

超声波辅助法提取山茶油工艺的研究

张伟光, 赵国君

(齐齐哈尔大学 化学与化学工程学院, 黑龙江 齐齐哈尔 161006)

摘要:以山茶籽为原料,采用超声波辅助法对山茶油的提取工艺进行研究。影响山茶油提取的因素包括颗粒粒度、超声时间、液料比、超声温度、超声功率,在单因素实验基础上采用 $L_{16}(4^5)$ 对这5种因素进行正交实验,由正交实验得出最佳提取工艺条件:颗粒粒度为60目、超声时间50 min、液料比7:1、超声温度70℃、超声功率为130 W。在该工艺条件下,山茶油平均提取率为19.55%。该方法工艺操作简单、提取速度快、环境污染少、成本低。

关键词:超声波;正交设计;山茶油;提取

中图分类号: TS 225.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1007-7561(2015)04-0029-03

Study on extraction of camellia oil by ultrasonic technique

ZHANG Wei-guang, ZHAO Guo-jun

(College of Chemistry and Chemical Engineering, Qiqihar University, Qiqihar Heilongjiang 161006)

Abstract: The ultrasonic assistant extraction technique of camellia oil was studied with camellia seeds as raw material. The factors affecting the extraction of camellia oil were particle size, ultrasonic time, liquid-solid ratio, ultrasonic temperature as well as ultrasound power. The $L_{16}(4^5)$ orthogonal test was designed for these factors on the basis of single factor experiments and the optimal extraction conditions were as follows: particle size was 60 screen meshes, ultrasonic time 50 min, liquid-solid ratio 7:1, ultrasonic temperature 70℃, and ultrasound power 130 W. In this case, the average extraction rate of the camellia oil was 19.55%. The operation was simple and rapid with less pollution and cost.

Key words: ultrasonic wave; orthogonal design; camellia oil; extraction

山茶油,又名野山茶油、茶籽油、油茶籽油,取自油茶树的种子。山茶油属不干性油,色清、味香,作为一种富含油酸的油脂,脂肪酸组成与橄榄油极为相似^[1],主要产于我国南部山区,富含油酸、山茶苷、茶多酚,营养价值极高^[2]。油茶籽油具有降低血压、血脂及软化血管等功效,长期食用,能增强人体免疫力、有效降低胆固醇^[3],在医药、保健品等领域有很大的应用前景^[4]。目前生产山茶油的方法有超临界 CO_2 萃取^[5]、水酶法等^[6]。超声波提取法是近年来发展起来的一种新方法,具有提取时间短、操作简单、节能等优点^[7],超声波能够加速提取物从原料向溶剂的扩散速率,缩短提取时间,还可以减少油脂中抗氧化物质的破坏,使油脂具有较高的生物活性^[8]。超声波通过增大介质分子的运动速度、介质的穿透力以达到辅助生物有效成分高效提取的目的^[9],超声波还可以破坏细胞的细胞壁,增加提取率,改善目标产物的选择性^[10]。本实验借助超声波提取山茶油,并对其工艺条件进行优化。

收稿日期:2015-01-27

作者简介:张伟光,1970年出生,男,副教授。

1 材料与amp;方法

1.1 实验材料

1810-B型石英自动双重纯水蒸馏器:江苏省金坛市医疗仪器厂;RE-52AA旋转蒸发器:上海亚荣生化仪器厂;SHZ-III B循环水真空泵:浙江临海市精工真空设备厂;标准检验筛:新乡市高服筛分机械有限公司;FZ102微型植物粉碎机:苏州江东精密仪器有限公司;电热恒温水浴锅:郑州泽铭科技有限公司;SK2200HP超声清洗器:上海科导超声仪器有限公司。山茶籽:江西瑞合农产品专业合作社;乙酸乙酯(分析纯):天津市科密欧化学试剂开发中心。

1.2 实验方法

根据文献资料^[11-12],将精选的山茶籽经清洗、烘干、粉碎、过筛处理后,准确称取山茶籽粉末,置于圆底烧杯中,按一定的料液比向其加入提取溶剂并放置于超声波处理设备,达到设定的时间完成提取后,过滤去除滤渣,将滤液在一定温度条件下进行减压蒸馏,以去除提取溶剂获得山茶籽油。不同的溶剂因其性质不同,导致提取效率也是各不相同^[13],但多数溶剂具有较强的毒性,本实验采用毒

性较小的乙酸乙酯做提取溶剂。山茶油提取率 = (山茶油质量/山茶籽质量) × 100%。

2 结果与分析

为优化山茶油的提取工艺条件,根据文献资料的报道^[14-15]和预实验结果,确定了以山茶籽颗粒的粒度、超声时间、液料比、超声温度和超声功率为考察因素,进行单因素实验和正交实验并测定提取率,找出最佳工艺条件。

2.1 颗粒粒度对提取率的影响

准确称取烘干、粉碎后的山茶籽粉6份,颗粒粒度分别为20、40、60、80、100、120目,质量为15g,按液料比6:1(mL/g)加入乙酸乙酯,超声功率120W,超声温度70℃,超声时间50min。实验结果如图1所示。

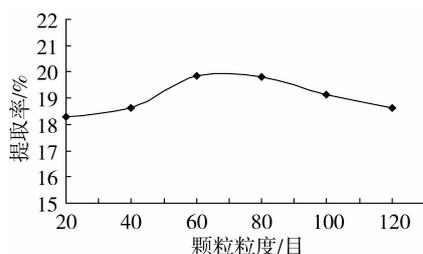


图1 颗粒粒度对提取率的影响

从图1可以看出,提取率随着颗粒粒度的增加先增加后减小,当颗粒粒度达60目时平均提取率达到19.86%。山茶籽的颗粒粒度对提取率的影响主要是因为粉碎后可增加山茶籽的表面积,促进其溶解与吸收,可以提高山茶籽有效成分的浸出速度。但粉碎颗粒粒度特别细小,它的吸附作用加大,扩散速度反而降低,影响提取率。并且粉末粒度越小对粉碎机的要求越高,综合考虑,确定原料的最佳粒度为60目。

2.2 超声时间对提取率的影响

准确称取烘干、粉碎后的山茶籽粉6份,颗粒粒度为60目,质量为15g,液料比6:1(mL/g),超声功率120W,超声温度70℃,超声时间分别20、30、40、50、60、70min,实验结果如图2所示。

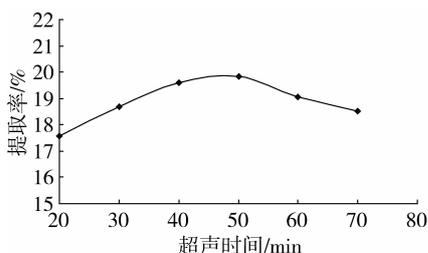


图2 超声时间对提取率的影响

从图2中可知提取率随着超声时间的增加先逐渐增大,但随时间延长增长趋势逐渐减小,超声时间越长,该曲线就越平缓,最后呈下降趋势。随着超声时间的延长,会造成部分溶剂挥发损失,减少了溶剂和山茶籽粉之间的有效接触面,从而影响提取率,综

合考虑,50min为最佳的超声时间。

2.3 液料比对提取率的影响

准确称取烘干、粉碎后的山茶籽粉6份,颗粒粒度为60目,质量为15g,按液料比(单位:mL/g)分别为3:1、4:1、5:1、6:1、7:1、8:1加入乙酸乙酯,超声功率120W,超声温度70℃,超声时间50min。实验结果如图3所示。

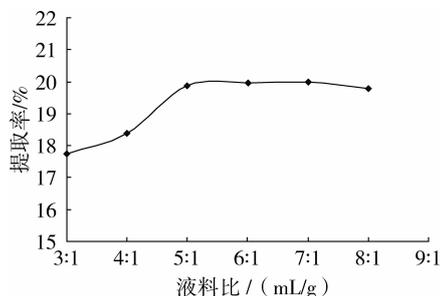


图3 液料比对提取率的影响

从图3中可以看出,开始时山茶油提取率随着液料比的增加先逐渐增加,这是由于随着提取溶剂的增加,可以使山茶籽颗粒与提取溶剂的接触面积增大,有利于扩散速度的增加,提取率也随着增大;而当液料比达到6:1、7:1、8:1时,提取率趋于平缓,过多的提取溶剂会使成本增加,故选择液料比7:1为宜。

2.4 超声温度对提取率的影响

准确称取烘干、粉碎后的山茶籽粉6份,颗粒粒度为60目,质量为15g,按液料比7:1(mL/g)加入乙酸乙酯,超声功率120W,超声温度分别为30、40、50、60、70、80℃,超声时间50min。实验结果如图4所示。

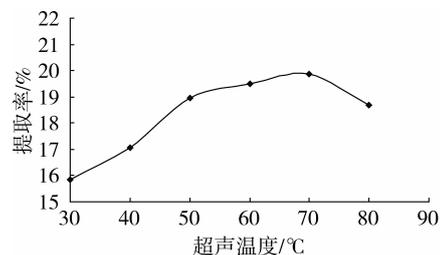


图4 超声温度对提取率的影响

从图4中可以看出随着超声温度的升高,山茶籽油提取率增大较快,当超声温度高于60℃后,提取率趋于稳定,溶液体系的渗透压达到了平衡,扩散速度趋于稳定,当温度高于70℃,由于采用的提取溶剂乙酸乙酯沸点较低,造成一小部分溶剂挥发,使山茶籽油提取率下降,因此确定超声温度为70℃。

2.5 超声功率对提取率的影响

准确称取烘干、粉碎后的山茶籽粉6份,颗粒粒度为60目,质量为15g,液料比7:1(mL/g)加入乙酸乙酯,超声功率分别为100、110、120、130、140、150W,超声温度70℃、超声时间50min。实验结果如图5所示。

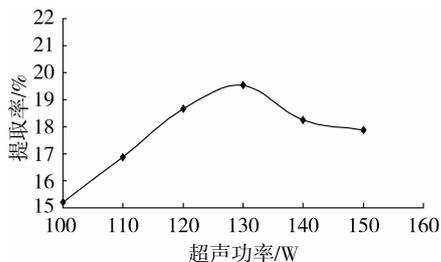


图5 超声功率对提取率的影响

由图5可知,随着超声功率的增大,山茶籽油的提取率先增加后略有下降。这是由于超声功率越大,空化现象比较强烈,山茶籽粒子的速度也增大,界面扩散层上的分子扩散就越快,山茶籽油的渗出速度就越大,而功率大于130 W时略有下降。超声波功率的继续增加,声压幅值增大,超声波的传播衰减将增大,而起不到空化效果,因此,超声功率为130 W时最佳。

2.6 正交设计确定最佳工艺条件

2.6.1 正交实验

通过山茶油提取工艺的初步实验分析可知,影响提取率的主要因素有:颗粒粒度、液料比、超声功率、超声温度、超声时间。因此用 $L_{16}(4^5)$ 表正交实验设计法进行实验,确定山茶油提取工艺的最佳条件,正交实验的因素和水平见表1。

表1 $L_{16}(4^5)$ 正交实验的因素和水平

水平	A 颗粒粒度 /目	B 超声时间 /min	C 液料比 /(mL/g)	D 超声温度 /°C	E 超声功率 /W
1	60	30	5:1	50	110
2	80	40	6:1	60	120
3	100	50	7:1	70	130
4	120	60	8:1	80	140

按照表2正交实验设计确定的配方,以提取率为指标,进行正交实验。

从表2中可看出,山茶油提取的最佳工艺条件组合为 $A_1B_3C_3D_3E_3$,即颗粒粒度为60目、超声时间50 min、液料比7:1、超声温度70 °C、超声功率为130 W。各因素对提取率的影响大小依次为: $B > C > E > A > D$,即超声时间 > 液料比 > 超声功率 > 颗粒粒度 > 超声温度。

表2 $L_{16}(4^5)$ 正交实验结果和分析

实验号	A	B	C	D	E	提取率/%
1	1	1	1	1	1	16.37
2	1	2	2	2	2	18.76
3	1	3	3	3	3	19.86
4	1	4	4	4	4	16.93
5	2	1	2	3	4	17.37
6	2	2	1	4	3	18.16
7	2	3	4	1	2	18.53
8	2	4	3	2	1	16.75
9	3	1	3	4	2	17.07
10	3	2	4	3	1	17.06
11	3	3	1	2	4	16.48
12	3	4	2	1	3	17.29

续表

实验号	A	B	C	D	E	提取率/%
13	4	1	4	2	3	16.86
14	4	2	3	1	4	18.58
15	4	3	2	4	1	17.73
16	4	4	1	3	2	16.97
K_1	71.92	67.67	67.98	70.77	67.91	
K_2	70.81	72.56	71.15	68.85	71.33	
K_3	67.90	72.60	72.26	71.26	72.17	
K_4	70.14	67.94	69.38	69.89	69.36	
R	4.02	4.93	4.28	2.41	4.26	

2.6.2 验证实验

用 $A_1B_3C_3D_3E_3$ 的条件做了三次平行实验,以验证实际是否与正交实验相符。三次平行实验提取率分别为18.97%、19.89%、19.79%。结果与正交实验基本相符,证明正交实验结果是可信的。

3 结论

本文采用超声辅助制备山茶油,通过正交实验确定了最佳制备条件,即颗粒粒度为60目、超声时间50 min、液料比7:1、超声温度70 °C、超声功率为130 W。在最佳工艺条件下进行验证实验,得到平均提取率为19.55%。

与其它方法相比,用乙酸乙酯做提取溶剂,采用超声辅助制备山茶油,其提取率较低,但该方法工艺操作简单、提取速度快、环境污染少、成本低,研究结果为工业化生产山茶油提供了一定的理论基础。

参考文献:

- [1]曾益坤,胡文龙. 山茶油冷冻脱脂工艺的研究[J]. 中国油脂, 2005, 30(4): 15-17.
- [2]张冰,章颖强,魏佳莉,等. 基于介电谱法的油茶籽油掺伪检测方法研究[J]. 中国粮油学报, 2012, 27(12): 111-115.
- [3]许明塔,陈剑锋. 尿素包合法制备油茶籽油中油酸的工艺研究[J]. 中国粮油学报, 2012, 27(5): 56-58.
- [4]B. Dave Oomah, Laurie Sitter. Characteristics of flaxseed hull oil [J]. Food Chemistry, 2009, 114(2): 623-628.
- [5]韩薇妍,赵有玺,龚平. 鄂西茶籽油的超临界 CO_2 萃取研究[J]. 食品科技, 2010, 35(4): 156-158.
- [6]王超,方柔,仲山民,等. 水酶法提取山茶油的工艺研究[J]. 食品工业科技, 2010, 31(5): 267-269.
- [7]韩丹丹,吴文夫,魏建华. 正交设计优化亚麻籽油提取工艺的研究[J]. 人参研究, 2012, 26(3): 24-26.
- [8]崔恩惠,方亮,吴文龙,等. 响应曲面法优化超声辅助提取黑莓种子油工艺[J]. 食品科学, 2012, 33(4): 26-30.
- [9]李良玉,曹荣安,于伟,等. 超声波辅助提取麦胚黄酮的技术研究[J]. 粮油食品科技, 2014, 22(4): 42-47.
- [10]石光雨,曲丽洁,孙丰梅,等. 花生衣多酚的超声波辅助提取工艺研究[J]. 粮油食品科技, 2013, 21(5): 37-39.
- [11]周卫东,李超. 超声辅助提取苘麻籽油的工艺优化[J]. 农业机械, 2011, 14(5): 46-49.
- [12]易军鹏,朱文学,马海乐,等. 牡丹籽油超声辅助提取工艺优化及其 GC-MS 分析[J]. 食品工业科技, 2009, 30(8): 198-201.
- [13]丁俊峰,曹建华,林建超. 超声波辅助提取蒜头果果油的工艺研究[J]. 食品科技, 2008, 33(11): 170-173.
- [14]严小平,李成平,金建昌. 超声波法提取西瓜籽油的工艺研究[J]. 中国粮油学报, 2012, 27(3): 53-56.
- [15]杨月云,王小光. 超声辅助萃取八角茴香油的工艺研究[J]. 中国调味品, 2012, 37(9): 55-58.