

超声波与微波萃取南瓜籽油的对比研究

麻明友¹, 肖卓炳¹, 麻成金², 吴显明², 陈上², 何则强²

(1.湖南省林产化工工程重点实验室, 吉首大学城乡资源与规划学院, 湖南 张家界 427000;

2.吉首大学化学化工学院, 湖南 吉首 416000)

摘要: 以南瓜籽为原料, 采用微波和超声波对南瓜籽油的萃取进行了对比研究, 采用正交法探讨了两种方法的最佳萃取条件和参数。结果表明: 微波萃取最佳工艺参数为: 溶剂为石油醚, 物料与溶剂的质量比为 1:7, 辐射累计时间为 7min, 功率为 640W, 油脂提取率达 39.98%; 超声波萃取最佳工艺参数为: 溶剂为石油醚, 物料与溶剂的质量比为 1:7, 浸泡时间为 24h, 油脂提取率达 38.77%。

关键词: 南瓜籽油; 微波萃取; 超声波萃取; 正交试验

Comparative Study of Microwave and Ultrasonic Extraction Methods of Pumpkin Seed Oil

MA Ming-you¹, XIAO Zhuo-bing¹, MA Cheng-jin², WU Xian-ming², CHEN Shang², HE Ze-qiang²

(1.Key Laboratory for Forest Products and Chemical Industry Engineering, College of Resources and Planning Sciences, Jishou University, Zhangjiajie 427000, China; 2.College of Chemistry and Chemical Engineering, Jishou University, Jishou 416000, China)

Abstract : The microwave and ultrasonic methods were used to extract pumpkin seed oil respectively, and their extraction conditions were optimized by orthogonal test. The results showed that the optimal conditions of the microwave extraction are as follows: petroleum ether as extraction solvent, mass ratio of raw material to extraction solvent 1:7, microwave irradiation time 7 min and power 640 W. For the ultrasonic extraction, they are as follows: petroleum ether as extraction solvent, mass ratio of raw material to extraction solvent 1:7 and soaking time 24 h. The oil extraction rates are 39.98 % and 38.77 % for the microwave and ultrasonic extraction methods under the optimal extraction conditions, respectively.

Key words: pumpkin seed oil; microwave extraction; ultrasonic extraction; orthogonal test

中图分类号: TS224.4

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2008)10-0345-04

南瓜籽又称白瓜籽、金瓜籽, 为葫芦科植物南瓜的成熟种子^[1], 是一味药食两用的中药, 在我国种植范围广、种类多、资源丰富, 极具开发价值。古有医学认为南瓜籽味甘、性温, 现代医学发现南瓜籽含有丰富的脂肪酸、氨基酸及多糖等。临床用于治疗绦虫病、血吸虫病, 具有降血糖、降血压、降血脂等多种功能^[2-3]。

南瓜籽油含量较高, 约占干重的 35%~50%, 最高可达到 64.4%^[4]。南瓜籽油中的脂肪酸有亚油酸、油酸、棕榈酸、硬脂酸、豆蔻酸、棕榈油酸、硬脂酸、亚麻酸、肉豆蔻酸、生酸、11,14-十八碳二烯酸、9,11-十八碳二烯酸、二十二碳酸、己酸以及辛酸等十几种, 其中主要脂肪酸为亚油酸、油酸、棕榈酸和硬脂酸。研究发现, 亚油酸等不饱和脂肪酸对降低血糖

血脂、抑制血小板凝聚、抗血栓、防治皮肤老化、糖尿病、肥胖症等具有显著效果。所以, 南瓜籽油不仅可作为优质的食用植物油源, 还具有特殊的营养保健作用, 是一种极具开发潜力的营养保健油源^[5]。另外, 南瓜籽中的蛋白质含量丰富, 粗蛋白含量约占种子干重的 29.05%。其中精氨酸含量最高, 占氨基酸总量的 16.3%, 其次是谷氨酸, 占总量的 14.6%, 缬氨酸、异亮氨酸、亮氨酸及苯丙氨酸 4 种必需氨基酸含量均超过联合国粮农组织规定的标准。此外, 南瓜籽中的矿物质和维生素含量也很丰富, K、P、Mg、Fe、Zn、Mn、Ca、Cu 等 9 种主要元素总量约占瓜籽干重的 1.96%^[6]。维生素主要有 VB₁、VB₂、VC、VE、VPP 及泛酸等^[7-9]。

目前, 对南瓜籽开发利用主要是加工成烘焙食品、

收稿日期: 2008-05-18

基金项目: 湖南省自然科学基金项目(06JJ50161); 湖南省教育厅科学研究项目(06C654; 08C670)

作者简介: 麻明友(1965-), 男, 教授, 主要从事食品和材料科学研究。E-mail: mamy_9589@163.com

饮料以及利用南瓜籽制造生奶^[10-11], 有关南瓜籽油提取的报道较少。中国粮油学会油脂专业分会“2020年中国长期发展规划”将南瓜籽油等特种油料资源的开发与利用列为油脂加工技术的研发重点^[12]。

微波萃取技术具有设备简单、适用范围广、萃取效率高、重现性好、节省时间、节省试剂、污染小、重现性好等特点^[13-14]; 而超声波萃取技术可以有效克服浸出时间长、浸出温度高、有效成分受热过程长、杂质浸出多、能源消耗大等缺陷, 从而提高植物油制取的经济效益。微波和超声波萃取技术是当前植物油最为常用的先进提取工艺之一。本实验采用微波和超声波萃取技术, 通过正交试验对比研究相关因素对南瓜籽油提取率的影响, 旨在为开发利用我国丰富的南瓜籽资源以及微波和超声波萃取南瓜籽油技术提供科学的实验依据。

1 材料与amp;方法

1.1 材料与试剂

南瓜籽 市购。

丙酮 江都市凯利达化工有限公司; 环己烷 常州市科源化工有限公司; 石油醚 南京兆川工贸有限公司。

1.2 仪器与设备

MKW-HR02 实验室用微波炉 青岛迈可威微波应用技术有限公司; KS-180EI 型超声波发生器 宁波海曙科生超声设备有限公司; SXT-06 索氏提取器 上海洪纪仪器设备有限公司; XA-1 型固体样品粉碎机 金坛市金分仪器有限责任公司; JA2003 型电子天平 上海沪铄电子科技有限公司; AEL-200 型电子分析天平 湘仪天平仪器设备有限公司; HH.S11-4型数显电热恒温水浴锅 南京昕航科学仪器有限公司; HH-2 型数显恒温水浴锅 金坛市金祥龙电子有限公司; KH-45 热风干燥箱 广州康诺医药食品化工机械公司; DHS20-1 多功能红外水分仪 郑州杰出科技有限公司。

1.3 方法

1.3.1 工艺流程

图1为整个实验的流程图。

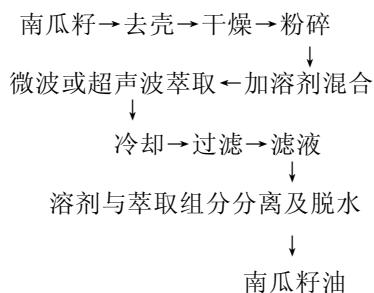


图1 微波及超声波萃取南瓜籽油的工艺流程

Fig.1 Flow chart of extraction of pumpkin seed oil using pumpkin seed as raw materials

1.3.2 南瓜籽含水量测定

精确称取南瓜籽2.0~5.0g放入DHS20-1型多功能红外水分仪中, 在温度105℃下干燥至恒重后, 读取含水量。分别做三组平行实验得到水分含量平均值。

1.3.3 索氏提取法测定南瓜籽油提取率

准确称量经干燥的南瓜籽粉末4~5g, 移入滤纸筒内, 将其放入脂肪提取器内, 连接好提取装置, 由提取器上端加入丙酮、环己烷或石油醚至瓶内容积的2/3处, 以每3~5min回流一次的速度于水浴上加热回流提取6~8h, 取下索氏提取瓶, 回收溶剂, 至瓶内溶剂剩1~2ml时, 于105℃恒温干燥箱中干燥2~3h, 冷却后称取油样。重复三次实验, 得到南瓜籽油提取率的平均值。

1.3.4 微波萃取

精确称取南瓜籽粉末20.0g装入烧瓶中, 加入不同比例溶剂, 浸泡30min后放入微波炉中于不同功率下辐射1min后, 取出冷却至室温, 再重新放入微波炉中辐射1min, 重复以上步骤直至辐射时间累积达到所定时间为止。最后用所选有机溶剂10ml洗涤烧瓶的残渣, 将所提溶液过滤于一烧瓶中, 分离干燥、称重, 计算提取率。

在前期实验基础上, 以溶剂、溶剂与物料比、微波功率及辐射累计时间四个因素为变量, 考察其对南瓜籽油提取率的影响, 并进行 $L_9(3^4)$ 正交试验, 求出最佳工艺条件及参数, 然后在此条件下进行南瓜籽油的微波萃取验证实验, 得出最佳条件下的萃取率。因素水平见表1。

表1 微波萃取因素水平表

Table 1 Factors and levels of orthogonal test on microwave extraction

水平	物料/溶剂(质量比)	微波功率(W)	辐射时间(min)	溶剂
1	1:3	580	5	环己烷
2	1:5	640	7	丙酮
3	1:7	700	9	石油醚

1.3.5 超声波萃取

精确称取20.0g南瓜籽粉末于烧瓶中, 加入一定比例的溶剂浸泡不同时间, 放入超声波反应器中超声30min, 取出冷却至室温, 小心倒出溶液。用所选有机溶剂10ml洗涤烧瓶残渣, 将所得溶液过滤于一烧瓶中, 分离干燥、称重, 计算提取率。以溶剂、溶剂与物料比、浸泡时间三个因素为变量, 考察其对南瓜籽提取率的影响, 并进行 $L_9(3^3)$ 正交试验, 求出最佳工艺条件及参数, 然后在此条件下进行南瓜籽油的超声波萃取验证实验, 得出最佳条件下的萃取率。因素水平见表2。

表2 超声波萃取因素水平表

Table 2 Factors and levels of orthogonal test on ultrasonic extraction

水平	物料/溶剂(质量比)	浸泡时间(h)	溶剂
1	1:3	8	环己烷
2	1:5	16	丙酮
3	1:7	24	石油醚

1.3.6 提取率计算

油脂提取率按下面公式进行计算:

$$\text{油脂提取率}(\%) = \frac{\text{萃取南瓜籽油}}{\text{南瓜籽仁量}} \times 100$$

2 结果与分析

2.1 南瓜籽水分含量

通过三组平行实验测定, 得到数据分别为 7.91%、7.76% 和 7.82%, 由此得到南瓜籽中平均水分含量为 7.83%。

2.2 南瓜籽油含量

通过平行实验, 采用索氏提取法测得南瓜籽油提取率为 45.11%、45.68% 和 46.22%, 由此得南瓜籽油平均提取率为 45.67%。

2.3 微波萃取南瓜籽油试验结果

表3 微波萃取的正交试验结果

Table 3 Results of orthogonal test on microwave extraction

试验号	A 溶剂	B 物料/溶剂(质量比)	C 功率(W)	D 辐射累计时间(min)	提取率(%)
1	环己烷	1:3	580	5	18.61
2	环己烷	1:5	640	7	31.24
3	环己烷	1:7	700	9	34.06
4	丙酮	1:3	640	9	21.92
5	丙酮	1:5	700	5	29.26
6	丙酮	1:7	580	7	35.16
7	石油醚	1:3	700	7	24.85
8	石油醚	1:5	580	9	33.81
9	石油醚	1:7	640	5	36.79
K ₁	27.970	22.160	29.193	28.220	
K ₂	28.780	31.437	29.983	30.783	
K ₃	32.183	35.337	29.757	29.930	
R	4.213	13.177	0.790	2.563	

由表3可知, 各因素对提取率的影响主次顺序为: 物料与溶剂质量比>溶剂>辐射累计时间>功率, 用微波提取南瓜籽油的最佳组合为 A₃B₃C₂D₂, 最佳工艺为: 溶剂为石油醚, 物料与溶剂质量比 1:7, 辐射累计时间 7min, 功率 640W。

2.4 超声波萃取南瓜籽油试验结果

表4显示各因素对提取率的影响主次顺序为: 物料与溶剂质量比>溶剂>浸泡时间, 用超声波提取南瓜籽

表4 超声波萃取正交试验结果

Table 4 Results of orthogonal test on ultrasonic extraction

试验号	A 溶剂	B 物料/溶剂(质量比)	C 浸泡时间(h)	提取率(%)
1	环己烷	1:3	8	15.38
2	环己烷	1:5	16	25.28
3	环己烷	1:7	24	34.02
4	丙酮	1:3	16	28.16
5	丙酮	1:5	24	30.76
6	丙酮	1:7	8	34.85
7	石油醚	1:3	24	30.73
8	石油醚	1:5	8	32.41
9	石油醚	1:7	16	36.62
K ₁	24.893	24.757	28.433	
K ₂	31.260	30.367	30.020	
K ₃	34.137	35.167	31.837	
R	9.244	10.410	3.404	

油的最佳组合为 A₃B₃C₃, 即最佳工艺为: 溶剂为石油醚, 物料与溶剂质量比 1:7, 浸泡时间 24h。

2.5 验证实验

为验证实验结果, 按上述试验确定的最佳条件, 分别采用微波法和超声波法进行三组平行实验, 表5和表6分别采用微波法和超声波法进行萃取的实验结果。从表5、6可看出, 采用微波萃取南瓜籽油提取率分别为 39.71%、40.07% 和 40.15%, 平均提取率为 39.98%; 采用超声波萃取南瓜籽油提取率分别为 38.24%、38.08% 和 39.01%, 平均提取率为 38.77%。提取率较高并具有重复性, 验证了所选工艺条件的合理性。

表5 微波萃取验证实验结果

Table 5 Results of validation experiment on microwave extraction

工艺条件	实验号	提取率(%)
A ₃ B ₃ C ₂ D ₂	1	39.71
	2	40.07
	3	40.15

表6 超声波萃取验证实验结果

Table 6 Results of validation experiment on ultrasonic extraction

工艺条件	实验号	提取率(%)
A ₃ B ₃ C ₃	1	38.24
	2	38.08
	3	39.01

3 结论

采用微波技术提取南瓜籽油的最佳工艺为: 溶剂为石油醚, 物料与溶剂质量比 1:7, 辐射累计时间 7min, 功率 640W, 按此条件得到南瓜籽提取率的平均值为 39.98%。

超声波提取南瓜籽油的最佳工艺为: 溶剂为石油醚, 物料与溶剂比 1:7, 浸泡时间 24h, 按此条件得到

南瓜籽提取率的平均值为 38.77%。

研究表明采用上述两种方法萃取南瓜籽油是可行的。从萃取提取率来看,微波萃取效果略优于超声波萃取,但超声波萃取温度低,萃取过程中对挥发性脂肪酸和不饱和脂肪酸等活性成分能起到较好保护作用,两者各有优点。

参考文献:

- [1] 吴国欣,李永星,陈密玉,等. 南瓜子的研究进展[J]. 海峡药学, 2003, 15(2): 11-13.
- [2] 刘洋,屈淑平,崔崇士. 南瓜营养品质与功能成分研究现状与展望[J]. 中国瓜菜, 2006(2): 27-29.
- [3] 卢颖,王永勤,任智捷. 南瓜功能成分研究的进展及在医药领域中的应用[J]. 食品与药品, 2005(7): 29-32.
- [4] 李全宏,闫红,王绍校,等. 超临界 CO₂ 流体萃取南瓜籽油的质量研究[J]. 食品科学, 2002, 23(5): 74-78.
- [5] 柳艳霞,刘兴华,汤高奇. 籽用南瓜籽的营养与籽油的特性分析[J]. 食品工业科技, 2005, 26(5): 157-161.
- [6] 周锡源,张玉芳. 南瓜籽营养发酵酸乳的工艺研究[J]. 粮油食品科技, 2003(6): 18-19.
- [7] 林媚,方修贵,郑益清. 南瓜籽保健饮料的研制[J]. 食品工业科技, 2002(1): 44-45.
- [8] 柳艳霞,刘兴华,徐金瑞. 籽用南瓜的食疗价值及开发利用[J]. 粮油加工与食品机械, 2002(11): 27-28.
- [9] 张耀威,崔崇士,李云红. 籽用南瓜油用性评价[J]. 中国瓜菜, 2005(4): 37-39.
- [10] 吴荣书,戈振扬. 南瓜籽蛋白饮料的研究[J]. 云南农业大学学报, 1996(3): 115-116.
- [11] 聂纯超,姚茂君. 南瓜籽生奶的研制[J]. 吉首大学学报: 自然科学版, 1997, 18(4): 95-96.
- [12] 中国粮油学会油脂专业分会. 2020年中国植物油料加工和油脂加工技术研究发展规划意见[J]. 中国油脂, 2004, 29(1): 5-9.
- [13] 孙美琴,彭超英. 微波萃取技术[J]. 广州食品工业科技, 2003, 19(2): 96-97.
- [14] 张成,贾绍义. 微波萃取技术及其应用[J]. 化学工业与工程, 2004(6): 57-60; 91.

欢迎订阅 2009 年

《面粉通讯》

《面粉通讯》创刊于 1987 年,系国内面粉生产技术类专刊,中国粮食行业协会小麦分会会刊。

本刊竭诚为您提供:了解国内外面粉工业前沿的科技动态、开展制粉理论研讨、解决制粉技术难题、展示“四新”产品、搜索市场信息的平台!

主要栏目:行业动态、制粉技术、制粉设备、品质监控、面制品及专用粉、原料及添加剂、论坛、企业管理、文献导读等。

《面粉通讯》国内外公开发行,中国标准连续出版物号:CN 32-1661/TS、ISSN 1672-1748。双月刊(逢双月 15 日出版),大 16 开,56 页,每期国内定价 8 元,全年 48 元。国内邮发代号:28-343,读者可在全国各地邮局订购,本社发行部常年办理订阅业务。国外发行:中国国际图书贸易总公司,代号:Q1804。

地址:南京市中山北路 101 号面粉通讯杂志社,邮编:210009,电话:025-86637098,传真:025-83309207, E-mail: jsmftx@163.com, Http: //www.flourmilling.com.cn

邮发代号: 28-343