

丰年虫油的超声波辅助提取工艺

王 欣, 张建新*, 黄晓燕, 彭鑫华, 聂 路

(西北农林科技大学食品科学与工程学院, 陕西 杨凌 712100)

摘 要: 以丰年虫为原料, 利用超声波辅助法进行提取, 筛选提取丰年虫油的最佳溶剂, 选择超声波功率、料液比、提取时间和提取温度 4 个因素进行单因素试验, 并在此基础上进行 $L_{27}(3^3)$ 正交试验。结果表明: 超声波辅助提取丰年虫油的理想溶剂为乙酸乙酯, 最佳工艺条件为超声波功率 150W、料液比 1:10(g/mL)、提取时间 40min、提取温度 60℃, 在该条件下丰年虫的出油率可达 84.83%。超声波辅助提取与溶剂法相比, 有提取时间短、油脂品质较好等优点。

关键词: 丰年虫油; 超声波辅助提取; 理化特性

Ultrasonic-Assisted Extraction of *Chirocephalus diaphanous* Oil and Its Physico-chemical Properties

WANG Xin, ZHANG Jian-xin*, HUANG Xiao-yan, PENG Xin-hua, NIE Lu

(College of Food Science and Engineering, Northwest A & F University, Yangling 712100, China)

Abstract: This paper reports the optimization of process conditions for the ultrasonic-assisted extraction of oil from *Chirocephalus diaphanous* by one-factor-at-a-time and orthogonal array design methods. Ethyl acetate was found to be the most suitable solvent for *Chirocephalus diaphanous* oil among 5 solvents under investigation. The optimal extraction conditions were determined as 150 W of ultrasonic power, 1:10 of material/liquid ratio (g/mL), 40 min of extraction time, and 60 °C of extraction temperature. Under these conditions, the oil yield was 84.83%. The ultrasonic-assisted extraction method had the advantages of time-saving extraction and better oil quality over the traditional solvent extraction method.

Key words: *Chirocephalus diaphanous* oil; ultrasonic-assisted extraction; physico-chemical properties

中图分类号: TS222.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2012)08-0121-05

丰年虫(*Chirocephalus diaphanous*), 英文名为 fairy shrimp, 亦称仙女虾、卤虫, 分类上属节肢动物门(Arthropoda)、无甲目(Anostraca)、盐水丰年虫科(Branchinectidae), 是一种重要的饵料生物。它是一种世界性分布广泛耐高盐的小型甲壳动物, 粗脂肪含量比较高, 其中多聚不饱和脂肪酸含量丰富^[1]。目前, 有关丰年虫的研究多集中在养殖技术和饲料应用等方面, 超声波辅助提取油脂中的研究日渐增多^[2], 已经涉及到大豆^[3]、核桃仁^[4]、牡丹籽^[5]、苹果籽^[6]和百合果核^[7]等多种植物籽仁油脂的提取, 但对动物油脂的提取却报道甚少。本研究采用超声波辅助提取丰年虫油脂, 并优化提取工艺条件和测定丰年虫油的特性, 为丰年虫油脂开发利用提供依据。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂与仪器

丰年虫 定边县华威生物科技有限公司。

丙酮、正己烷、石油醚(30~60℃)、石油醚(60~90℃)、乙酸乙酯、盐酸、硅藻土均为分析纯。

SHB-3 型循环水真空泵 郑州长城有限公司; RE-5220D 型旋转蒸发仪 上海长城仪表厂; SO-260 型多功能破碎机 广东省顺德市嘉壕实业有限公司; ZK-16 型真空干燥箱 大连第四仪表厂; KQ-250DB 型数控超声波清洗器 昆山市超声波仪器有限公司。

1.2 方法

1.2.1 丰年虫油超声波辅助浸提工艺流程

收稿日期: 2011-03-19

作者简介: 王欣(1986—), 女, 硕士研究生, 主要从事食品营养与安全研究。E-mail: wangxin_86@126.com

* 通信作者: 张建新(1959—), 男, 教授, 硕士, 主要从事食品营养安全与标准化研究。E-mail: zhangjx59@foxmail.com

丰年虫幼虫→烘干、除杂→粉碎→超声波辅助提取→抽滤→混合油→旋转蒸发→干燥→丰年虫油

↓

脱脂虫粉→酶解→酶解液→喷雾干燥→丰年虫蛋白粉

1.2.2 出油率测定

称取 5.000g 丰年虫粉放入锥形瓶中, 加入一定体积的溶剂, 封口, 进行超声波辅助提取, 提取结束后, 采用真空抽滤的方法将混合物与残渣分离, 将滤液进行旋转蒸发, 得到的丰年虫毛油干燥至质量恒定后称量并计算出油率。

$$\text{出油率} / \% = \frac{m}{M \times C} \times 100$$

式中: m 为提取的丰年虫油质量 /g; M 为丰年虫粉质量 /g; C 为丰年虫中粗脂肪的含量 12.377% (参照 GB/T 6433—2006《饲料中粗脂肪的测定》^[8]测得)。

1.2.3 单因素试验考察

提取溶剂的选择: 选取石油醚(30~60℃)、石油醚(60~90℃)、丙酮、正己烷、乙酸乙酯 5 种试剂为提取溶剂, 通过比较这 5 种溶剂的出油率, 确定理想的提取丰年虫油的溶剂。

超声波功率、料液比、提取时间及提取温度对出油率的影响: 提取时间 30min、提取温度 50℃、料液比 1:10(g/mL)、超声功率 125W 基本条件下研究某一因素。各因素水平设置为: 超声功率 100、125、150、175、200W; 料液比 1:5、1:8、1:10、1:12、1:15(g/mL); 超声时间 10、20、30、40、50min; 提取温度 30、40、50、60、70℃; 不同因素对丰年虫油出率的影响, 每组试验重复 3 次, 取平均值。

1.2.4 正交试验考察

在单因素试验基础上, 选取料液比、提取时间、提取温度和超声功率为试验因素, 以出油率为指标, 采用 $L_{27}(3^3)$ 正交试验优化超声波法提取丰年虫油的条件(表 1)。

表 1 超声波法提取丰年虫油工艺优化正交试验因素水平

Table 1 Factors and levels of orthogonal array design

水平	因素			
	A 超声波功率/W	B 料液比(g/mL)	C 提取时间/min	D 提取温度/℃
1	100	1:8	20	40
2	125	1:10	30	50
3	150	1:12	40	60

1.2.5 指标测定

过氧化值: GB/T 5538—2005《动植物油脂: 过

氧化值测定》^[9]; 酸值: GB/T 5530—2005《动植物油脂: 酸值和酸度测定》^[10]; 皂化值: GB/T 5534—2008《动植物油脂: 皂化值的测定》^[11]; 碘值: GB/T 5532—2008《动植物油脂: 碘值的测定》^[12]。

2 结果与分析

2.1 提取工艺条件对丰年虫出油率影响的单因素试验

2.1.1 提取溶剂的选择

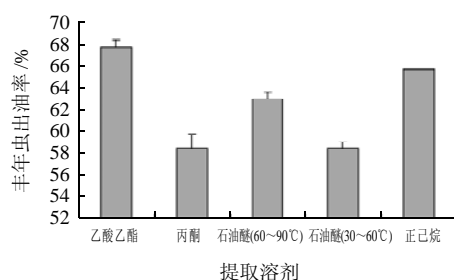


图 1 几种不同溶剂的出油率

Fig.1 Oil extraction rates obtained with different solvents

由图 1 可知, 油脂提取的理想溶剂应具备: 对油脂的溶解性好且具有选择性, 物理、化学性质较为稳定, 无腐蚀性和毒性, 价格低廉等特点^[13]。本实验选用的石油醚(30~60℃)、石油醚(60~90℃)、丙酮、正己烷、乙酸乙酯提取丰年虫油, 结果表明, 乙酸乙酯和正己烷提取丰年虫油的得率最高, 均高于石油醚(30~60℃)、石油醚(60~90℃)、丙酮, 且石油醚提取所得的丰年虫油颜色较深, 而乙酸乙酯提取的油脂颜色较浅, 综合考虑提取效果和提取溶剂的价格因素, 选取乙酸乙酯为最佳提取溶剂。

2.1.2 超声功率对出油率的影响

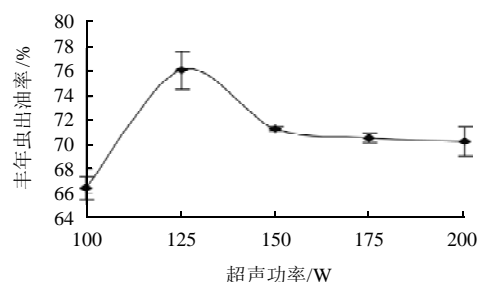


图 2 超声功率对出油率的影响

Fig.2 Relationship between oil extraction rate and ultrasonic power

由图 2 可知, 在超声功率小于 125W 时, 出油率随着超声功率的上升而提高, 当超声功率大于 125W 时, 出油率随着功率的上升而下降。这是由于随着超声功率的增大, 空化和机械作用越强烈, 扩散速率也随之增

大, 油脂溶出速率就越快^[14]。但超声波的作用效果也取决于提取物的结构和性质, 所以超声功率过大可能会导致丰年虫油脂发生变化, 从而减小出油率, 所以试验选定超声功率为 125W。

2.1.3 料液比对出油率的影响

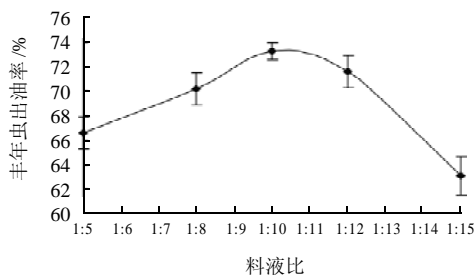


图3 料液比对出油率的影响

Fig.3 Relationship between oil extraction rate and solid/liquid ratio

从图3可知, 随着料液比的减小, 出油率在开始时明显增高, 但当料液比小于 1:10 时, 随着料液比的减小, 出油率开始下降。对于一定量的虫粉来说, 料液比的减小, 会降低溶液中丰年虫油的浓度, 增加了虫粉与溶剂接触面的浓度差, 从而提高了扩散速率, 在一定程度上增大了提取率。但当溶剂用量减小到一定程度后, 浓度差逐渐降低, 虫粉中的油脂绝大部分已经被溶解出来, 过多的使用提取溶剂反而会使虫粉的出油率下降^[15], 所以选定 1:10 为最佳料液比。

2.1.4 提取时间对出油率的影响

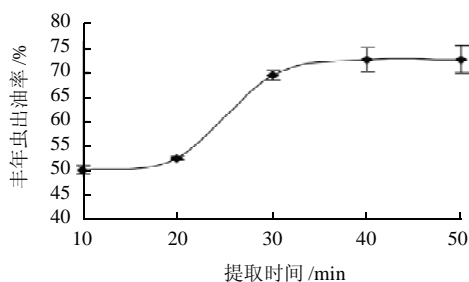


图4 提取时间对出油率的影响

Fig.4 Relationship between oil extraction rate and extraction time

从图4可知, 丰年虫油脂得率随提取时间的延长而增加, 当处理时间在 20~30min 之间时, 油脂得率上升比较快, 当处理时间超过 30min 时, 出油率上升趋势缓慢。这是由于在开始提取时, 固液油脂浓度差很大, 扩散速率快, 随着时间的延长, 油脂在固液中的浓度达到平衡, 油脂得率也趋于恒定^[16], 所以提取时间以 30min 为宜。

2.1.5 提取温度对出油率的影响

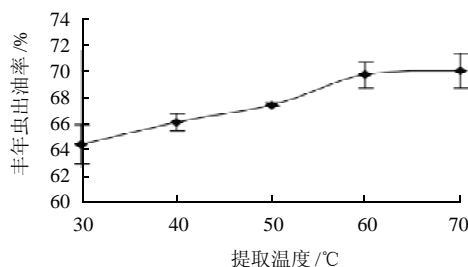


图5 提取温度对出油率的影响

Fig.5 Relationship between oil extraction rate and extraction temperature

从图5可以看出, 出油率随着温度的上升而逐渐升高, 当温度大于 60℃ 时, 上升趋于平缓。原因可能是随着处理温度的升高, 溶剂挥发较快, 从而减小了溶剂与虫粉的接触面积, 降低了扩散速率, 并且高温也可能会导致丰年虫油组分的分解, 致使油脂得率下降^[17]。

2.2 丰年虫油超声波辅助提取工艺条件的优化

在以上单因素结果分析的基础上, 采用 $L_{27}(3^{13})$ 正交试验对超声波法提取丰年虫油的工艺条件进行优化。试验方案及结果分析见表2、3。

由表2极差分析可以看出, 各试验因素对出油率的影响的主次顺序为 $A > C > D > B$, 即超声波功率的影响最大, 其次为提取时间, 料液比和提取温度对出油率的影响较小。方差分析结果表明, 因素A、C及交互作用AB、AC对出油率的影响为极显著, 交互作用BC对试验结果有显著影响, 因素B、D对出油率的影响不显著。经上述分析可得超声波辅助提取丰年虫油脂

表2 丰年虫油超声波辅助提取工艺优化 $L_{27}(3^{13})$ 正交试验设计和结果

Table 2 $L_{27}(3^{13})$ orthogonal array design scheme and results

处理号	因素													出油率/%
	A	B	AB	AB	C	AC	AC	BC	空列	空列	BC	空列	D	
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	73.93
2	1	1	1	1	2	2	2	2	2	2	2	2	2	77.16
3	1	1	1	1	3	3	3	3	3	3	3	3	3	77.16
4	1	2	2	2	1	1	1	2	2	2	3	3	3	68.68
5	1	2	2	2	2	2	2	3	3	3	1	1	1	70.29

续表 2

处理号	因素													出油率 /%
	A	B	AB	AB	C	AC	AC	BC	空列	空列	BC	空列	D	
6	1	2	2	2	3	3	3	1	1	1	2	2	2	68.27
7	1	3	3	3	1	1	1	3	3	3	2	2	2	70.70
8	1	3	3	3	2	2	2	1	1	1	3	3	3	78.78
9	1	3	3	3	3	3	3	2	2	2	1	1	1	64.64
10	2	1	2	3	1	2	3	1	3	3	1	2	3	57.36
11	2	1	2	3	2	3	1	2	1	1	2	3	1	74.74
12	2	1	2	3	3	1	2	3	2	2	3	1	2	70.29
13	2	2	3	1	1	2	3	2	1	1	3	1	2	64.64
14	2	2	3	1	2	3	1	3	2	2	1	2	3	76.76
15	2	2	3	1	3	1	2	1	3	3	2	3	1	82.81
16	2	3	1	2	1	2	3	3	2	2	2	3	1	73.12
17	2	3	1	2	2	3	1	1	3	3	3	1	2	83.22
18	2	3	1	2	3	1	2	2	1	1	1	2	3	78.78
19	3	1	3	2	1	3	2	1	2	2	1	3	2	77.97
20	3	1	3	2	2	1	3	2	3	3	2	1	3	84.43
21	3	1	3	2	3	2	1	3	1	1	3	2	1	77.56
22	3	2	1	3	1	3	2	2	3	3	3	2	1	74.74
23	3	2	1	3	2	1	3	3	1	1	1	3	2	76.76
24	3	2	1	3	3	2	1	1	2	2	2	1	3	84.83
25	3	3	2	1	1	3	2	3	1	1	2	1	3	82.81
26	3	3	2	1	2	1	3	1	2	2	3	2	1	82.81
27	3	3	2	1	3	2	1	2	3	3	1	3	2	74.33
k ₁	72.18	74.51	77.74	76.93	71.55	76.58	76.08	76.66	75.14	75.14	72.31	75.45	74.96	
k ₂	73.52	74.20	72.18	75.81	78.33	73.12	77.07	73.57	75.14	75.14	77.65	73.79	73.70	
k ₃	79.58	76.58	75.37	72.54	75.41	75.59	72.13	75.05	75.00	75.00	75.32	76.04	76.62	
R	7.40	2.38	5.57	4.40	6.78	3.46	4.94	3.09	0.14	0.14	5.34	2.25	2.92	

的最佳工艺条件为 $A_3B_2C_3D_3$ ，即超声波功率 150W、料液比 1:10、提取时间 40min、提取温度 60℃，在该条件下丰年虫油脂的出油率可达 84.83%。

表 3 正交试验结果方差分析表
Table 3 Analysis of variance for the experimental results of orthogonal array design

变异来源	偏差平方和	自由度	方差	F 值	显著性
A	279.950	2	139.975	34.077	**
B	30.071	2	15.036	3.661	
C	208.041	2	104.021	25.324	**
AB	234.494	4	58.623	14.272	**
AC	180.008	4	45.002	10.957	**
BC	172.036	4	43.009	10.472	*
D	38.528	2	19.264	4.690	
误差	24.645	6	4.108		

注：F_{0.05(2,6)}=5.14；F_{0.01(2,6)}=10.92。

2.3 不同方法提取丰年虫油理化特性的对比

分别采用超声波辅助法和溶剂法对丰年虫油进行提取，并对丰年虫油的主要理化指标进行对比，其结果见表 4。

表 4 超声波提取法与溶剂法的对比
Table 4 Comparison between ultrasonic-assisted extraction and Soxhlet extraction

项目	提取方法	
	索氏提取[石油醚(30~60℃)]	超声波辅助提取
提取条件	60℃回流提取 6h	60℃超声提取 40min
色泽	黄褐色	黄色
酸值/(mg KOH/g)	30.178	23.748
碘值/(g/100g)	112.477	102.968
过氧化值/(meq/kg)	未检出	未检出
皂化值/(mg KOH/g)	130.293	125.740

由表 4 可以看出，超声波辅助提取所得丰年虫油的外观、不饱和度及理化性质都要优于溶剂提取法所得的油脂。这可能是由于溶剂法提取时间较长等原因，导致丰年虫油中的游离脂肪酸含量较高，色泽加深，使得油脂品质下降^[18]。并且丰年虫油中含有大量不饱和双键，在加工、储存、运输、加热过程中，应注意防止发生氧化酸败等反应，造成营养物质的损失^[19]，失去其原有的保健功能。

3 结 论

乙酸乙酯为提取丰年虫油的最佳溶剂, 结果表明, 在影响出油率的4个因素中, 其影响大小顺序为: 超声波功率>提取时间>提取温度>料液比。对超声波辅助提取丰年虫油的工艺条件进行优化, 所得的最佳工艺条件为超声波功率150W、料液比1:10、提取时间40min、提取温度60℃, 在该条件下丰年虫油脂的出油率可达84.83%。与溶剂法提取相比, 超声波辅助提取的油脂质量较好, 提取时间短并节约溶剂用量, 有着广阔的应用前景。丰年虫油是一种不饱和脂肪酸含量较高的油脂, 所以在加工、储存、运输、加热等过程中, 应注意防止氧化酸败的发生。

参考文献:

- [1] 徐娟儿. 卤虫的开发与利用[J]. 福建水产, 1994, 33(2): 76-79.
- [2] 左笑, 张东翔. 超声波在油脂提取中的应用[J]. 粮油加工, 2007, 35(1): 70-72.
- [3] LI Haizhou, PORDESIMO L, WEISS J. High intensity ultrasoune-assisted extraction of oil from soybeans[J]. Food Research International, 2004, 37(7): 731-738.
- [4] 周如金, 顾立军, 黎周国, 等. 超声强化提取核桃仁油的研究[J]. 食品科学, 2003, 24(10): 113-117.
- [5] 易军鹏, 朱文学, 马海乐, 等. 牡丹籽油超声波辅助提取工艺的响应面法优化[J]. 农业机械学报, 2009, 40(6): 103-110.
- [6] 于修焯, 李志西, 杜双奎. 苹果籽油超声波辅助浸提及产品理化特性研究[J]. 农业工程学报, 2005, 21(9): 155-159.
- [7] 何仁, 黄永春, 马月飞, 等. 超声波辅助提取百香果核中植物油的研究[J]. 食品科学, 2008, 29(10): 218-222.
- [8] GB/T 6433—2006 饲料中粗脂肪的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2006.
- [9] GB/T 5538—2005 动植物油脂: 过氧化值测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2005.
- [10] GB/T 5530—2005 动植物油脂: 酸值和酸度测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2005.
- [11] GB/T 5534—2008 动植物油脂: 皂化值的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [12] GB/T 5532—2008 动植物油脂: 碘值的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [13] 胡爱军, 冯棋琴, 郑洁. 超声波强化提取油茶籽油的研究[J]. 中国油脂, 2009, 34(2): 17-19.
- [14] 高振鹏, 岳田利, 袁亚宏, 等. 超声波强化有机溶剂提取石榴籽油的工艺优化[J]. 农业机械学报, 2008, 39(5): 77-80.
- [15] 李志西, 杜双奎. 实验优化设计与统计分析[M]. 北京: 科学出版社, 2010: 174-176.
- [16] 郑海燕, 张建新, 刘丽丽, 等. 超声波提取绿茶多酚的工艺研究[J]. 西北农业学报, 2009, 18(2): 261-264.
- [17] 潘丽军, 范婷婷, 姜绍通, 等. 超声波辅助法提取菜籽皮中原花色素工艺优化[J]. 食品科学, 2010, 31(10): 47-52.
- [18] DAS N P, PEREIRA T A. Effects of flavonoids on thermal autoxidation of palm oil: Structure-activity relationships[J]. Journal of the American Oil Chemists' Society, 1990, 67(4): 255-258.
- [19] TRIPOLI E, GIAMMANCO M, TABACCHI G, et al. The phenolic compounds of olive oil: structure, biological activity and beneficial effects on human health[J]. Nutrition Research, 2005, 18(1): 98-112.