

超声波处理提取华山松籽油的研究^{*}

李林强, 李建科, 刘迎利

(陕西师范大学 食品工程系, 陕西 西安 710062)

[摘 要] 研究了超声波强度、处理时间、处理时溶剂用量、处理次数对华山松籽油提取率的影响, 得出最佳处理条件为超声波强度 $200 \text{ kW}/\text{m}^2$, 处理 15 min , 样品与溶剂比(g/mL)为 $1/7$, 超声波处理 2 次, 华山松籽油提取率较理想。

[关键词] 超声波; 华山松籽; 提取率

[中图分类号] TS224.4

[文献标识码] A

[文章编号] 1671-9387(2003)05-0115-03

超声波是频率大于 20 kHz 的声波, 具有波动与能量的双重属性^[1]。其振动产生并传递强大的能量, 给予媒质粒子极大的速度和加速度, 加速度随着声波频率的增高而增大。超声波在某些物质中可以比一些电磁波穿透得更深, 停留时间也较长, 足以使物质中分子加速运动。由于大能量超声波的作用, 媒质粒子将处于约为其重力 10^4 倍的加速度交替周期波动中, 波的压缩和稀疏作用使媒质被撕裂出很多空穴, 这些小空穴瞬间生成、生长、崩溃, 从而会产生高达几千个大气压的瞬时压力, 即成为空化现象。由于这种空化对界面的扩散层的作用, 使扩散层上的分子扩散急剧加快, 从而使动植物中的油脂加速渗透出来, 出油率提高。超声波同时还具有机械振动、击碎、化学效应等作用, 都有助于油脂的提取^[2]。

我国华山松籽资源丰富, 分布北自山西沁源, 南至云南、贵州, 西至甘肃西部^[2], 也是陕西省主要林产品之一, 年产量约 2000 t ^[3]。华山松籽种仁大, 产量高, 是目前松仁商品主要种类(红松 *Pinus koraiensis*, 西伯利亚红松 *P. sibirica*, 瑞士五针松 *P. cambrica*)之一^[4]。目前, 关于华山松籽油研究开发的报道极少, 特别是还未见到有关超声波在华山松籽油提取方面的报道。本研究探讨超声波处理对华山松籽油的提取, 为开发华山松籽油提供参考。

1 材料与方法

1.1 样品来源

华山松籽采自秦岭南坡。

1.2 仪器设备和试剂

仪器 超声波发生器(ACR-600, 陕西师范大学

声学研究所), 电热干燥箱, 瓷研钵, 电子天平(感量 0.001 g), 数显恒温水浴锅, 离心沉淀机, 旋转蒸发仪。

试剂 正己烷(Ar)。

1.3 超声波提取

称取烘干后的华山松籽约 15 g , 于瓷研钵中充分研细, 将样品用玻璃棒或角勺移入干净烧杯中, 用溶剂(正己烷)洗涤研钵 3 次, 洗液并入烧杯, 加入正己烷至设定容量, 置超声波发生器探头于烧杯中, 深约 3 cm , 设定功率、时间进行超声波处理。处理结束后, 高速离心(14000 g) 30 min , 倾出上清液, 用旋转蒸发仪回收溶剂, 然后将提取物放入 $(105 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的烘箱中鼓风烘干 2 h , 直至前后 2 次重量差不超过 0.001 g 为止, 按下式计算华山松籽油提取率。

$$\text{脂肪}/\% = \frac{\text{提取物质量}}{\text{样品质量}} \times 100\%$$

2 结果与分析

2.1 超声波强度对华山松籽油提取率的影响

按试验设计称量好研细的松籽仁, 在不同的超声强度下各自提取 20 min , 其中样品与溶剂比(g/mL)为 $1/10$, 提取次数为 1, 然后测定提取率, 结果见图 1。由图 1 可见, 超声波强度越大, 华山松籽油的提取率就越高。这是由于超声波强度越大, 空化现象越剧烈, 媒质粒子的速度和加速度亦越大, 界面扩散层上的分子扩散就越快, 结果华山松籽中的油脂渗透出来的速度就越大。但当超声波强度达到一定值时, 华山松籽仁内外渗透压达到平衡, 随着超声波

* [收稿日期] 2003-03-03

[作者简介] 李林强(1971-), 男, 陕西扶风人, 在读硕士, 主要从事食品营养与卫生研究。

强度的提高, 华山松籽油的渗出率便趋于恒定。

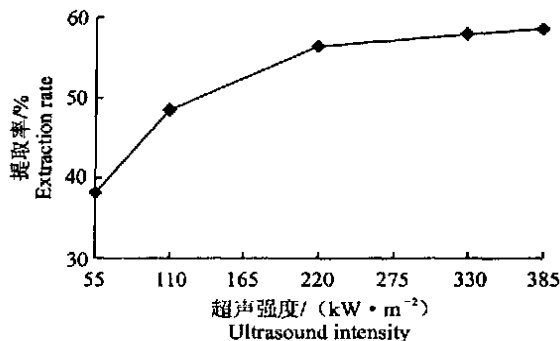


图 1 超声波强度与松籽油提取率的关系

Fig 1 Relation between intensity of ultrasonic and extraction rate of pine nut oil

2 2 超声波处理时间对华山松籽油提取率的影响

设定超声波强度为 $220\text{ kW}/\text{m}^2$, 提取次数为 1, 样品与溶剂比(g mL) 为 1 10, 比较处理时间对华山松籽油提取率的影响, 结果见图 2。由图 2 知, 超声波处理时间越长, 油脂浸出越充分; 但达到一定时间后, 当体系渗透压达到平衡后, 提取率则趋于恒定。可见超声波能在短时间(15 m in) 内对松籽油进行充分提取。

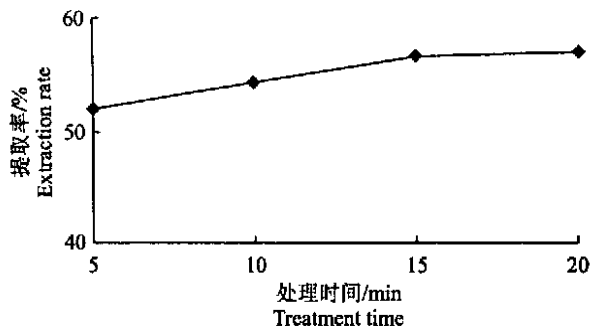


图 2 超声波处理时间与松籽油提取率的关系

Fig 2 Relation between ultrasonic treatment time and extraction rate of pine nut oil

2 3 华山松籽与溶剂比(g mL) 及提取次数对华山松籽油提取率的影响

在超声波强度为 $220\text{ kW}/\text{m}^2$, 超声处理时间为 15 m in 的条件下进行超声波提取, 结果见表 1。由表 1 知, 松籽油提取率不仅与溶剂的量有关, 而且与提取次数相关, 溶剂使用量越大, 提取次数越多, 浸提率越高。这是因为溶剂量越大, 体系渗透压越大, 油脂越易渗透出来; 多次提取率要比一次的高, 是因为每次重新提取就又建立了一个高渗透压条件, 使得油脂可以被充分浸提出来。

表 1 华山松籽油提取率与溶剂量及提取次数的关系

Table 1 Relation between extraction rate of pine nut oil and solvent amount and extraction times

提取次数 Extraction times	华山松籽与溶剂比(g mL) Ratio of seed kernel to solvent			
	1 3	1 5	1 7	1 9
1	48 6	52 3	55 4	56 8
2	53 7	56 4	59 6	59 7
3	58 6	59 6	59 7	59 7

注: 表中数据系 3 次测定平均值。下表同。

Note: Data in the table were the average out of 3 times The following tables are the same

2 4 综合因素对超声波提取松籽油得率的影响

在以上单因素提取试验的基础上, 为了考察多因素的综合效应, 以超声强度、提取次数、松籽质量与溶剂比、提取时间为因素, 以正交设计法观察影响提取率的各个因素。影响华山松籽油提取率的因素及水平见表 2, 正交试验结果见表 3。

表 2 影响超声波提取华山松籽油的因素及水平

Table 2 Influence of factors and levels on extraction rate of pine nut oil by ultrasonic treatment

水平 Levels	因素 Factors			
	A 强度/ (kW · m ⁻²) Ultrasonic intensity	B 次数 Times	C 松籽 溶剂 (g mL) Seed kernel solvent	D 时间/m in Time
1	180	1	1 3	5
2	200	2	1 5	10
3	220	3	1 7	15

表 3 各因素对华山松籽油提取率的影响

Table 3 Influence of factors on extraction rate of pine nut oil

试验号 Test No.	A	B	C	D	华山松籽油 得率/% Extraction rate
1	1	1	1	1	48 6
2	1	2	2	2	50 4
3	1	3	3	3	53 6
4	2	1	2	3	55 2
5	2	2	3	1	58 6
6	2	3	1	2	58 2
7	3	1	3	2	55 0
8	3	2	1	3	59 8
9	3	3	2	1	56 8
∑ I	152 6	158 8	166 6	164 0	
∑ II	172 0	168 8	162 4	163 6	
∑ III	171 6	168 6	167 2	168 6	
K ₁	50 9	52 9	55 5	54 7	
K ₂	57 3	56 3	54 1	54 5	
K ₃	57 2	56 2	55 7	56 2	
R	6 4	3 4	1 6	1 7	

由表 3 可见, 超声波处理因素对松籽油提取率有明显影响。超声波强度的极差最大, 其值为 6 4, 是影响提取率的主要因素。其次为提取次数, 极差为

3.4. 松籽质量与溶剂比及提取时间极差最小, 其值分别为 1.6 和 1.7, 说明在 4 因素中, 它们对提取率的影响相对较小, 且二者影响程度接近。本试验结果表明, 4 因素的最佳组合为: $A_2B_2C_3D_3$, 即超声波强度为 200 kW/m^2 , 提取 2 次, 松籽与溶剂比为 1:7, 超声处理 15 min, 提取效果较理想。

3 讨 论

3.1 超声波与传统方法对华山松籽油提取效果比较

超声波在生物活性物质的提取方面已有广泛应用, 在油脂提取方面的应用尚处初级阶段。本试验表明, 超声波对华山松籽油的提取效果十分理想, 提取率可达 59.8%。传统的压榨法和冷浸法对其提取率分别为 38.2% 和 48.4%, 比超声波提取率低。超声波处理可在 15 min 内完成提取过程, 而传统的冷浸法却需 36 h, 可见传统提取法不仅慢, 且出油率低。油脂浸提主要通过湿润渗透、分子扩散和对流扩散等作用, 将胚或榨饼中的油脂浸出来^[5]。超声波主要通过空化作用破坏组织, 产生局部粉碎^[6], 加大溶质比表面积, 加之空化作用亦能加快扩散层上分子的扩散作用, 强化以上浸提过程, 所以超声波不仅提取速度快, 且收率大大超过常规提取方法。在超声波提取中, 超声波强度、溶剂用量、提取时间、提取次数对松籽油的提取率有着程度不同的影响, 特别是溶剂

用量要合适, 不宜过大。若溶剂用量过大, 回收时间长, 则长时间高温会严重破坏松籽油中的不饱和脂肪酸。超声波提取在油脂实际生产中的工艺优化还应继续研究。

3.2 超声波提取与华山松籽油的品质

华山松籽油中含有很高的不饱和脂肪酸, 其中亚油酸含量为 63%, 油酸为 28%, 所以易在高温下氧化, 导致品质降低。超声波处理具有热效应, 随着超声波强度的升高, 料液温度也升高, 但可通过冷却使提取在 40℃ 左右进行。提取温度超过 50℃, 氧化发生在不饱和脂肪酸的双键上, 生成的氧化初级产物为环状氧化物, 而传统的压榨法取油效果除与压榨本身的因素有关外, 还取决于榨料的温度等其他因素, 所以高温会破坏松籽中的不饱和脂肪酸, 降低其营养价值。本试验表明, 超声波提取比传统提取法得率高, 而且提取温度低, 加之提取时间短 (15 min), 故有利于保护油脂中不饱和脂肪酸, 但必须考虑超声波提取过程中溶剂挥发对松籽油中不饱和脂肪酸的氧化问题。由于温度是促进油脂氧化的主要因素, 因此, 除了在提取时要注意保持适宜温度, 而且要着重考虑在溶剂挥发采用较低的温度, 比如采用真空加热挥发, 或者在溶剂挥发时添加抗氧化剂。有关这方面的问题还有待进一步研究。

[参考文献]

- [1] 梁汉华, 杨汝德, 郭乾初. 超声处理大豆浆体对提高蛋白质和固形物萃取率的作用[J]. 中国乳品工业, 1998, 26(3): 8-11.
- [2] 赵景联. 华山松籽仁的营养成分分析及产品开发[J]. 西部粮油科技, 1998, 23(5): 33-36.
- [3] 于俊林, 车喜良. 松仁的化学成分及功效[J]. 人参研究, 2001, 13(1): 25-27.
- [4] 郭孝武. 超声波技术在油脂加工提取中的应用[J]. 中国油脂, 1996, 21(5): 36-37.
- [5] 吴时敏. 功能性油脂[M]. 北京: 中国轻工出版社, 2001: 35.
- [6] 刘青, 戴传勇. 不同超声波频率对芒果甙提取率的影响[J]. 广西中医药, 2001, 24(4): 58-61.

Study on the extraction of seed kernel oil of *Pinus amandii* via ultrasonic treatment

L I L i n-q i a n g, L I J i a n-ke, L I U Y i n g-l i

(Department of Food Engineering, Shaanxi Normal University, Xi'an, Shaanxi 710062, China)

Abstract: Seed kernel of *Pinus amandii* was processed by ultrasonic wave to enhance the extraction rate of pine nut oil. Effect of several factors (ultrasonic wave intensity, treatment time, solution ratio, extraction times) on ultrasonic wave processing was explored. The optimum conditions for processing were obtained. The results showed that it is under the conditions (ultrasound wave intensity 200 kW/m^2 , treatment time 15 min, solution ratio 1:7 (g/mL), treatment times 2) that extraction rate of pine nut oil was better.

Key words: ultrasonic wave; seed kernel of *Pinus amandii*; extraction rate