

超声波辅助提取苹果籽油工艺研究

高 霞¹, 仇农学^{1*}, 庞福科², 刘雪艳¹

(1. 陕西师范大学食品工程系, 陕西 西安 710062; 2 陕西省农机研究所, 陕西 咸阳 712100)

摘要:通过二次回归正交旋转组合试验探讨了超声波辅助提取苹果籽油的最佳工艺条件,研究了液料比(石油醚体积与苹果籽质量之比)、提取时间、提取温度和超声波频率对苹果籽油提取率的影响。结果表明,当液料比为8,提取时间为35min,提取温度为35℃,超声波频率为60kHz时,苹果籽油提取率最高,可达到23.94%。通过与索氏提取法对比,证明超声波是一种可靠、高效的提取苹果籽油的方法。

关键词: 苹果籽油; 超声波; 提取率

中图分类号: TS224.6 **文献标志码:** A **文章编号:** 1007—9084(2007)01—0078—05

Ultrasound - associated extraction of apple seed oil

GAO Xia¹, Q U Nong - xue¹, PANG Fu - ke², L U Xue - yan¹

(1. Department of Food Engineering, Shaanxi Normal University, Xi'an 710062, China;

2 Shaanxi Institute of Farm Machinery, Xi'an 712100, China)

Abstract: Ultrasound - associated extraction of apple seed oil was studied. The factors affecting obtaining rate, such as the ratio of liquid to material (ratio of the volume of petroleum ether to the weight of apple seed), extracting time, extracting temperature, and ultrasonic frequency, were analyzed under specific condition and the optimal extracting parameters were obtained by qualitative regressive orthogonal rotating as the ratio of liquid to material 8, extracting time 35min, extracting temperature 35℃, and the ultrasonic frequency 60kHz. The obtaining rate was 23.94% under this condition. By comparing with Soxhlet extraction, the study demonstrates that ultrasound is a reliable and great efficiency tool for the fast extraction of apple seed oil.

Key words: Apple seed oil; Ultrasound; Obtaining rate

我国苹果资源十分丰富。2005年世界苹果总产量为6300万吨,我国的苹果产量为2651.9万吨,占世界苹果总产量的42.1%,居世界首位。我国每年约有20%的苹果用于果汁加工,每5吨鲜果可产生1吨果渣。以每吨湿果渣含3%苹果籽计,每年排出苹果籽约3.2万吨^[1]。长期以来,果汁厂将苹果籽随着果渣一起作为废渣抛弃,腐烂、变酸、变臭,造成了极大的环境污染和严重的资源浪费^[2,3]。开发和利用苹果籽资源不仅可变废为宝,还可以提高果汁厂的经济效益。

目前国内外对苹果籽油研究报道较少,国内有人对水酶法和超声波辅助法提取苹果籽油进行了研究,但只研究了单频超声波辅助提取^[2,4],对苹果籽

油的变频超声波辅助提取目前还未见报道。本课题较系统地探讨了多频超声波辅助提取苹果籽油,并确定了最佳提取工艺条件。

1 材料与方法

1.1 试验材料

苹果籽:由陕西恒兴果业发展股份有限公司眉县分公司果汁厂榨汁后的苹果渣中分选。

化学试剂:石油醚(沸程60~90℃),分析纯,天津市富予化工精细化工有限公司。

1.2 主要仪器

KQ-250DB型数控超声波清洗器(频率40kHz,功率250W)、KQ-200DE型数控超声波清

收稿日期:2006—08—21

基金项目:农业部948项目“优质出口苹果生产和加工技术引进与示范”(2006-G28);陕西师范大学研究生创新基金

作者简介:高霞(1983—),女,河南商丘人,硕士研究生。

*通讯作者:仇农学,教授,博士生导师,陕西师范大学食品工程系,710062。

洗器(频率 60kHz,功率 200W)、KQ-200DE型数控超声波清洗器(频率 80kHz,功率 200W)、KQ-200VDE型三频数控超声波清洗器(频率 28/45/100kHz,功率 200W),均由昆山市超声仪器有限公司生产;JY98-3D型超声波细胞粉碎机(频率 20kHz,功率 200W)(宁波新芝生物科技股份有限公司);RE-52AA型旋转蒸发器(上海亚荣生化仪器厂);SHB-型循环水式多用真空泵(郑州长城科工贸有限公司);FW80型微型高速试样粉碎机(河北省黄骅市新兴电器厂);索氏提取器(天津玻璃仪器厂);JA1203型电子分析天平(上海精密科学天平厂)。

1.2 试验方法

1.2.1 苹果籽的处理及苹果籽油得率的计算 苹果籽破碎去壳,过 60目筛,制成苹果籽仁粉,低温避光保存。使用时,准确称取一定量的苹果籽粉,加入溶剂,用不同方法进行处理。提取完成后液体用慢速滤纸抽滤。旋转蒸发器(温度 45℃,真空度 0.07~0.08MPa,时间约 20min)减压回收溶剂,得到的苹果籽毛油在 60℃、真空度为 7.98kPa下干燥约 1h,除去油中残留的溶剂,直至前后两次重量差不超过 0.001g为止,得到苹果籽油。冷却、称重、计算得率,相同条件重复 3次,取平均值。苹果籽油得率(%) = $W_1/W \times 100 \times 70\%$,其中: W_1 —苹果籽仁油的质量(g); W —苹果籽仁粉末样品的质量(g); 70%—苹果籽含仁率。

1.2.2 索氏抽提法提取苹果籽油 参照中华人民共和国国家标准 GB/T5512-85。

1.2.3 超声波辅助提取苹果籽油 准确称取苹果籽仁粉 15g,放入具塞磨口圆底烧瓶中,加入提取溶剂至设定容量,将烧瓶放入超声波清洗器中,设置不

同的温度和时间进行超声波辅助处理。

2 结果与分析

2.1 索氏抽提法提取苹果籽油

依据本课题组前期的研究,选用石油醚(沸程 60~90℃)作为提取溶剂,采用索氏提取法测定苹果籽含油率,3次重复测定的含油率分别为 24.16%、23.85%和 24.44%,平均为 24.15%。

2.2 超声波辅助提取苹果籽油

2.2.1 单因素试验

(1)不同液料比对苹果籽油得率的影响。超声波频率为 40kHz,提取时间 10min,温度 25℃,设置液料比(石油醚体积与苹果籽仁粉质量之比)为 3、4、5、6、7、8、9mL/g,研究不同液料比对苹果籽油得率的影响(图 1)。由图 1知,液料比在 3~8时,苹果籽油得率随液料比的增加而增加。这是因为溶剂用量的增加会降低苹果籽仁粉的浓度,增加了苹果籽仁粉与溶剂接触面的浓度差,从而提高了油脂与溶剂的扩散速度,得率增大。当液料比从 7增加到 8时得率增加缓慢,仅增加 0.04%。液料比在 8~9时,得率随液料比的增加而略有下降。所以从提取效果,减少溶剂用量和降低浓缩负荷等方面综合考虑,选取液料比为 7。

(2)不同提取时间对苹果籽油得率的影响。超声波频率 40kHz,温度 25℃,液料比 7mL/g,设置提取时间分别为 10、20、30、40、50、60min,研究不同提取时间对苹果籽油得率的影响(图 2)。由图 2可知,当时间由 10min增加到 40min时,苹果籽油得率随时间的延长而增加,但在 30~60min时苹果籽油得率增长缓慢,趋于平衡,说明在 30min时提取过程已经达到动态平衡^[5]。因此从节约时间、能源角度考虑,选取提取时间为 30min。

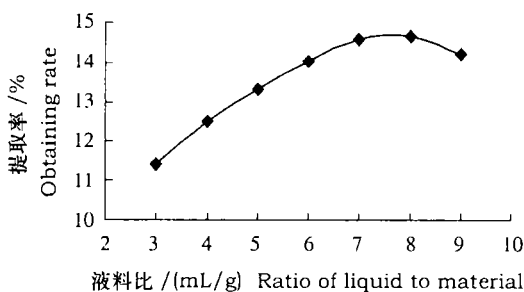


图 1 不同液料比对苹果籽油得率的影响

Fig 1 Effect of the ratio of liquid to material on obtaining rate

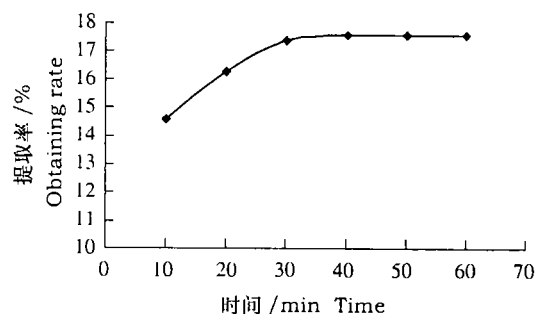


图 2 不同提取时间对苹果籽油得率的影响

Fig 2 Effect of different extracting time on obtaining rate

(3)不同温度对苹果籽油得率的影响。超声波频率为 40kHz,提取时间 30min,液料比为 7mL/g,设置提取温度为 30、35、40、45、50、55、60,研究不同提取温度对苹果籽油得率的影响。由图 3可知,苹果籽油得率随温度增加而缓慢增加。但是由于过高的温度对保持苹果籽油中不饱和脂肪酸的稳定性不利,因此综合考虑提取温度选择 45。

(4)不同超声波频率对苹果籽油得率的影响。提取时间 30min,温度为 45,液料比为 7mL/g,设置超声波频率 20、40、60、80、100kHz,研究超声波频率与苹果籽油得率的关系,试验结果见图 4。苹果籽油率在超声波频率为 60kHz时最高,然后随着超声波频率的升高而下降。这是因为对于特定的物质来说,超声波作用的效果取决于超声波频率和提取物的结构与性质,不同的提取物有不同的提取超声波频率^[6]。因此,本试验选用超声波频率 60kHz为最佳提取参数。

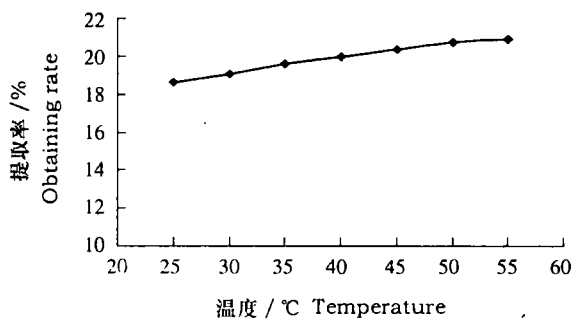


图 3 提取温度对苹果籽油得率的影响

Fig 3 Effect of extracting temperature on obtaining rate

2.2.2 二次回归正交旋转组合试验设计 根据以上单因素试验可知,每种单一因素达到一定程度时对苹果籽油得率的提高都有一定难度,必须综合考虑多个因素,确定出合理的水平,才能得到理想的得率。因此,采用二次回归正交旋转组合试验方法^[7,8]对提取苹果籽油的工艺条件进行优化。试验因子、水平及编码见表 1,试验方案及结果分析见表 2。

(1)二次回归方程的建立与检验。将试验数据输入计算机经 DPS统计软件处理,建立提取率与液料比、提取时间、提取温度、超声波频率四因子的数学回归模型为: $Y = 22.89833 + 0.45X_1 + 0.855X_2 + 0.395X_3 + 0.63417X_4 - 0.36667X_1^2 - 0.31667X_2^2 - 0.28042X_3^2 - 1.05292X_4^2 - 0.065X_1X_2 + 0.02625X_1X_3 + 0.1375X_1X_4 - 0.07625X_2X_3 - 0.2125X_2X_4 + 0.04125X_3X_4$ 。

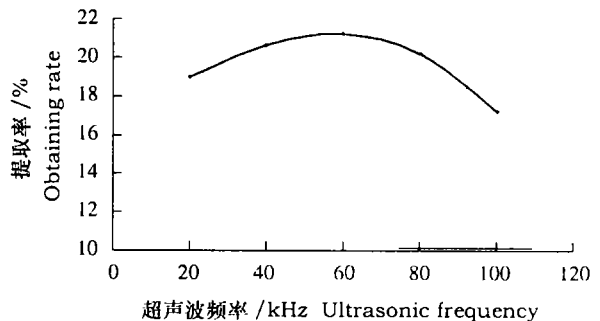


图 4 不同超声波频率对苹果籽油得率的影响

Fig 4 Effect of different ultrasonic frequency on obtaining rate

表 1 试验因素和水平

Table 1 Experimental factors and levels				
水平 Level	X ₁ 液料比 / (mL/g) Ratio of liquid to material	X ₂ 时间 / min Time	X ₃ 温度 / Temperature	X ₄ 超声波频率 / kHz Ultrasonic frequency
- 2	5	20	35	20
- 1	6	25	40	40
0	7	30	45	60
1	8	35	50	80
2	9	40	55	100

对回归方程的失拟性检验, $F_1 = 1.245 < F_{0.05}(10, 11) = 2.94$,说明失拟差异不显著,即回归方程对试验点拟合较好;对回归方程的显著性检验, $F_2 = 8.305 > F_{0.01}(14, 21) = 3.03$,说明回归是极显著的,即试验所选择的四个因素对苹果籽油的提取效果均有显著影响。由此可以认为上面给出的二次回归方程模型是合适的。

从各回归系数的显著水平 p 可以看出,液料比(X_1)、提取时间(X_2)、超声波频率(X_4)和它们的平方项(X_1^2 、 X_2^2 、 X_4^2)与温度(X_3)对苹果籽油提取的影响在 $\alpha = 0.05$ 水平显著。各个因素对苹果籽油提取效果的影响大小顺序为:提取时间 > 超声波频率 > 液料比 > 温度。剔除回归方程中 $\alpha = 0.05$ 水平上的不显著项,得到简化后的回归方程为: $Y =$

表 2 试验设计及结果

Table 2 Experimental design and results

处理 Treatment	试验组合 Experimental Scheme				得率 / % Obtaining rate	处理 Treatment	试验组合 Experimental Scheme				得率 / % Obtaining rate
	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄			X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	
1	1	1	1	1	23.54	19	0	-2	0	0	19.52
2	1	1	1	-1	20.88	20	0	2	0	0	24.04
3	1	1	-1	1	21.81	21	0	0	-2	0	21.01
4	1	1	-1	-1	20.55	22	0	0	2	0	22.84
5	1	-1	1	1	21.72	23	0	0	0	-2	18.50
6	1	-1	1	-1	19.59	24	0	0	0	2	19.17
7	1	-1	-1	1	21.12	25	0	0	0	0	21.93
8	1	-1	-1	-1	19.13	26	0	0	0	0	22.21
9	-1	1	1	1	21.74	27	0	0	0	0	22.83
10	-1	1	1	-1	21.09	28	0	0	0	0	22.25
11	-1	1	-1	1	21.63	29	0	0	0	0	23.88
12	-1	1	-1	-1	20.96	30	0	0	0	0	22.80
13	-1	-1	1	1	21.52	31	0	0	0	0	23.90
14	-1	-1	1	-1	19.49	32	0	0	0	0	22.63
15	-1	-1	-1	1	20.52	33	0	0	0	0	22.79
16	-1	-1	-1	-1	17.83	34	0	0	0	0	21.81
17	-2	0	0	0	19.82	35	0	0	0	0	23.91
18	2	0	0	0	23.34	36	0	0	0	0	23.84

22.89833 + 0.45X₁ + 0.855X₂ + 0.395X₃ + 0.63417X₄ - 0.36667X₁² - 0.31667X₂² - 1.05292X₄²。

(2)单因素效应分析。将得到的回归方程 4 个因素的 3 个固定为零水平,依次得到单个因素的数学模型液料比: $Y_1 = 22.89833 + 0.45X_1 - 0.36667X_1^2$, 提取时间: $Y_2 = 22.89833 + 0.855X_2 - 0.31667X_2^2$, 提取温度: $Y_3 = 22.89833 + 0.395X_3$, 超声波频率: $Y_4 = 22.89833 + 0.63417X_4 - 1.05292X_4^2$ 。

对上述 4 个方程分别作图(图 5)。由图 5 可知,液料比(X₁)对苹果籽油得率的影响先上升后略有下降;提取时间(X₂)对苹果籽油得率的影响先上升后趋于平衡;温度(X₃)对苹果籽油得率的影响呈缓慢上升趋势;超声波频率(X₄)对苹果籽油得率

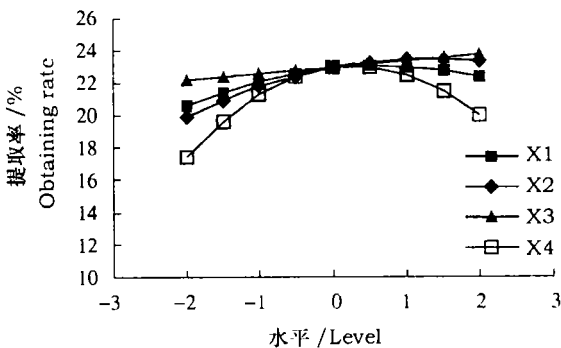


图 5 单因子效应分析图

Fig 3 Effects of single factors

的影响呈先上升后下降的趋势。图 5 中各个因素的变化趋势与前面的单因素试验结果吻合。

(3)提取工艺的最佳参数组合。通过电脑模拟寻优得出苹果籽油得率最高的优化组合为 X₁ = 1, X₂ = 1, X₃ = -2, X₄ = 0。即超声波提取苹果籽油的最佳方案为液料比 8 (mL/g), 时间 35min, 温度 35, 超声波频率 60kHz, 此时得率 Y_{max} = 24.31%。通过在最佳条件下进行提取实际检验, 得率 = 23.94%, 与预测值相差 0.37%。

3 结论

本试验得出, 超声波辅助提取苹果籽油提取条件的优化回归数学模型是: $Y = 22.89833 + 0.45X_1 + 0.855X_2 + 0.395X_3 + 0.63417X_4 - 0.36667X_1^2 - 0.31667X_2^2 - 1.05292X_4^2$, 此模型在本试验范围内能较准确预测苹果籽油的得油率。

通过方差分析可知在本试验范围内, 各因素对得油率作用大小依次为: 提取时间 > 超声波频率 > 液料比 > 温度。超声波提取苹果籽油的最佳方案为液料比 (mL/g) 8, 时间 35min, 温度 35, 超声波频率 60kHz, 此时苹果籽油得率最高, 可达到 23.94%。而采用索氏提取法提取, 苹果籽含油率为 24.15%, 说明超声波法能较完全地提取苹果籽油。

参考文献:

- [1] 李林强,李建科,刘迎利. 超声波处理提取华山松籽油的研究 [J]. 西北农林科技大学学报, 2003, 31 (5): 115—117.
- [2] 于修焯. 苹果籽及苹果籽油特性研究 [D]. 西北农林科技大学, 2004届硕士学位研究生学位论文.
- [3] ZHANG Ying, WANG Zhen - yu, CHEN Xiao - qiang. Ultrasound - associated extraction of seed oil of Korean pine [J]. Journal of Forestry Research, 2005, 16 (2): 140—142.
- [4] Li Haizhou, Lester Pordesimo, Jochen Weiss. High intensity ultrasound - assisted extraction of oil from soybeans [J]. Food Research International, 2004, 37: 731—738.
- [5] 刘魁英. 食品研究与数据分析 [M]. 北京:中国轻工业出版社, 2000.
- [6] 袁志发,周静芋. 试验设计与分析 [M]. 北京:高等教育出版社, 2000.

www.cnki.net