

水飞蓟油水代法提取工艺主要影响因素的筛选

徐德峰¹, 孙力军¹, 王雅玲¹, 刘唤明¹, 张卫明²

(1. 广东海洋大学食品科技学院, 广东湛江 524088) (2. 南京野生植物研究院, 江苏南京 210042)

摘要: 水代法提油是一种新型绿色提油工艺, 但提油率影响因素众多, 本研究旨在运用数理统计方法对影响水代法提油过程的诸多因素进行快速筛选。实验表明, 对提油有正效应, 且影响显著性由大到小的四个因素依次为: 超声时间>水代温度>水代时间>离心速度。本研究为进一步优化水飞蓟油水代法提取工艺奠定了基础。

关键词: 水代法提油; 水飞蓟油; 数理统计筛选

文章编号: 1673-9078(2012)8-1018-1020

Screening of the Main Influential Factors for Oil Extraction from

Silybum maruianum Kernel by Aqueous Process

XU De-feng¹, SUN Li-jun¹, WANG Ya-ling¹, LIU Huan-ming¹, ZHANG Wei-ming²

(1. College of Food Science and Technology of Guangdong Ocean University, Zhanjiang 524088, China)

(2. Nanjing Institute for Comprehensive Utilization of Wild Plant, Nanjing 210042, China)

Abstract: Aqueous extraction is a novel and green oil extraction but the oil yield is affected by many factors. The object of this research was to investigate main factors showing positive and significant effect on oil extraction using statistical method. The result showed that the order of four investigated factors was: ultrasound time > extraction temperature > extraction time > centrifugal speed. This research provided a basis for further optimization of oil extraction in *Silybum maruianum*'s kernel.

Key words: aqueous process for oil extraction; *Silybum maruianum* oil; statistical screening

水飞蓟(*Silybum maruianum*)为菊科水飞蓟属草本植物, 果实中富含药用成分水飞蓟素。水飞蓟果实种仁中的油脂和蛋白含量较高, 在油脂组分方面, 油酸、亚油酸等不饱和脂肪酸高达70~80%, 类似于山桐子油等高级食用油^[1]。研究表明, 水飞蓟油脂除具有较高的营养价值外, 还具有较高的医疗保健功效, 如降血脂和降血压等^[2,3], 有高值化利用的研究价值。

目前水飞蓟油脂的工业化制取方式通常采取压榨法和溶剂萃取法。压榨法油品安全, 但提取率低; 同时由于在榨取过程中存在高温、高压等强作用过程, 使得油脂中的不饱和脂肪酸大量氧化, 同时使蛋白变性严重, 功能性下降, 只能作为饲料使用^[4,5], 造成高值组分低值化利用。溶剂萃取法虽然油脂提取率高, 但存在有机溶剂残留的问题, 影响食品安全^[6]。水代法制油是一种古老的民间取油方式, 所得油品安全, 同时营养和功效组分仍保留较好^[7-9]。从过程分析角度来看, 水代法取油过程复杂, 影响因素众多, 因此采

用适当方式快速筛选出主要影响因子并进行优化提取工艺显得至关重要。本研究旨在运用数理统计方法对水代法提取水飞蓟油过程中的主要影响因素进行快速筛选, 以便为进一步优化提取工艺, 提高提油率奠定基础。

1 材料与方法

1.1 材料与设备

1.1.1 材料

水飞蓟果实由江苏东台市康宁植物素厂提供, 将水飞蓟果实采用机械部分挤压后人工剥壳, 得种仁部分作为实验材料, 然后将种仁于60℃的恒温箱中烘至恒重, 粉碎后过80目筛备用, 测得样品干基含油率为39.5%。

1.1.2 主要设备

KQ-250 超声波清洗器, 南京新予华设备有限公司; 数显恒温水浴锅 HH-6, 浙江省金坛市鑫诺实验仪器厂; HITACHIZOPR-520 高速冷冻离心机, 日本日立株式会社; JA1003 电子天平, 上海精研仪器有限公司; 恒温振荡摇床, 江苏太仓实验设备厂。

1.2 试验方法

收稿日期: 2012-04-20

基金项目: 广东海洋大学科研启动项目 (E11001)

作者简介: 徐德峰 (1978-), 男, 博士, 讲师, 主要从事水产食品质量与安全控制研究

1.2.1 水飞蓟油提取率的计算

$$\text{水飞蓟油提取率} = \frac{\text{某种提取方式取出的水飞蓟油质量}}{\text{所用材料中水飞蓟油总量}} \times 100\%$$

油的总量测定采用索氏提取法。

1.2.2 水代法提油主因素的筛选

选定料液比、pH、超声时间、振荡速度、水代温度、水代时间、离心速度、离心时间八个因素为自变量,提取率 Y 为因变量,按照 Plackett-Burman (P-B) 实验设计要求进行实验设计和实施,考察自变量对因变量的响应。实验因素与水平编码见表 1。

表 1 实验因素与水平编码表

Table 1 Experimental factors and variable levels

水平	因素							
	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅	X ₆	X ₇	X ₈
	(料液比)	(pH)	(超声时间/min)	[振荡速度/(r/min)]	(水代温度/°C)	(水代时间/min)	[离心速度/(r/min)]	(离心时间/min)
-1	1:10	9	15	150	60	60	8000	30
1	1:5	5	5	50	40	30	4000	15

1.3 统计分析

结果数据以平均值±标准差表示, 数据统计分析采用 JUMP 6.0 软件自带模块。

2 结果与分析

2.1 水代法提油主因素的筛选

按实验设计的因素进行组合实验, 计算每次实验的油脂提取率, 可得表 2。对表 2 中的数据进行分析, 得方差分析表 3 和回归方程系数显著性检验表 4。

表 2 实验设计与结果

Table 2 Design and result of experiment

序号	因素								提取率/%	
	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅	X ₆	X ₇	X ₈	真实值	预测值
1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	69.20	68.89
2	-1	+1	-1	+1	+1	+1	-1	-1	67.36	67.58
3	-1	-1	+1	-1	+1	+1	+1	-1	72.08	72.61
4	+1	-1	-1	+1	-1	+1	+1	+1	60.55	60.85
5	-1	+1	-1	-1	+1	-1	+1	+1	71.47	71.01
6	-1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	+1	64.79	64.25
7	-1	-1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	61.27	60.96
8	+1	-1	-1	-1	+1	-1	-1	+1	66.83	67.28
9	+1	+1	-1	-1	-1	+1	-1	-1	62.11	61.88
10	+1	+1	+1	-1	-1	-1	+1	-1	63.09	63.31
11	-1	+1	+1	+1	-1	-1	-1	+1	60.12	60.65
12	+1	-1	+1	+1	+1	-1	-1	-1	65.73	65.27

表 3 模型方差分析表

Table 3 Statistic analysis for the model

来源	平方和	自由度	均方	F-值	P-值
模型	184.994	8	23.124	36.598	0.0066
误差	1.896	3	0.632		
总和	186.890	1			

$R^2=0.9898; R^2_{Adj}=0.9628$

由表 3 可知, 由模型的拟合指标 R^2 或 R^2_{Adj} 值可知筛选实验所建立的模型是显著的, 总变异中仅有约 4% 的变异不能通过模型解释, 因此模型可以用于评价因子对目标的响应。同时由图 1 的模型预测图可以直观看出各实验点与模型有较好的相关性。

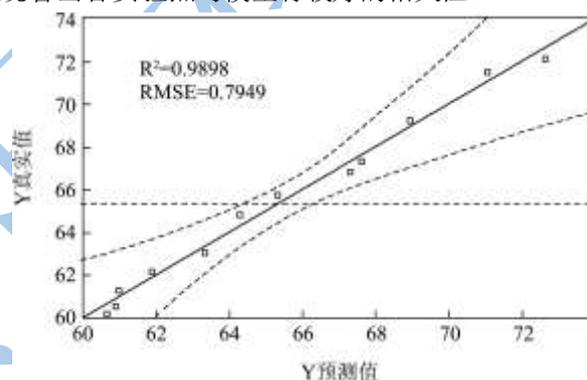


图 1 模型预测图

Fig.1 Prediction curve for the model

表 4 回归方程系数显著性检验

Table 4 S tatic analysis for the regression equation coefficients

参数	系数	F-值	P-值
常数项	65.38	284.94	<0.0001**
X ₁	-0.79	3.48	0.0401*
X ₂	0.17	0.76	0.5012
X ₃	0.45	1.97	0.143
X ₄	-1.34	5.86	0.0099**
X ₅	3.39	14.80	0.0007**
X ₆	0.63	2.75	0.0706
X ₇	0.89	3.89	0.0301*
X ₈	0.11	0.48	0.6644

注: P<0.05 表示显著, P<0.01 表示极显著。

为了考查各自变量对提油率的贡献, 将表 2 数据进行各单因素的方差分析, 结果见表 4。

由表 4 可知, 从统计量 P 的大小判断, 料液比 (X₁) 和离心速度 (X₇) 的 P 值均小于 0.05, 表示对提油率

Y有显著影响；振荡速度（X₄）和水代温度（X₅）的P值均小于0.01，表示对提油率Y有极显著影响；而其他因素影响的P值大于0.05，表示对提油率Y的影响不显著。

由表4的系数项可知，料液比（X₁）和振荡速度（X₄）的系数均<0，表示二者对提油率Y的影响是负效应，且X₄的影响大于X₁，即Y值随X₁和X₄的增大而减小，且Y值随X₄的增大而急剧减小。本研究与Aparna & Sharma的研究结果类似^[8]，其原因可能为在较低振荡速度下利于油脂分子的聚集，便于油脂提取；而在较高速度下则蛋白分子与油脂分子产生乳化现象，结果降低油脂提取率。值得注意的是，本筛选实验中超声波因素（X₃）对响应值Y的影响未达到统计显著性。这只能表明在本实验区间内，X₃对提取率Y的影响变化不显著，并不能得出超声波处理本身对提取率Y没有显著性影响的结论。从专业角度来讲，当超声波频率达到一定强度时，会产生强烈的空穴效应，从而对提取过程产生显著影响，因此在后续优化过程中，仍可将超声频率和时间作为显著影响因子进行考虑。

2.2 参数估计

为了直观显示各因素对提油率的贡献，采用软件自带的统计模块进行绘图，结果见图2。

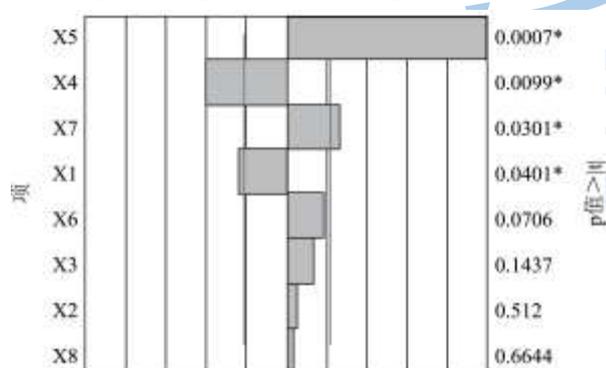


图2 排序参数估计值

Fig.2 Bar diagram of parameters in order

图2的参数预测图直观地显示了各参数对响应值影响的大小。条形图的长度表明了各因素对响应值贡献的大小，长度越大表明影响越显著；条形图的方向表明了效应的正负，当在中心偏左时表示对响应值的

影响是负效应，当朝向右方时则表明对响应值的影响是正效应。由图2可以看出，除了料液比（X₁）和振荡速度（X₄）对提取率Y的影响是负效应外，其余因素均为正效应；从长度上看，水代温度（X₅）、水代时间（X₇）对提油率Y的影响最显著。因此，根据表4回归方程系数显著性检验结果，结合专业知识，可将超声时间、水代温度、水代时间和离心速度四个因素作为主要影响因素进行工艺优化。

3 结论

运用P-B试验设计对影响水飞蓟油水代法提取工艺的8个过程因素进行了主因素筛选。从统计分析和专业角度综合考虑，影响提油率的主要因素为超声时间、水代温度、水代时间和离心速度。本实验为进一步优化提取过程，提高提油率奠定了基础。

参考文献

- [1] 郭华,沈泉维,胡尧超.山桐子油的品质分析[J].现代食品科技,2012,28(3):345-347
- [2] 钱学射,张卫明,顾龚平,等.值得开发与利用的水飞蓟油[J].中国野生植物资源,2006,25(5):13-16
- [3] 何维明,许牡丹,杨菁,等.水飞蓟油的营养成分及降脂作用的研究[J].营养学报,1996,18(2):163-167
- [4] 王维敏,梁霄,梁宗锁,等.水飞蓟籽油精炼工艺研究[J].西北林学院学报,2012,27(2):143-148
- [5] 宋宝生,柏云爱,李吉芬,等.水飞蓟籽油及其制取工艺[J].中国油脂,1999,24(2):53-54
- [6] 倪培德.油脂加工技术[M].北京:化学工业出版社,2003
- [7] 高蕾,周建中,王伟,等.水代法提取枸杞籽油工艺的研究[J].食品科技,2011,36(10):139-143
- [8] 郭玉宝,汤斌,裘爱泳.水代法从油茶籽中提取茶油的工艺[J].农业工程学报,2008,9:249-252
- [9] 纪鹏,周建平,刘向宇.微波辅助水代法提取油茶籽油条件研究[J].现代食品科技,2010,26(5):486-489
- [10] Aparna M, Sharma N. Ultrasonic pre-irradiation effect upon aqueous enzymatic oil extraction from almond and apricot seeds [J]. Ultrasonic Chemistry, 2005,9: 1-6

欢迎订阅

中文核心期刊·《现代食品科技》