂类型对沙棘籽油得率的影响,结果见图 1。

由图 1 可以看出,当提取溶剂为石油醚时,沙棘籽油得率最高,使用乙酸乙酯时得率略低于石油醚,使用正己烷时得率最低。综合沙棘籽油得率、溶剂成本、溶剂回收率等因素,选择石油醚作为最佳提取溶剂。

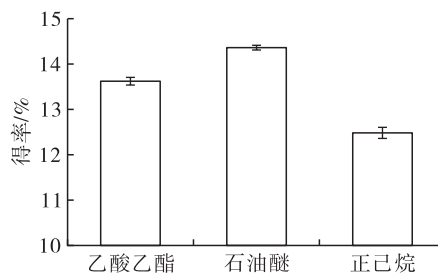


图 1 溶剂类型对沙棘籽油得率的影响

2.1.2 料液比对沙棘籽油得率的影响

准确称取 10 g(精确至 0.001 g)沙棘籽粉 21 份,平均分为 7 组,在提取溶剂为石油醚、超高压压力 400 MPa、保压时间 4 min 条件下,分别以料液比 1:21、1:24、1:27、1:30、1:33、1:36、1:39 进行实验,考察料液比对沙棘籽油得率的影响,结果见图 2。

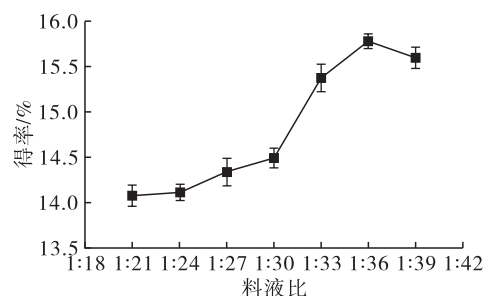


图 2 料液比对沙棘籽油得率的影响

由图 2 可知,沙棘籽油得率随着料液比的增大先提高后略降低。当料液比小于 1:36 时,随着料液比增大,沙棘籽油得率提高;料液比大于 1:36 时,沙棘籽油得率有所下降。可能原因是当料液比小于 1:36 时,随着料液比的增加,沙棘籽粉与石油醚的接触面积增大,同时由于固液浓度差变大使得油脂分子的传质速率、扩散速度提高,因此提高了沙棘籽油得率。继续增大料液比,沙棘籽油得率变化不显著且会造成溶剂浪费^[9-10]。综合考虑沙棘籽油得率和实验成本,选择适宜的料液比为 1:36。

2.1.3 超高压压力对沙棘籽油得率的影响

准确称取 10 g(精确至 0.001 g)沙棘籽粉 21 份,平均分为 7 组,在提取溶剂为石油醚、料液比 1:24、保压时间 4 min 条件下,分别以超高压压力 300、350、400、450、500、550、600 MPa 进行实验,考察超高压压力对沙棘籽油得率的影响,结果见图 3。

由图 3 可知,沙棘籽油得率随着超高压压力增大先提高后降低。当超高压压力低于 450 MPa 时,随着超高压压力的升高,沙棘籽油得率提高;超高压压力超过 450 MPa 后,沙棘籽油得率缓慢下降。可能是因为超高压破坏了沙棘籽细胞的组织结构,使油脂从细胞内向外扩散,压力增加时油脂由内向外的传质速率也相应增加;当超高压压力超过 450

MPa后,由于压力太大,细胞内蛋白质、色素等大分子物质溶出,阻塞了传质的通道,油脂传质受阻,从而使得率降低^[11-12]。综合考虑沙棘籽油得率和对设备的损耗,选择适宜的超高压压力为450 MPa。

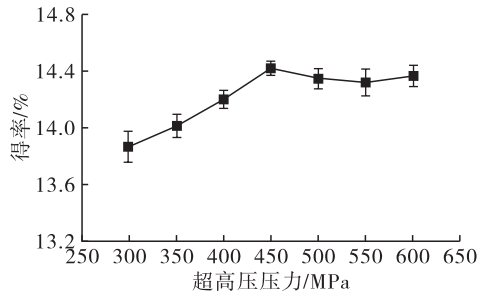


图3 超高压压力对沙棘籽油得率的影响

2.1.4 保压时间对沙棘籽油得率的影响

准确称取10 g(精确至0.001 g)沙棘籽粉21份,平均分为7组,在提取溶剂为石油醚、料液比1:24、超高压压力400 MPa条件下,分别以保压时间2、3、4、5、6、7、8 min进行实验,考察保压时间对沙棘籽油得率的影响,结果见图4。

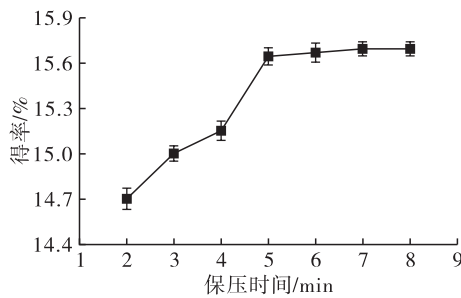


图4 保压时间对沙棘籽油得率的影响

由图4可知,沙棘籽油得率随着保压时间延长先提高后基本不变。当保压时间在2~6 min时,沙棘籽油得率随着保压时间延长而提高,6 min后基本不变。可能的原因是在一定压力下,随着保压时间延长,沙棘籽油能够快速地溶解扩散;当保压时间超过6 min后溶解扩散达到动态的平衡状态,沙棘籽油基本不再向外扩散^[13-14]。综合考虑沙棘籽油得率和对设备的损耗,适宜的保压时间为6 min。

2.2 Box-Behnken 响应面法优化实验

2.2.1 回归方程的建立及方差分析

为评估各因素对沙棘籽油提取的影响,在单因素实验的基础上,以石油醚为提取溶剂,选择超高压压力、保压时间、料液比为考察因素,沙棘籽油得率(Y)为响应值,采用三因素三水平的响应面实验对超高压辅助提取沙棘籽油工艺进行优化。响应面实验因素及水平见表1,响应面实验设计及结果见表2,方差分析见表3。

表1 响应面实验因素及水平

水平	A 超高压压力/MPa	B 保压时间/min	C 料液比
-1	400	5	1:33
0	450	6	1:36
1	500	7	1:39

表2 响应面实验设计及结果

实验号	A	B	C	Y/%
1	-1	-1	0	14.69
2	0	0	0	15.63
3	0	-1	1	15.21
4	-1	1	0	15.03
5	0	0	0	15.66
6	0	1	-1	15.26
7	0	0	0	15.65
8	-1	0	1	14.97
9	1	-1	0	15.06
10	0	0	0	15.69
11	0	-1	-1	15.02
12	0	1	1	15.41
13	1	0	1	15.38
14	1	1	0	15.18
15	-1	0	-1	14.80
16	0	0	0	15.62
17	1	0	-1	14.97

表3 方差分析

方差来源	平方和	自由度	均方	F	P
模型	1.65	9	0.18	120.06	<0.000 1***
A	0.15	1	0.15	98.95	<0.000 1***
B	0.10	1	0.10	66.24	<0.000 1***
C	0.11	1	0.11	69.21	<0.000 1***
AB	0.01	1	0.01	7.92	0.026 0*
AC	0.01	1	0.01	9.42	0.018 1*
BC	4.00E-004	1	4.00E-004	0.26	0.624 7
A ²	0.77	1	0.77	503.41	<0.000 1***
B ²	0.23	1	0.23	148.90	<0.000 1***
C ²	0.16	1	0.16	102.07	<0.000 1***
残差	0.01	7	1.53E-003		
失拟项	7.70E-003	3	2.57E-003	3.42	0.132 8
纯误差	3.00E-003	4	7.50E-004		
总离差	1.66	16			

注: *表示差异显著($P < 0.05$), **表示差异极显著($P < 0.01$), ***表示差异高度显著($P < 0.001$)。

根据表2数据对超高压压力、保压时间、料液比3个因素进行方程拟合,得到的回归方程为: $Y = 15.65 + 0.14A + 0.11B + 0.12C - 0.055AB + 0.060AC - 0.010BC - 0.43A^2 - 0.23B^2 - 0.19C^2$ 。

由表3可知,该模型 $P < 0.0001$,说明具有高度显著性。 R^2 为0.9936,失拟项的 P 为0.1328,大于0.05,说明失拟项因素不显著,因此该模型的预测值代替实验值分析可靠。一次项 A 、 B 、 C 和二次项 A^2 、 B^2 、 C^2 的 P 均小于0.0001,说明一次项和二次项具有高度显著性。由 F 值可知,影响沙棘籽油得率的因素主次顺序为超高压压力 > 料液比 > 保压时间。

2.2.2 实验优化及验证

使用响应面软件对影响沙棘籽油得率的3个影响因素进一步优化,得到的最优提取工艺条件为:超高压压力458.46 MPa,保压时间6.21 min,料液比1:36.96。在最优条件下,预测沙棘籽油得率可达15.69%。根据实际情况,调整优化实验条件为超高压压力458 MPa、保压时间6.2 min、料液比1:37,在此条件下进行了3组重复验证实验,沙棘籽油得率分别为15.68%、15.66%和15.71%,平均得率为15.68%,与响应面的预测值吻合度高,说明使用Box - Behnken 响应面法优化的超高压辅助提取沙棘籽油工艺条件可靠。

3 结论

在单因素实验基础上,通过响应面法对超高压辅助提取沙棘籽油工艺条件进行了优化。结果表明:在沙棘籽油提取过程中,超高压压力、保压时间、料液比对沙棘籽油得率均有显著影响;经Box - Behnken 响应面法优化后得到的影响沙棘籽油得率因素主次顺序为超高压压力 > 料液比 > 保压时间;沙棘籽油的最优提取工艺条件为石油醚为溶剂、超高压压力458 MPa、保压时间6.2 min、料液比1:37,在优化工艺条件下沙棘籽油得率可达15.68%,表明超高压辅助提取沙棘籽油技术可行。

参考文献:

[1] 傅建熙,田鹏,康靖全,等.沙棘籽的综合利用 I——沙

棘籽油渣的化学成分研究[J].沙棘,2006(3):30-32.

- [2] 闫克玉,杜紫娟.正交试验法优化沙棘籽油的提取工艺[J].食品研究与开发,2010(4):31-34.
- [3] 张逸,黄凤洪,马方励,等.沙棘油提取工艺研究进展[J].中国油脂,2016,41(3):16-20.
- [4] 宋于洋.沙棘油提取工艺研究[J].食品科学,2006(10):352-354.
- [5] 张贺.中国沙棘籽油提取工艺研究[D].长春:吉林农业大学,2008.
- [6] 井凤,刘峰,刘伟.超高压技术在中药有效成分提取中的应用[J].科学与管理,2016(36):63-66.
- [7] ZHANG S Q, CHEN R Z, WU H, et al. Ginsenoside extraction from *Panax quinquefolium* L. (American ginseng) root by using ultrahigh pressure[J]. J Pharm Biomed Anal, 2006, 41(1):57-63.
- [8] 宁娜,周晶.超高压提取技术在中药提取中的研究进展[J].天津药学,2008(5):62-64.
- [9] 张雨生,陈思晴,沈瑾,等.棠梨籽油的微波辅助与溶剂提取法比较[J].浙江树人大学学报(自然科学版),2019(2):31-36.
- [10] 秦启宗,周祖铭,杨永乐,等.溶剂萃取动力学研究(I)——磷酸三丁酯萃取硝酸铈(IV)的速率与机理[J].复旦学报(自然科学版),1981(2):31-37.
- [11] 徐丽娟,王成忠,浦娜娜,等.超高压辅助提取毛榛籽油及稳定性的研究[J].食品工业,2017,38(7):1-5.
- [12] 王俊国,袁泰增,陈书曼,等.超高压提取月见草油工艺条件的优化及理化性质的研究[J].粮食与油脂,2019,32(11):26-30.
- [13] 陈亚利,严成,张唯,等.响应面法优化超高压辅助提取紫薯花色苷的工艺研究[J].中国调味品,2018,43(8):167-172,176.
- [14] 浦娜娜,王成忠,李东荣.超高压处理提取金银花精油工艺的响应面优化[J].食品工业,2018,39(11):119-123.

·公益广告·



节能减排，提质增效！

《中国油脂》宣