



引用格式:肖旭华,汪薇,杨宏. 超声波辅助水酶法提取芝麻油的工艺优化研究[J]. 轻工学报,2018,33(5):30-36.

中图分类号:TS224.2 文献标识码:A

DOI:10.3969/j.issn.2096-1553.2018.05.004

文章编号:2096-1553(2018)05-0030-07

超声波辅助水酶法提取芝麻油的工艺优化研究

Process optimization of ultrasonic-assisted aqueous enzymatic extraction of sesame oil

肖旭华¹,汪薇²,杨宏³

XIAO Xuhua¹, WANG Wei², YANG Hong³

- 1. 金昌市食品检验检测中心,甘肃 金昌 737100;
- 2. 湖北省食品质量与安全监督检验研究院,湖北 武汉 430079;
- 3. 华中农业大学 食品科技学院,湖北 武汉 430070
- 1. *Jinchang Center for Food Control, Jinchang 737100, China;*
- 2. *Hubei Provincial Institute for Food Supervision and Test, Wuhan 430079, China;*
- 3. *College of Food Science & Technology, Huazhong Agricultural University, Wuhan 430070, China*

关键词:

芝麻油;水酶法提取;
超声波提取;工艺优化

Key words:

sesame oil;
aqueous enzymatic
extraction;
ultrasonic extraction;
process optimization

摘要:以芝麻为原料,采用超声波辅助水酶法提取芝麻油,研究了超声处理条件(处理时间和处理温度)和酶解条件(料液比、酸性蛋白酶质量分数、酶解pH值、酶解温度和酶解时间)对芝麻油得率的影响。结果表明,提取芝麻油的最优工艺条件为:超声处理时间为15 min,超声处理温度为50℃;料液比为1:10,酸性蛋白酶质量分数为0.16%,酶解pH值为3.0,酶解温度为45℃,酶解时间为5 h。在此条件下进行芝麻油提取验证试验,芝麻油得率可达43.28%,所得芝麻油的油质好且污染少。这表明用超声波辅助水酶法工艺提取芝麻油具有可行性,且优于许多传统方法。

收稿日期:2018-07-04

基金项目:“十二五”科技支撑计划项目(2012BAD27B03)

作者简介:肖旭华(1989—),女,湖南省娄底市人,金昌市食品检验检测中心助理工程师,主要研究方向为食品检测和食品安全。

通信作者:汪薇(1989—),女,湖北省武汉市人,湖北省食品质量与安全监督检验研究院工程师,博士,主要研究方向为农产品加工与贮藏、食品有害物质筛查。

Abstract: The sesame was used as raw material to extract sesame oil by ultrasonic-assisted aqueous enzymatic method. The effects of ultrasonic treatment conditions (treatment time and treatment temperature) and enzymatic hydrolysis conditions (material-to-liquid ratio, acid protease mass fraction, enzymatic hydrolysis pH, temperature and time) on sesame oil yield were discussed. The results showed that the optimal extraction conditions for sesame oil were as follows: ultrasonic treatment time was 15 min, ultrasonic treatment temperature was 50 °C; material-to-liquid ratio was 1 : 10, acid protease mass fraction was 0.16%, enzymatic hydrolysis pH was 3.0, hydrolysis temperature was 45 °C, hydrolysis time was 5 h. The sesame oil extraction verification test was carried out under these conditions, the yield of sesame oil could reach 43.28%, and the obtained sesame oil had good oil quality and less pollution, which indicated that it was feasible to extract sesame oil by ultrasonic-assisted aqueous enzymatic extraction and superior to many conventional methods.

0 引言

芝麻,属胡麻科胡麻属植物.我国芝麻产量约占世界芝麻总产量的34%,素有“芝麻王国”之称^[1].作为我国四大食用油料作物之一,芝麻种子含油量高达46%~62%,且芝麻油的消化吸收率高,含有大量人体必需的脂肪酸^[2],包括油酸、亚油酸、棕榈酸、硬脂酸、花生酸和微量的亚麻酸,此外,芝麻油还含有木脂素类和生育酚类这两大类抗氧化物质.因此,芝麻油是一种品质好、营养价值高的优良食用油,经常食用可改善人体血液循环,延缓衰老^[3].

目前,芝麻油的主要提取工艺有水代法、压榨法和浸出法等.其中,水代法是我国芝麻油提取的传统方法,但由于生产规模小,资源得不到合理利用,无法实现连续化生产;使用压榨法进行芝麻油的提取,存在产量低、操作麻烦、饼中残油偏高等问题;浸出法较压榨法提油率有了大幅提高,但整个工艺过程需使用有机化学试剂,使油料作物中蛋白质的含量和品质均受到不同程度的破坏,从而影响蛋白质的功能特性,并且溶剂用量大,易造成环境污染^[4-7].

水酶法是近年来受广泛关注的一种油脂提取新工艺,它是以机械和酶解为手段,通过破坏植物细胞壁,使油脂得以释放,具有出油率高、毛油质量好、色泽浅、能耗低、不易造成环境污

染等优点^[8-11].超声波作为一种高频机械振荡波,在物料局部区域中可迅速交替压缩和膨胀,对物料施加张力和压溃作用,产生空化效应;同时,超声波的机械振动、增溶效应等作用也可促进物料中有效成分的溶出,利于油料中油脂的提取;并且,超声波还具有成本低、设备简单、操作容易等优点^[12-14].目前,水酶法提取茶叶籽、葵花籽、松仁、油菜籽等油料作物中油脂的研究已有较深入的报道^[15-19],如王维茜等^[19]研究发现,采用水酶法优化提取芝麻油,其最佳工艺条件为酶解温度为55 °C,液料比为5:1,酶解时间为120 min,pH值为8.5,在此条件下,芝麻油得率可达69.33%.超声波辅助水酶法处理条件温和,设备简单,生产安全,能耗少,油脂得率高,油质好,污染少,同时,获得的油脂无需进行脱胶,与传统油脂提取方法相比具有很大的优越性.采用超声波辅助水酶法提取油脂的研究可见少量报道^[20-22],如张伟光等^[22]采用超声辅助水酶法提取冬瓜籽油,得出最佳提取工艺条件为颗粒粒度为60目,液料比为7:1,酶质量分数为2.0%,pH值为8.0,酶解温度为55 °C,超声时间为20 min,超声功率为150 W,超声温度为50 °C,在此条件下,冬瓜籽油提取率为82.55%.然而,采用超声波辅助水酶法提取芝麻油鲜有报道.

本文以芝麻为原料,在前期试验的基础上,采用超声波辅助水酶法提取芝麻油,对超声处

理条件(处理时间和处理温度)和酶解条件(料液比、酸性蛋白酶质量分数、酶解 pH 值、酶解温度和酶解时间)进行优化研究,以探索芝麻油提取的新途径。

1 材料与方法

1.1 原料与试剂

实验原料:芝麻(含油量为 52.37%),购买于华中农业大学教育超市。

主要试剂:酸性蛋白酶(50 000 U/g),食品级,无锡雪梅酶制剂科技有限公司产;柠檬酸, Na_2HPO_3 , NaOH, 石油醚,均为分析纯,国药集团化学试剂有限公司产。

1.2 仪器与设备

CDE-220E2 型多功能食品处理机,佛山市顺德区欧科电器有限公司产;AEL-200 电子分析天平,湘仪天平仪器设备有限公司产;YXQ-SG46-280S 型手提式压力蒸汽灭菌锅,上海博迅实业有限公司医疗设备厂产;KQ-250E 型超声波清洗器,昆山市超声波仪器制造厂产;PHS-25 型数字式 pH 计,上海日岛科学仪器有限公司产;HHS 型精密恒温水浴锅,江苏金坛市医疗仪器厂产;LXJ-IIB 型飞鸽牌离心机,上海安亭科学仪器厂产;GZX-9246MBE 型数显热鼓风干燥箱,上海博迅实业有限公司医疗设备厂产。

1.3 实验方法

1.3.1 芝麻油提取工艺流程 芝麻→烘干→粉碎→过 60 目筛→加水调节料液比→蒸汽预处理(0.05~0.1 MPa 下蒸煮 20 min)→冷却→超声波处理→调 pH 值→酶解反应→灭酶(95 ℃ 水浴加热 10 min)→第一次离心分离(4000 r/min, 15 min)→收集上层毛油,弃去乳状液,水洗残渣→第二次离心分离(4000 r/min, 15 min)→收集上层油→将两次离心收集的油合并,得毛油。

1.3.2 芝麻油得率计算

$$\text{芝麻油得率} = \frac{\text{芝麻油的质量}}{\text{芝麻粉的原料质量}} \times 100\%$$

1.3.3 单因素试验设计 以芝麻油得率为指标,分别探讨不同超声处理时间(5 min, 10 min, 15 min, 20 min, 25 min)、不同超声处理温度(40 ℃, 45 ℃, 50 ℃, 55 ℃, 60 ℃)、不同料液比(1:6, 1:7, 1:8, 1:9, 1:10)、不同酸性蛋白酶质量分数(0.04%, 0.08%, 0.12%, 0.16%, 0.20%)、不同酶解 pH 值(2.0, 2.5, 3.0, 3.5, 4.0)、不同酶解温度(35 ℃, 40 ℃, 45 ℃, 50 ℃, 55 ℃)和不同酶解时间(2 h, 3 h, 4 h, 5 h, 6 h)对芝麻油得率的影响,并确定最优的芝麻油提取单因素条件。

1.3.4 正交试验设计 在单因素试验的基础上,以芝麻油得率为评价指标,选取料液比(A)、酸性蛋白酶质量分数(B)、酶解温度(C)和酶解时间(D)为影响因素,设计四因素三水平 $L_9(3^4)$ 正交试验,以优化超声波辅助水酶法提取芝麻油的工艺条件。表 1 为正交试验因素水平表。

表 1 正交试验因素水平表

Table 1 Orthogonal experimental factor level table

水平	因素			
	A	B/%	C/℃	D/h
1	1:8	0.12	40	4
2	1:9	0.16	45	5
3	1:10	0.20	50	6

1.4 数据分析

所有试验均重复 3 次,结果取平均值。应用 SAS 9.0 软件和 GraphPad Prism 5 对试验数据进行分析 and 绘图。单因素试验采用 Duncan 多重比较分析法,正交试验采用最小显著极差法进行各数据之间的显著性对比,当 $P < 0.05$ 时,为差异显著。

2 结果与分析

2.1 超声处理条件对芝麻油得率的影响

2.1.1 超声处理时间对芝麻油得率的影响

在前期试验的基础上,设定超声处理功率为 400 W,超声处理温度为 50 ℃,料液比为 1:9,酶解 pH 值为 3.0,酸性蛋白酶质量分数为 0.16%,酶解温度为 45 ℃,酶解时间为 3 h,在此条件下考察超声处理时间对芝麻油得率的影响,结果如图 1 所示。

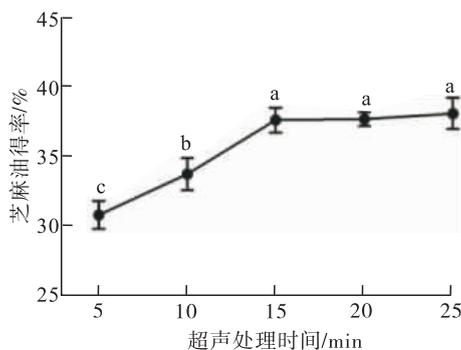


图 1 超声处理时间对芝麻油得率的影响

Fig. 1 Effects of ultrasonic treatment time on the yield of sesame oil

由图 1 可知,芝麻油得率随超声时间的延长而升高,超声处理 15 min 后渐趋稳定.这可能是由于在开始的时间段内,超声波对细胞膜的破碎作用比较大,溶出物多,使得芝麻油得率不断升高^[16];当溶解度达到饱和后,有效成分不再被溶出,再延长超声时间对提高提取率意义不大.因此,最适超声处理时间为 15 min.

2.1.2 超声处理温度对芝麻油得率的影响

设定超声功率为 400 W,超声波处理时间为 15 min,料液比为 1:9,酶解 pH 值为 3.0,酸性蛋白酶质量分数为 0.16%,酶解温度为 45 ℃,酶解时间为 3 h,在此条件下考察超声处理温度对芝麻油得率的影响,结果如图 2 所示。

由图 2 可知,当超声温度低于 45 ℃时,芝麻油得率较低.当超声温度从 45 ℃升高到

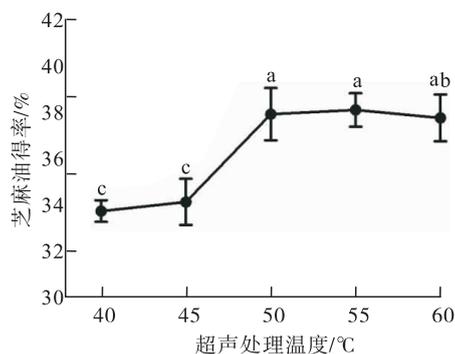


图 2 超声处理温度对芝麻油得率的影响

Fig. 2 Effects of ultrasonic treatment temperature on the yield of sesame oil

50 ℃时,芝麻油得率随着温度的升高显著提高,表明此超声温度段有利于芝麻油的提取.当超声温度超过 50 ℃时,芝麻油得率提高缓慢,甚至略有下降,这可能是因为超声温度低于 50 ℃时,分子扩散运动小,物料的空化作用不够完全,得率较低^[11],但温度过高又会引起蛋白质变性,造成溶解度降低,从而阻碍油脂的溢出^[17].因此,最适超声处理温度为 50 ℃.

2.2 酶解条件对芝麻油得率的影响

2.2.1 料液比对芝麻油得率的影响

设定超声处理时间为 15 min,超声处理温度为 50 ℃,酸性蛋白酶质量分数为 0.16%,酶解 pH 值为 3.0,酶解温度为 45 ℃,酶解时间为 3 h,在此条件下考察料液比对芝麻油得率的影响,结果如图 3 所示。

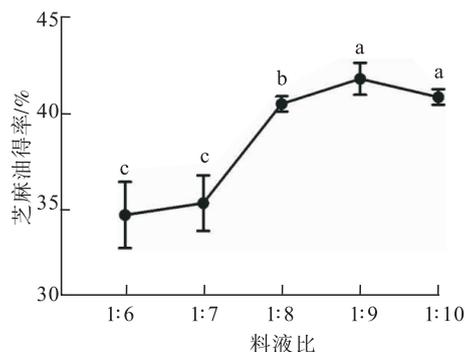


图 3 料液比对芝麻油得率的影响

Fig. 3 Effects of material-to-liquid ratio on the yield of sesame oil

由图3可知,当料液比小于1:9时,芝麻油得率随着料液比的增加快速上升,并在料液比为1:9时达到最大值,这可能是由于酶解时加入的水有利于酶和芝麻粉末的充分接触,利于酶解的进行.当料液比大于1:9时,芝麻油得率反而有所下降,原因可能是加水量过多降低了酶与芝麻粉末的浓度,进而降低了蛋白酶分子与底物分子的碰撞几率,使得反应速率降低,从而使酶作用效果下降^[9].因此,最适料液比为1:9.

2.2.2 酸性蛋白酶质量分数对芝麻油得率的影响 设定超声处理时间为15 min,超声处理温度为50℃,料液比为1:9,酶解pH值为3.0,酶解温度为45℃,酶解时间为3 h,在此条件下考察酸性蛋白酶质量分数对芝麻油得率的影响,结果如图4所示.

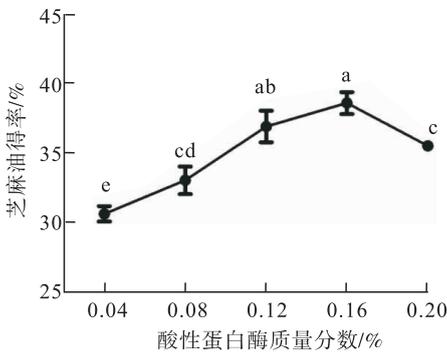


图4 酸性蛋白酶质量分数对芝麻油得率的影响
Fig. 4 Effects of acid protease mass fraction on the yield of sesame oil

由图4可知,随着酸性蛋白酶质量分数的增加,芝麻油得率呈现先升高后下降的趋势,当酸性蛋白酶质量分数为0.16%时达最大值,当酸性蛋白酶质量分数超过0.16%时,芝麻油得率反而下降,这可能是由于反应底物已饱和,过多的酶引起无效的结合而减弱了酶解效果.因此,最适酸性蛋白酶质量分数为0.16%.

2.2.3 酶解 pH 值对芝麻油得率的影响 设定超声处理时间为15 min,超声处理温度为

50℃,料液比为1:9,酸性蛋白酶质量分数为0.16%,酶解温度为45℃,酶解时间为3 h,在此条件下考察酶解pH值对芝麻油得率的影响,结果如图5所示.

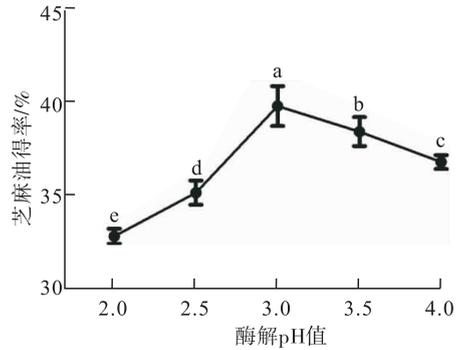


图5 酶解 pH 值对芝麻油得率的影响
Fig. 5 Effects of enzymatic hydrolysis pH value on the yield of sesame oil

由图5可知,芝麻油得率随着酶解pH值的升高显著提升,在pH值为3.0时达到最大值.但当pH值超过3.0时,芝麻油得率随pH值的升高而下降,这可能与酸性蛋白酶的最适酶解pH值有关,酸性蛋白酶的适宜酶解pH值为2.5~4.0,当酶解pH值偏离其最适pH值时,不利于酸性蛋白酶作用,也不利于芝麻油的提取.因此,最适酶解pH值为3.0.

2.2.4 酶解温度对芝麻油得率的影响 设定超声处理时间为15 min,超声处理温度为50℃,料液比为1:9,酸性蛋白酶质量分数为0.16%,酶解pH值为3.0,酶解时间为3 h,在此条件下考察酶解温度对芝麻油得率的影响,结果如图6所示.

由图6可知,随着酶解温度升高,芝麻油得率不断上升,在45℃时达到最大值,超过45℃时,芝麻油得率随着温度的升高而迅速下降.在一定温度范围内,酶解反应随温度升高而加快,但当温度升高至一定程度时,酶发生了变性,其活性中心结构被破坏,会部分甚至完全丧失其催化活性,从而降低酶解反应速度^[18].综合考

考虑酸性蛋白酶的最适酶解温度范围(40 ~ 50 ℃),选择45 ℃为最适酶解温度。

2.2.5 酶解时间对芝麻油得率的影响 设定超声处理时间为15 min,超声处理温度为50 ℃,料液比为1:9,酸性蛋白酶质量分数为0.16%,酶解pH值为3.0,酶解温度为45 ℃,在此条件下考察酶解时间对芝麻油得率的影响,结果如图7所示。

由图7可知,随着酶解时间的延长,芝麻油得率不断上升,但当酶解时间超过4 h时,芝麻油得率增幅变小,这可能是由于底物减少,且所释放的油脂对酶解反应的抑制作用增强,油脂的释放不再进一步增加,芝麻油得率趋于稳定,并且酶解时间过长还会影响油的色泽和品质。因此,选择4 h为最适酶解时间。

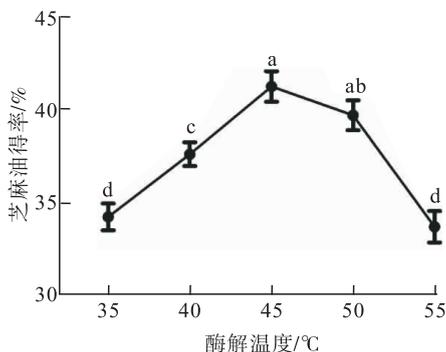


图6 酶解温度对芝麻油得率的影响

Fig. 6 Effects of enzymatic hydrolysis temperature on the yield of sesame oil

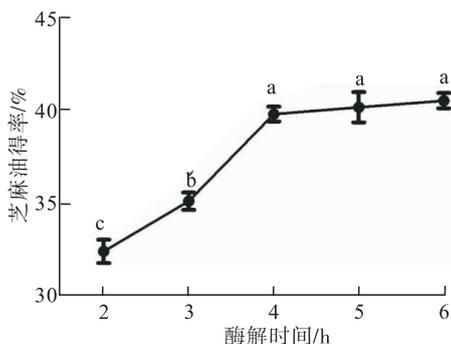


图7 酶解时间对芝麻油得率的影响

Fig. 7 Effects of enzymtic hydrolysis time on the yield of sesame oil

2.3 芝麻油提取工艺条件正交试验优化结果

芝麻油提取工艺条件的正交试验设计方案与结果见表2。

表2 正交试验设计方案与结果

Table 2 Design scheme and results of orthogonal experiment

试验号	A	B	C	D	芝麻油得率/%
1	1	1	1	1	36.63
2	1	2	2	2	40.59
3	1	3	3	3	35.52
4	2	1	2	3	40.75
5	2	2	3	1	42.28
6	2	3	1	2	38.94
7	3	1	3	2	42.96
8	3	2	1	3	39.22
9	3	3	2	1	41.61
K_1	37.58	40.11	38.26	40.17	
K_2	40.66	40.70	40.98	40.83	
K_3	41.26	38.69	40.25	38.50	
R	3.68	2.01	2.72	2.33	

由表2可知,各因素对芝麻油得率影响的主次顺序为料液比>酶解时间>酶解温度>酸性蛋白酶质量分数,最优组合为 $A_3B_1C_3D_2$,即优化后的芝麻油提取工艺条件为:料液比为1:10,酸性蛋白酶质量分数为0.16%,酶解时间为5 h,酶解温度为45 ℃.在此条件下进行验证试验,芝麻油得率为43.28%.虽然本研究提取工艺所得的芝麻油得率不及个别已有研究的芝麻油得率高,如王维茜等^[19]采用水酶法优化提取芝麻油,其芝麻油得率可达69.33%,但本研究所得芝麻油的油质好且污染少:颜色金黄,色泽清亮,带有浓厚的芝麻香味,油脂液体中仅含有少量的胶状物。

3 结论

本文以芝麻为原料,采用单因素试验结合正交试验,确定了超声波辅助水酶法提取芝麻油的最佳工艺条件为:超声处理时间为15 min,超声处理温度为50 ℃,料液比为1:10,酸性

蛋白酶质量分数为0.16%,酶解pH值为3.0,酶解温度为45℃,酶解时间为6h.在此条件下进行芝麻油提取验证试验,芝麻油得率为43.28%.并且,该条件下所得芝麻油的油质好且污染少;颜色金黄,色泽清亮,带有浓厚的芝麻香味,油脂液体中仅含有少量的胶状物.

本研究成果为芝麻油的提取探索了一条新的途径,可为改进油料作物油脂提取工艺提供技术参考.然而,目前对于超声波辅助水酶法技术在提取芝麻油方面的研究仍处于探索阶段,水酶法用水量大、酶成本高和尚需制定水酶法产品标准等问题亟待解决.如何解决水和酶的循环使用,以及如何将超声波辅助水酶法技术应用于大规模的产业化生产是今后需继续深入探索的方向.

参考文献:

- [1] 李娜. 芝麻的营养成分与食疗保健作用[J]. 中国食物与营养,2008(5):55.
- [2] GB 8233—2008,芝麻油[S]. 北京:中国标准出版社,2008.
- [3] 芝麻研究室. 芝麻的营养保健价值及综合利用[J]. 现代农业科技,2009(5):286.
- [4] 刘玉兰,陈刘杨,汪学德,等. 芝麻品种和制油工艺对芝麻油品质的影响[J]. 油脂加工,2010,35(2):6.
- [5] 杜仲,辅徐英. 芝麻油制取新工艺研究及在化妆品中开发应用[J]. 粮油加工,2006(12):21.
- [6] 魏东,窦福良. 低温压榨芝麻油的工艺研究[J]. 食品科学,2010,31(22):260.
- [7] 张雅娜,王辰,刘丽美,等. 芝麻油提取方法研究进展[J]. 中国食物与营养,2017,23(10):42.
- [8] LATIF S, ANWAR F. Aqueous enzymatic sesame oil and protein extraction[J]. Food Chemistry,2011,125(2):679.
- [9] 宋玉卿,于殿宇,王瑾,等. 水酶法提取榛子油工艺条件研究[J]. 食品科学,2008,29(8):261.
- [10] 王瑛瑶,贾照宝,张霜玉. 水酶法提油技术的应用进展[J]. 中国油脂,2008,33(7):24.
- [11] 冷玉娴,许时婴,王璋,等. 水酶法提取葵花籽油的工艺[J]. 食品与发酵工业,2006,32(10):127.
- [12] 米宏伟,唐传核,杨晓泉,等. 超声波协助提取荞麦蛋白的研究[J]. 食品工业,2005(4):38.
- [13] 吴素萍. 超声辅助酶法提取燕麦蛋白的研究[J]. 粮食与饲料工业,2007(9):22.
- [14] 赵玉红,李莉. 超声波辅助提取松仁蛋白的工艺研究[J]. 中国林副特产,2008(1):6.
- [15] 王敬敬,麻成金,黄伟,等. 水酶法提取茶叶籽油工艺条件研究[J]. 中国食物与营养,2010(6):49.
- [16] SAJID L, FAROOQ A. Effect of aqueous enzymatic processes on sunflower oil quality [J]. Journal of the American Oil Chemists Society, 2009, 86(4):393.
- [17] LI Y, JIANG L Z, SUI X N, et al. Optimization of the aqueous enzymatic extraction of pine kernel oil by response surface methodology [J]. Procedia Engineering,2011(15):4641.
- [18] 刘志强,令玉林,曾云龙,等. 水相酶解法提取菜籽油与菜籽蛋白工艺的优化[J]. 农业工程学报,2004,20(3):163.
- [19] 王维茜,邓洁红,刘永红,等. 水酶法提取芝麻油的工艺研究[J]. 粮食与油脂,2015,28(8):28.
- [20] 杨柳,江连洲,李杨. 超声波辅助水酶法提取大豆油的研究[J]. 中国油脂,2009,34(12):10.
- [21] 王小英,曹安银. 超声波协同水酶法提取小麦胚芽油的研究[J]. 中国油脂,2008,33(4):16.
- [22] 张伟光,邸凯,赵国君. 超声辅助水酶法提取冬瓜籽油的工艺研究[J]. 中国油脂,2017,42(11):12.