

亚临界低温萃取小米糠油的工艺条件优化

李俊超¹, 秦学磊¹, 蔡佳峻², 任春明³, 刘 梁³

(1. 河南华测检测技术有限公司, 郑州 450000; 2. 品标环境科技有限公司, 西安 710082;

3. 中粮工科(西安)国际工程有限公司, 西安 710082)

摘要: 旨在促进小米糠资源利用, 采用亚临界低温萃取技术提取小米糠油, 通过单因素试验考察了萃取时间、萃取温度、料液比对小米糠提油率的影响, 并在此基础上以小米糠提油率为指标, 运用响应面法对亚临界低温萃取小米糠油的工艺条件进行优化。结果表明: 亚临界低温萃取小米糠油的最佳工艺条件为萃取时间 25 min、萃取温度 35 ℃、料液比 1:4, 在此条件下小米糠的提油率为 95.3%。综上, 该工艺可用于小米糠油的有效提取。

关键词: 亚临界低温萃取; 小米糠油; 响应面法; 提油率

中图分类号: TS224.3; TS229

文献标识码: A

文章编号: 1003-7969(2025)05-0016-04

Process optimization of subcritical low – temperature extraction of millet bran oil

LI Junchao¹, QIN Xuelei¹, CAI Jiajun², REN Chunming³, LIU Liang³

(1. Centre Testing International Technology (Henan) Co., Ltd., Zhengzhou 450000, China; 2. Pinbiao

Environmental Technology Co., Ltd., Xi'an 710082, China; 3. COFCO ET(Xi'an)

International Engineering Co., Ltd., Xi'an 710082, China)

Abstract: Aiming to promote the utilization of millet bran resources, the millet bran oil was extracted by subcritical low – temperature extraction technology. Single factor experiments were conducted to investigate the effects of extraction time, extraction temperature, and solid – liquid ratio on the extraction rate of millet bran oil. Based on this, with the oil extraction rate of millet bran as an index, the parameters of subcritical low – temperature extraction of millet bran oil were optimized using response surface methodology. The results showed that the optimal process parameters for extracting oil from millet bran by subcritical low – temperature extraction were as follows: extraction time 25 min, extraction temperature 35 ℃ and solid – liquid ratio 1:4. Under these conditions, the oil extraction rate of millet bran was 95.3%. Overall, the process can be effectively used for the extraction of millet bran oil.

Key words: subcritical low – temperature extraction; millet bran oil; response surface methodology; oil extraction rate

谷子, 为禾本科、狗尾草属植物, 是我国北方地区主要的粮食作物之一^[1]。小米糠是小米加工过程的副产物, 占谷子质量的 5% ~ 7%^[2]。按照我国谷子年产量约 500 万 t 计算, 小米糠年产量最高可达 40 万 t 左右, 资源丰富^[3]。目前, 我国只有少部

分小米糠作为动物饲料进行利用, 大部分则被直接废弃, 造成资源严重浪费^[4-5]。小米糠含油率高达 15% ~ 20%, 可用于提取小米糠油^[6]。小米糠油是一种健康油品, 其不饱和脂肪酸含量达 70% 以上, 必需脂肪酸亚油酸含量较高^[7]。此外, 小米糠油中还含有维生素 E、谷维素和植物甾醇等多种营养成分, 除食用外, 还可广泛应用于医药、保健品、化妆品等行业^[8]。因此, 为充分利用小米糠资源, 以小米糠为原料提取小米糠油, 是对我国食用油资源的有

收稿日期: 2024-07-02; 修回日期: 2024-12-13

作者简介: 李俊超 (1979), 男, 高级工程师, 硕士, 研究方向为食品科学与工程 (E-mail) jchli520@126.com。

益补充。

目前,小米糠油的提取方法主要有压榨法、有机溶剂提取法、超临界萃取法、亚临界萃取法等^[9-12]。压榨法制取的小米糠油安全、绿色、无污染,但提油率低、能耗大。有机溶剂提取法制取小米糠油的提油率高、处理量大、成本较低,但工艺复杂,且存在环境污染等安全问题。超临界 CO₂ 萃取技术生产的小米糠油色泽好、品质高,能够较好地保证油中活性物质不被破坏,但该工艺操作压力较高、设备价格高,导致产品的生产成本居高不下,难以实现工业化。亚临界萃取技术是继超临界 CO₂ 萃取技术后发展起来的一种新型分离技术,与有机溶剂提取法相比具有无毒、无害、易于和产物分离、提取物活性不被破坏等优点,较超临界 CO₂ 萃取技术而言,其显著的特点是萃取压强低,运行成本低,工业化大规模生产的可行性高,已被广泛应用于食品、化工等领域^[13-16]。

本研究以小米糠为原料,以提油率为评价指标,采用亚临界低温萃取技术提取小米糠油,运用单因素试验和响应面试验对亚临界低温萃取小米糠油的工艺条件进行优化,以期为小米糠油的加工提供参考,进一步促进小米糠油产业发展。

1 材料与方法

1.1 试验材料

小米糠(含油率 17%),市场采购;丁烷(分析纯),天津市科密欧有限公司。

CBE-5L+1L 亚临界流体萃取成套装置,河南省亚临界生物技术有限公司;101-1 电热恒温鼓风干燥箱,上海实验仪器总厂有限公司;AUY220 电子天平,沈阳龙腾电子有限公司;HKJ-25 造粒机,无锡三鱼渔牧机械有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 小米糠油的亚临界低温萃取

向 10 kg 新鲜小米糠中加入其总质量约 10% 的水,加入造粒机,制成 3 mm 的颗粒,冷却后将小米糠颗粒置于亚临界流体萃取成套装置的萃取罐中,按照一定质量比向其中加入萃取剂丁烷,在一定温度下萃取一定时间,重复萃取 4 次,结束后经减压分离得小米糠油,收集小米糠油,准确称其质量。小米糠提油率(W)按下式计算。

$$W = m_1 / (m \times x) \times 100\%$$
 (1)

式中: m_1 为提取的小米糠油质量,g; m 为原料小米糠的质量,g; x 为小米糠含油率。

1.2.2 数据处理

每组做 3 次平行试验,结果取平均值,用 Origin

2019 软件绘制图形,利用 Design-Expert 8.0.6 软件进行响应面试验数据拟合分析。

2 结果与分析

2.1 亚临界低温萃取小米糠油的单因素试验

2.1.1 萃取时间对小米糠提油率的影响

在萃取温度 35℃、料液比 1:4 的条件下,考察萃取时间(10、15、20、25、30、35 min)对小米糠提油率的影响,结果见图 1。

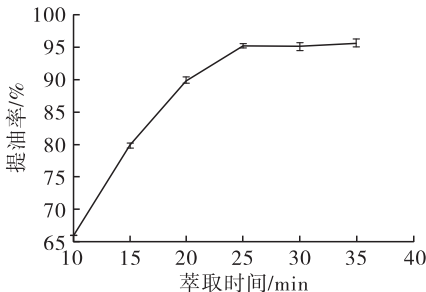


图 1 萃取时间对小米糠提油率的影响
Fig. 1 Effect of extraction time on oil extraction rate of millet bran

由图 1 可知,随着萃取时间的延长,小米糠提油率逐渐增加,在萃取时间达到 25 min 时,小米糠提油率最高,继续延长萃取时间,小米糠提油率无明显变化。这可能是因为刚开始时萃取剂与原料之间接触不够充分,提油率较低,随着萃取时间的延长,传质达到较好状态,提油率明显增大,而当萃取时间达到 25 min 后,传质达到相对平衡状态,继续延长时间,提油率无明显变化。因此,萃取时间选择 25 min 较为合适。

2.1.2 萃取温度对小米糠提油率的影响

在萃取时间 25 min、料液比 1:4 的条件下,考察萃取温度(20、25、30、35、40、45℃)对小米糠提油率的影响,结果见图 2。

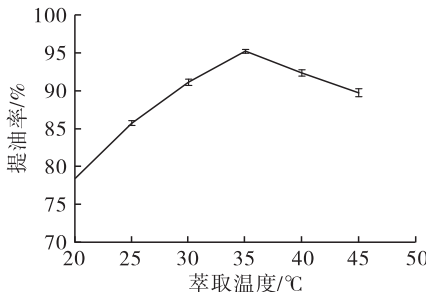


图 2 萃取温度对小米糠提油率的影响
Fig. 2 Effect of extraction temperature on oil extraction rate of millet bran

由图 2 可知,随着萃取温度的升高,小米糠提油率呈先上升后下降的趋势,在萃取温度为 35℃ 时小米糠提油率最高。这可能是因为温度升高加

速了分子间的热运动,使溶剂和油脂的黏度下降,降低了整个体系中的传质阻力,提高了扩散速度;但温度过高时,超过混合油沸点,溶剂易挥发,增加体系蒸气压,物料可能被压实,不利于油脂分子扩散,提油率下降。因此,萃取温度选择 35℃ 较为合适。

2.1.3 料液比对小米糠提油率的影响

在萃取温度 35℃、萃取时间 25 min 的条件下,考察料液比(1:2、1:3、1:4、1:5、1:6、1:7)对小米糠提油率的影响,结果见图 3。

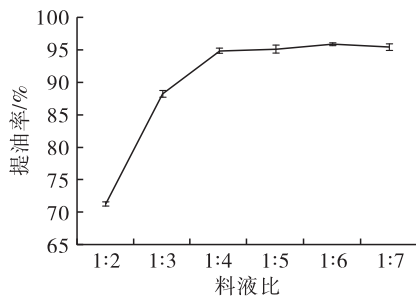


图3 料液比对小米糠提油率的影响

Fig. 3 Effect of solid – liquid ratio on oil extraction rate of millet bran

由图 3 可知,随着料液比的减小,小米糠提油率逐渐上升,在料液比大于 1:4 时,小米糠提油率增幅较大,在料液比小于 1:4 时,小米糠提油率增加较为缓慢。料液比过小时,混合油浓度较低,脱溶时间长,能耗较大,导致生产成本增加。因此,料液比选择 1:4 较为合适。

2.2 亚临界低温萃取小米糠油的响应面试验

2.2.1 响应面试验设计与分析

在单因素试验的基础上,运用 Box – Behnken 模型,以萃取温度(A)、萃取时间(B)和料液比(C)为自变量,以小米糠提油率(Y)为响应值,优化亚临界低温萃取小米糠油的工艺条件。响应面试验因素和水平见表 1,响应面试验设计及结果见表 2。

利用 Design – Expert 8.0.6 软件对表 2 中数据进行二次多项回归拟合,获得提油率对萃取温度、萃取时间、料液比 3 个自变量的多元回归方程模型: $Y = 95.16 + 1.66A + 0.14B + 1.43C - 0.13AB + 1.05AC + 2.40BC - 5.52A^2 - 2.62B^2 - 4.59C^2$ 。

表 1 响应面试验因素和水平

Table 1 Factors and levels of response surface methodology

水平	A 萃取温度/℃	B 萃取时间/min	C 料液比
-1	30	20	1:4
0	35	25	1:5
1	40	30	1:6

表 2 响应面试验设计及结果

Table 2 Design and results of response surface methodology

试验号	A	B	C	Y/%
1	0	0	0	95.3
2	1	-1	0	88.5
3	-1	0	-1	82.6
4	1	0	1	89.6
5	1	1	0	88.6
6	0	-1	1	86.6
7	-1	0	1	83.9
8	0	0	0	95.4
9	0	1	1	91.6
10	0	0	0	94.8
11	-1	-1	0	85.2
12	0	0	0	95.2
13	0	1	-1	84.5
14	-1	1	0	85.8
15	0	-1	-1	89.1
16	0	0	0	95.1
17	1	0	-1	84.1

对回归方程进行方差分析,结果见表 3。

表 3 回归方程的方差分析

Table 3 Analysis of variance of regression equation

方差来源	平方和	自由度	均方	F	p
A	22.11	1	22.11	158.02	<0.000 1**
B	0.15	1	0.15	1.08	0.333 1
C	16.25	1	16.25	116.09	<0.000 1**
AB	0.06	1	0.06	0.45	0.525 3
AC	4.41	1	4.41	31.52	0.000 8**
BC	23.04	1	23.04	164.66	<0.000 1**
A ²	128.18	1	128.18	916.04	<0.000 1**
B ²	28.85	1	28.85	206.16	<0.000 1**
C ²	88.80	1	88.80	634.64	<0.000 1**
模型	337.68	9	37.52	268.13	<0.000 1**
残差	0.98	7	0.14		
失拟项	0.77	3	0.26	4.83	0.081 2
纯误差	0.21	4	0.05		
总离差	338.66	16			

注:** 为差异极显著($p < 0.01$)

Note: ** $p < 0.01$

由表 3 可知,模型 p 值小于 0.01,说明模型极显著,失拟项 p 值大于 0.05,不显著。模型的调整决定系数(R^2_{Adj})为 0.993 4,说明该模型能够解释 99.34% 的响应值变化。因此,该模型的拟合度良好,可以用于亚临界低温萃取小米糠油的分析预测。一次项 A、C,交互项 AC、BC 和二次项 A^2 、 B^2 、 C^2 的 p 值均小于 0.01,说明它们对提油率有极显著影响。根据 F 值,3 个因素对提油率影响的大小次序为

$A > C > B$, 即萃取温度 > 料液比 > 萃取时间。

2.2.2 最优工艺条件确定与验证

通过求模型极值可得, 在小米糠提油率达到最优值 95.6% 时的工艺条件为萃取时间 25.89 min、萃取温度 35.41 ℃、料液比 1:4.2。考虑到实际操作条件和节省成本, 将亚临界低温萃取条件调整为萃取时间 25 min、萃取温度 35 ℃、料液比 1:4, 在此条件下进行验证试验, 得到小米糠提油率为 95.3%, 与预测值相近, 说明该模型的预测性较好, 优化的工艺可靠。

3 结 论

通过对亚临界低温萃取小米糠油的工艺条件进行优化发现, 亚临界低温萃取小米糠油的最佳工艺条件为萃取时间 25 min、萃取温度 35 ℃、料液比 1:4, 在此条件下小米糠提油率为 95.3%。虽然本研究可为提取小米糠油提供一定参考, 但是对提取后油脂中的营养成分尚不明确, 今后可进一步对小米糠油中的营养成分进行研究。

参考文献:

- [1] 王勇. 小米的营养价值及内蒙古小米生产加工现状 [D]. 呼和浩特: 内蒙古大学, 2010.
- [2] 杜亚军. 小米糠深加工研究进展 [J]. 粮食与饲料工业, 2016(3): 31–34, 39.
- [3] 陈汉辉, 顾锦, 陆兆新, 等. 小米糠油的超声辅助提取工艺及 GC-MS 分析 [J]. 食品科学, 2013, 34(20): 32–36.
- [4] DEVITTORI C, GUMY D, KUSY A, et al. Supercritical fluid extraction of oil from millet bran [J]. J Am Oil Chem Soc, 2000, 77(6): 573–579.
- [5] 恩和, 庞之洪, 熊本海. 粟谷糠类饲料成分及营养价值比较分析 [J]. 中国饲料, 2008(2): 39–41.
- [6] 崔波, 马蕴欣, 檀琮萍, 等. 一种小米谷糠毛油的提取方法: CN201410642502 [P]. 2024–12–13.
- [7] LIANG S, YANG G, MA Y. Chemical characteristics and fatty acid profile of foxtail millet bran oil [J]. J Am Oil Chem Soc, 2010, 87(1): 63–67.
- [8] 刘玉兰, 黄会娜, 范文鹏, 等. 小米糖(胚)制油及油脂品质研究 [J]. 中国粮油学报, 2019(5): 52–57, 63.
- [9] 赵陈勇, 王常青, 许洁, 等. 两种提取方法对小米谷糠油中营养成分的影响 [J]. 食品科学, 2011, 32(14): 289–292.
- [10] 赵陈勇, 王常青, 许洁, 等. 富含甾醇小米谷糠油提取工艺研究 [J]. 中国油脂, 2011, 36(7): 12–14.
- [11] 李世超. 谷糠油的超临界 CO₂ 萃取及精炼 [D]. 石家庄: 河北科技大学, 2010.
- [12] 魏福祥, 李世超, 王浩然, 等. 超临界 CO₂ 萃取-精馏小米糠油 [J]. 食品科学, 2011, 32(8): 78–82.
- [13] MUSTAPA A N, MANAN Z A, MOHD AZIZIC Y, et al. Effects of parameters on yield for sub-critical R134a extraction of palm oil [J]. J Food Eng, 2009, 95(4): 606–616.
- [14] 吴雪辉, 刘肖丽, 刘智锋, 等. 油茶籽油亚临界流体萃取工艺及品质研究 [J]. 中国油脂, 2012, 37(10): 6–9.
- [15] HAN Y, MA Q, WANG L, et al. Extraction of astaxanthin from *Euphausia pacifica* using subcritical 1, 1, 1, 2-tetrafluoroethane [J]. J Ocean Univ China, 2012, 11(4): 562–568.
- [16] 刘月蓉, 牟大庆, 陈涵, 等. 天然植物精油提取技术: 亚临界流体萃取 [J]. 莆田学院学报, 2011, 18(2): 67–70.

· 公益广告 ·

适度加工，营养更丰富！

《中国油脂》宣

