

分步酶解法提取玉米胚芽油工艺的研究

鲁曾, 董海洲, 侯汉学, 刘传富

(山东农业大学食品科学与工程学院, 山东 泰安 271018)

摘要: 本文研究了低水分分步酶解提取玉米胚芽油工艺的实验室条件。确定了最佳提取参数为料液比为 1:0.5, 玉米胚芽颗粒大小为 120 目, 纤维素酶添加量为 5000 U/g, 蛋白酶添加量为 500 U/g, 纤维素酶酶解时间为 6 h, 蛋白酶酶解时间为 3 h。总提油率可达到 98.3%。

关键词: 玉米胚芽油; 低水分; 分步酶解

中图分类号: TS218; **文献标识码:** A; **文章篇号:** 1673-9078(2007)04-0050-04

Study on Extraction of Corn Germ Oil via Enzymatic Hydrolysis with Multiple Steps

LU Zeng, DONG Hai-zhou, HOU Han-xue, LIU Chuan-fu

(College of Food Science and Engineering, Shandong Agricultural University, Tai'an 271018, China)

Abstract: A new technique for extraction of corn germ oil via enzymatic hydrolysis was developed. The optimum ratio of raw material to liquid, the size of corn germ, cellulose dosage, protease dosage, reaction time for cellulose-catalyzed hydrolysis and for protease-catalyzed hydrolysis were 1:0.5, 120 mesh, 5000 U/g, 500 U/g, 6 h and 3 h, respectively. Under these conditions, the oil extraction rate reached 98.3%.

Key words: corn germ oil; low moisture; aqueous enzymatic extraction of multiple steps

玉米油又称粟米油, 营养丰富, 风味独特, 易消化, 含有大量的不饱和脂肪酸, 其中以亚油酸含量最高(39%~62%), 其次为亚麻酸(2.9%~3.2%), 并含有相当高的维生素 E (91.1 mg/100 g)。对调整人体血液中的胆固醇含量, 防止冠状动脉硬化和血栓形成具有一定的保健作用^[1]。

目前玉米胚芽制油方式多采用压榨法和浸提法, 一般都需经高温处理过程, 处理后其蛋白质严重变性^[2], 水酶法提油是近年来研究较多的提油方法, 它在较温和的条件下进行反应, 不会造成蛋白质的严重变性, 从而有利于蛋白质的综合利用^[3]。但水酶法提油存在酶制剂用量偏大, 酶解时间较长, 不适合水酶法的推广^[4]。针对我国水酶法提油的研究现状和我国国情, 采用分步酶解法提油法对玉米胚芽提油工艺条件进行了系统研究, 旨在为工业化生产提供理论依据。

1 材料与方 法

1.1 材料与试剂

玉米胚芽(粗脂肪含量 38%): 诸城兴贸玉米开发有限公司; 酶制剂: 和氏璧生物技术有限公司; 醋

收稿日期: 2007-01-04

作者简介: 鲁曾, 硕士。通讯作者: 董海洲

酸、硫代硫酸钠、碳酸钠、无水醋酸钠、冰醋酸、3,5-二硝基水杨酸(DNS)、无水酒石酸钾钠。

1.2 主要仪器设备

AY220 电子分析天平: 日本岛津公司; HH-4 型数显恒温水浴锅: 国华电器有限公司; JFSD-70 实验室粉碎磨: 上海市嘉定粮油检测仪器厂; LXJ-II B 低速大容量多管离心机: 上海安亭科技仪器厂; PHS-25 型酸度计: 上海市伟业仪器厂。

1.3 工艺流程

胚芽→粉碎→按比例加入缓冲溶液→酶解→离心(4800 r/min, 15 min)分离得清油→灭酶→石油醚提取→回流回收石油醚→烘至恒重得浸提油脂

1.4 计算方法

1.4.1 提油率

$$\text{清油提油率}(\%) = (B/A) * 100$$

其中: A 为玉米胚芽中的总含油量; B 为离心后提取出玉米胚芽油清油的重量。

1.4.2 料液比的计算方法

料液比=样品干重(g)/柠檬酸-柠檬酸钠缓冲溶液体积(ml)

1.4.3 各种酶添加量的计算方法

$$\text{酶添加量} = D/E$$

其中: D 为酶解时加入酶的总酶活(U); E 为酶解时玉米胚芽干重(g)。

1.5 测定方法

胚芽水分: 采用 GB 5497-85 法^[5]

胚芽粗脂肪: 采用 GB 5512-85 法^[5]

胚芽粗蛋白: 采用 GB 5511-85 法^[5]

胚芽中纤维素: 采用 GB 5515-85 法^[5]

纤维素酶酶活: DNS 显色法^[6]

蛋白酶酶活: 福林试剂显色法^[7]

2 结果与分析

2.1 玉米胚芽主要营养成分 (如表 1)

表 1 玉米胚芽组成及含量

成分	水分	蛋白质	脂肪	纤维	淀粉	灰分
百分含量/%	8.7	16.7	43.3	11.1	18.9	3.2

2.2 最佳酶解顺序的确定

选用纤维素酶、果胶酶、蛋白酶(酸性)三种酶, 在 pH 4.8 的条件下进行酶解, 各种酶的添加量分别为: 纤维素酶 5000 U/g、果胶酶 3000 U/g、蛋白酶 2000 U/g, 料液比 1:1。对这三种酶的添加顺序进行交叉试验, 实验结果如下:

2.2.1 各种酶单独酶解对清油提取率的影响

采用纤维素酶、果胶酶、蛋白酶三种酶单独进行酶解, 其清油提取率如图 1 所示。

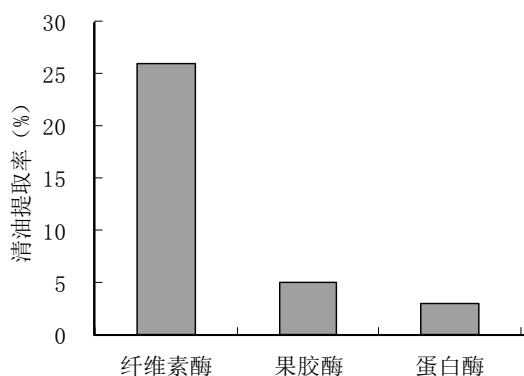


图 1 单独添加各种酶对清油提取率的影响

由图 1 可看出, 单独添加各种酶时, 纤维素酶的清油提取率最高, 而蛋白酶几乎提不到油, 这可能是由于纤维素酶能够破坏玉米胚芽细胞壁的纤维素构架, 而其他酶不能够对这层构架造成破化。

2.2.2 复合酶酶解对清油提油率的影响

在 2.2.1 的试验基础上, 用纤维素酶、果胶酶、蛋白酶三种酶进行复合酶酶解实验, 实验结果如图 2 所示。

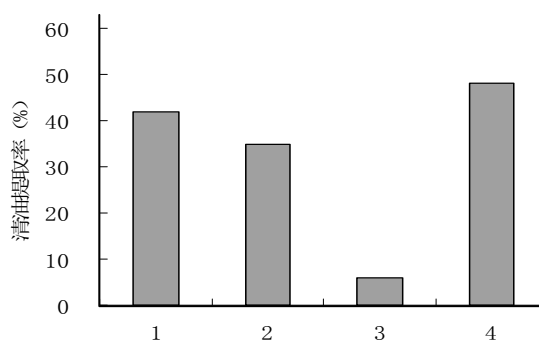


图 2 复合酶对清油提取率的影响

注: 1. 纤维素酶和蛋白酶; 2. 纤维素酶和果胶酶; 3. 果胶酶和蛋白酶; 4. 纤维素酶、蛋白酶和果胶酶

由图 2 可看出, 三种酶在相同添加量的情况下, 同时添加其清油提取率最高, 这可能是由于三种酶的复合作用对玉米胚芽细胞壁有更好的破坏作用。

2.2.3 分步酶解对清油提取率的影响

采用纤维素酶、果胶酶和蛋白酶三种酶按照不同顺序进行添加, 其实验结果如图 3 所示:

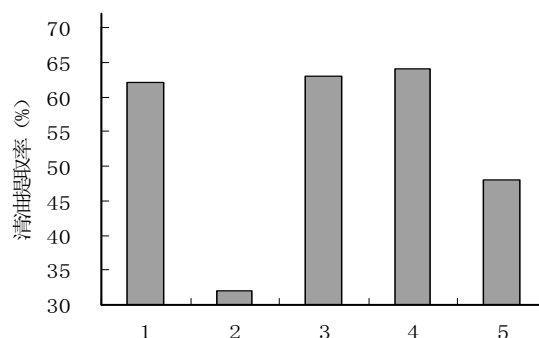


图 3 分步酶解对清油提取率的影响

注: 1. 先加纤维素酶后加蛋白酶; 2. 先加纤维素酶后加果胶酶; 3. 先加纤维素酶后加果胶酶和蛋白酶; 4. 先加果胶酶后加纤维素酶最后加蛋白酶; 5. 纤维素酶、蛋白酶和果胶酶同时添加

由图 3 可看出, 分步添加纤维素酶、果胶酶和蛋白酶与同时添加相比提油率有明显的提高, 其中以先加果胶酶后加纤维素酶最后加蛋白酶提油率最高, 对实验结果运用 SSR 法进行多重比较可知, 1 号、3 号、4 号三组组间差异不显著, 从经济方面考虑决定采用先加入纤维素酶后加蛋白酶的方式进行酶解。采用这种方式能够提高提油率的原因可能是由于先添加纤维素酶能够破坏玉米胚芽细胞壁的纤维素构架部分, 然后加入蛋白酶能够快速的破坏玉米胚芽细胞壁的衬质部分, 从而使提油率有明显的提高。

2.3 分步酶解条件的确定

2.3.1 料液比对清油提油率的影响

玉米胚芽粉碎, 过 100 目筛。然后将粉碎后的胚

芽粉加入到 pH 4.8 的柠檬酸-柠檬酸钠缓冲溶液中, 采用不同的料液比, 先加入纤维素酶 5000 U/g, 酶解 6 h 后再加入蛋白酶 1000 U/g 酶解 6 h, 酶解温度 50 °C。酶解结束后在 4800 r/min 下离心 15 min, 料液比对清油提取率的影响如图 4 所示。

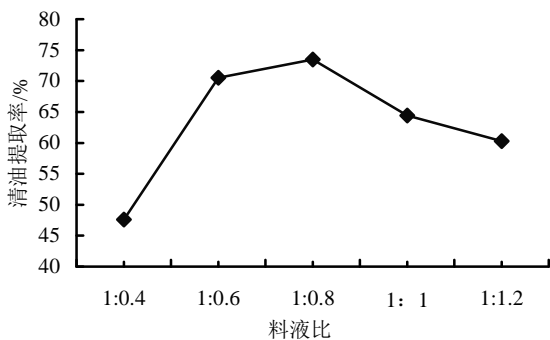


图 4 料液比对清油提取率的影响

由图 4 可看出随体系含水量的增加其提油率呈现先上升再下降的趋势, 体系料液比在 1:0.8 时清油提取率达到最高。较低的料液比不仅有利于水分的节约, 而且对于离心后的乳化现象也有较好的抑制作用。

2.3.2 粉碎度对清油提取率的影响

选用颗粒大小不同的玉米胚芽, 料液比采用 1:0.8, 其他条件与 2.2.1 相同进行酶解其结果如图 5 所示。

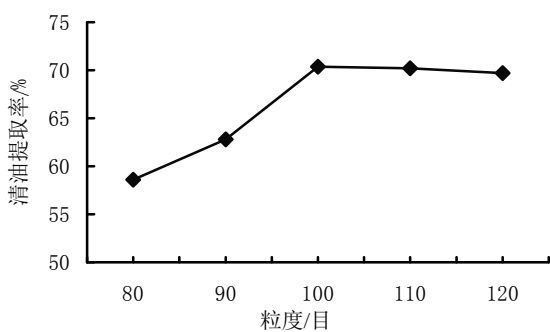


图 5 玉米胚芽粉碎度对清油提取率的影响

由图 5 可看出, 清油得率随粉碎度的增加而逐渐增大, 这可能是由于随玉米胚芽颗粒的减小其表面积逐渐增大, 从而使酶与玉米胚芽颗粒的接触面积增大造成, 但是当玉米胚芽颗粒大小到达 100 目时继续减小颗粒大小其清油提取率呈现逐渐降低的趋势, 这可能是由于颗粒太小时离心后乳化现象加重造成的。因此确定其玉米胚芽颗粒大小为 100 目。

2.3.3 酶添加量对清油提取率的影响

对纤维素酶、蛋白酶分别作单因素实验, 其实验

结果如图 6、图 7 所示。

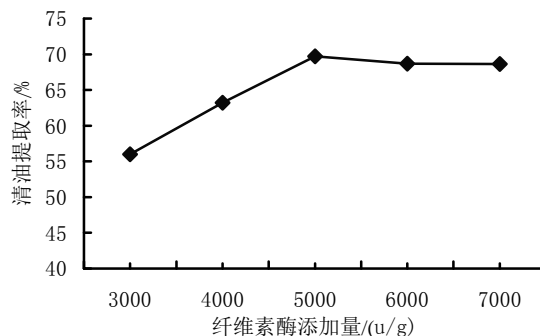


图 6 纤维素酶添加量对清油提取率的影响

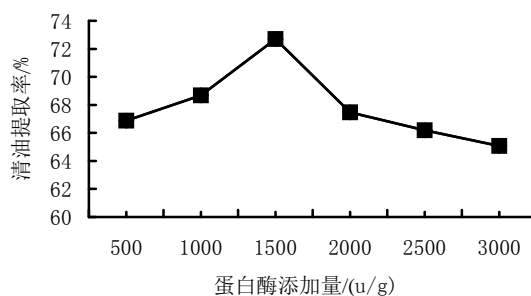


图 7 蛋白酶添加量对清油提取率的影响

由图 6、图 7 可看出, 纤维素酶和蛋白酶添加量分别在 5000 U/g 和 1500 U/g 时清油提取率达到最高, 继续提高酶的添加量提油率反而呈现下降的趋势, 这可能是由于提高酶添加量使玉米胚芽细胞破坏严重, 从而使离心后乳化加重造成。

2.3.4 纤维素酶酶解时间对清油提取率的影响

纤维素酶、蛋白酶添加量分别取 5000 U/g、1500 U/g, 玉米颗粒大小保持 100 目, 料液比采用 1:0.8, 酶解温度 50 °C, 蛋白酶酶解时间 6 h, 纤维素酶不同酶解时间试验结果如图 8 所示。

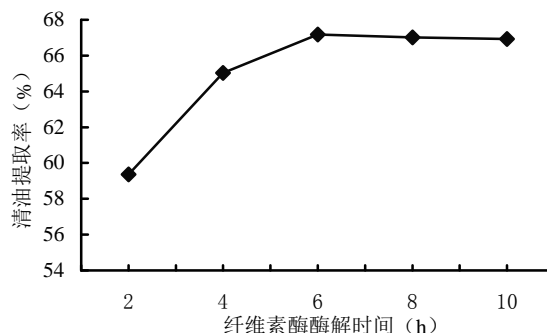


图 8 纤维素酶酶解时间对清油提取率的影响

由图 8 可看出随酶解时间的延长清油提取率逐渐升高, 在 6 h 时清油提取率达到最高, 继续延长酶解时间清油提取率无明显的升高。因此酶解时间确定在 6 h 较为合适。

2.3.5 蛋白酶酶解时间对提油率的影响

蛋白酶不同酶解时间对提油率的影响图 9 所示。

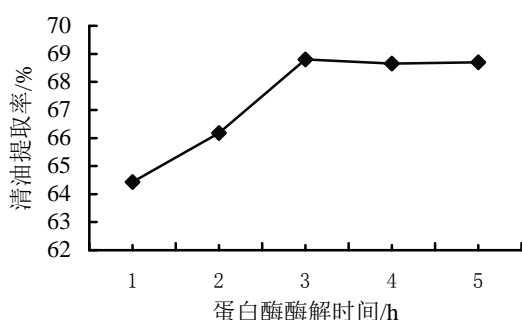


图 9 蛋白酶酶解时间对清油提取率的影响

由图 9 可看出蛋白酶酶解时间在 3 h 时清油提取率达到最高, 继续增加酶解时间对清油提取率无明显影响作用。

2.3.6 分步酶解工艺添加的优化

在单因素基础上作六因素三水平正交试验, 实验结果如表 2 所示。

表 2 六因素三水平正交试验结果及极差分析表

序号	A	B	C	D	E	F	实验结果
	玉米胚芽颗粒大小/目	料液比	纤维素酶加入量/(U/g)	蛋白酶加入量/(U/g)	纤维素酶酶解时间/h	蛋白酶酶解时间/h	
1	120	1:1.1	7000	2500	9	4	58.2
2	120	1:0.8	5000	1500	6	3	74.1
3	120	1:0.5	3000	500	3	2	54.8
4	100	1:1.1	3000	1500	9	3	72.9
5	100	1:0.8	7000	500	6	2	55.2
6	100	1:0.5	5000	2500	3	4	67.6
7	80	1:0.8	5000	500	9	4	72.5
8	80	1:0.5	3000	2500	6	3	70.4
9	80	1:1.1	7000	1500	3	2	55.2
10	120	1:0.5	5000	1500	9	2	61.9
11	120	1:1.1	3000	500	6	4	74.7
12	120	1:0.8	7000	2500	3	3	64
13	100	1:0.8	3000	2500	9	2	63.3
14	100	1:0.5	7000	1500	6	4	59.2
15	100	1:1.1	5000	500	3	3	67.5
16	80	1:0.5	7000	500	9	3	62.6
17	80	1:1.1	5000	2500	6	2	69.5
18	80	1:0.8	3000	1500	3	4	63
K ₁	64.617	66.333	59.067	65.500	65.233	65.867	
K ₂	64.283	65.350	68.850	64.383	67.183	68.583	
K ₃	65.533	62.750	66.517	64.550	62.017	59.983	
R	1.250	3.583	9.783	1.117	5.166	8.600	

表 3 正交实验方差分析

因素	偏差平方和	F值
A	5.028	0.045
B	41.134	0.364
C	313.321	2.775
D	4.354	0.039
E	81.688	0.724
F	231.908	2.054

表 2、表 3 知纤维素酶加入量和蛋白酶酶解时间对清油提取率的影响较显著, 而蛋白酶加入量和玉米胚芽颗粒大小对提取率的影响不显著; 最佳组合为: A₃B₁C₂D₁E₂F₂, 即料液比为 1:0.5; 玉米胚芽颗粒大小为 120 目; 纤维素酶添加量为 5000 U/g; 蛋白酶添加量为 500 U/g; 纤维素酶酶解时间为 6 h; 蛋白酶酶解时间为 3 h。

采用上述条件经验证实验清油提取率为: 75.38%。

2.4 残渣中玉米胚芽油的提取

对于用最优化工艺提取清油后的残渣, 加入 3 倍重量的石油醚, 然后震荡提取 30 min, 在 1500 r/min 下离心 5 min, 将石油醚回收后, 油脂总回收率为 98.1%, 提取彻底, 能够满足生产的要求。

3 小结

3.1 分步酶解法能够明显提高清油提取率, 且未经蒸汽或胶体磨处理, 能耗较低, 所得油质量较好。

3.2 玉米胚芽油的最佳提取工艺为: 料液比为 1:0.5; 玉米胚芽颗粒大小为 120 目; 纤维素酶添加量为 5000 U/g; 蛋白酶添加量为 500 U/g; 纤维素酶酶解时间为 6h; 蛋白酶酶解时间为 3 h; 最高清油提取率为 75.38%, 用石油醚浸提后其总提油率达到 98.1%。

参考文献

- [1] (美)Y.H.Hui(徐生庚, 裘爱泳译). 油脂化学与工艺学(第 2 卷)[M]. 中国轻工业出版社, 2001.
- [2] 李里特等. 粮油贮藏加工工艺学[M]. 中国农业出版社, 2002.
- [3] Lawhon, J.T., Manak, L.J., et al. Combining aqueous extraction and membrane isolation techniques to recover protein and oil from soybean [J]. *J. Food Sci.*, 1981, 46:912-917.
- [4] 段作营等. 水酶法提取玉米胚芽油的研究[J]. 中国油脂, 2002. 23.
- [5] 粮油标准汇编. 测定方法卷[M]. 中国标准出版社, 1998.
- [6] 宁正祥. 食品成分分析手册[M]. 中国轻工业出版社, 1998.
- [7] 姜锡瑞, 段钢. 新编酶制剂实用技术手册[M]. 中国轻工业出版社, 2002.