

胡麻胶超声萃取工艺研究

高忠东 (山西省农业科学院农产品加工研究所, 山西太原 030031)

摘要 [目的]优化超声提取胡麻胶的工艺。[方法]在单因素试验的基础上,选择超声功率、提取温度、提取时间、提取次数为自变量,胡麻胶提取率为响应值,利用 Box-Behnken 试验和响应面分析法,研究各自变量及交互作用对胡麻胶提取率的影响。[结果]超声提取胡麻胶最佳工艺参数:超声功率 280 W、提取温度 56 ℃、提取时间 57 min,在此条件下,胡麻胶提取率达 14.62%。[结论]该工艺切实可行,可为胡麻胶的高效提取提供理论依据。
关键词 胡麻;超声;优化;响应面
中图分类号 S565.9 **文献标识码** A **文章编号** 0517-6611(2016)24-082-03

Study on Technology of Ultrasonic Extraction of Flaxseed Gum
GAO Zhong-dong (Institute of Agricultural Products Processing, Shanxi Academy of Agricultural Sciences, Taiyuan, Shanxi 030031)
Abstract [Objective] The aim was to optimize ultrasonic extraction of flaxseed gum. [Method] On the basis of single factor experiment, selecting ultrasonic power, extraction temperature, time, times as independent variables, extraction yield of flaxseed gum as response value, using Box-Behnken experiment and response surface analysis method, effects of each variable and interaction on extraction yield of flaxseed gum were studied, the prediction model of quadratic polynomial regression equation was simulated. [Result] The optimal technical parameters were: ultrasonic power 280 W, extraction temperature 56 ℃, time 57 min, under the above conditions, the extraction yield reached 14.62%. [Conclusion] The technique is feasible, which can provide technical basis for high efficiency extraction of flaxseed gum.
Key words Flax; Ultrasonic; Optimization; Response surface

胡麻胶又名亚麻胶、富兰克胶,主产于我国北方,是采用优质胡麻籽为原料,经精选、清洗、浸提、浓缩、干燥而得到的一种纯天然、无污染的植物胶,是国家绿色食品发展中心认定的绿色食品专用添加剂^[1]。胡麻胶是新开发研制的一种新型天然高分子多糖胶,在干粉状态时,胶的分子像缠绕的线团,加入水后,由于水分子的静电作用,使胶分子开始舒展,形成新的氢链,使溶胶变稠,成为黏度很高的胶液^[2]。胡麻胶具有增稠、乳化、起泡等独特的性能,可应用于食品、医药、化妆品、钻井、造纸等行业^[3]。笔者优化超声提取胡麻胶工艺,以期为胡麻胶的高效提取提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料 胡麻来源于山西右玉。

1.2 超声提取胡麻胶方法 工艺流程:胡麻粕→粉碎、过 30 目筛→超声浸提处理→离心取上清→减压浓缩→醇沉→真空冷冻干燥→粉碎→胡麻胶。

首先将胡麻粕原料粉碎、过 30 目筛后,取胡麻粕粉末于圆底烧瓶中,选择一定料液比(1:4),调节,在一定温度下浸提,浸提液离心,后取上清液。水洗沉淀离心,合并上清液。减压浓缩上清液至原体积的 1/4,冷却后边加无水乙醇边搅拌,至一定醇沉浓度,静置离心分离后得沉淀,后经冷冻干燥得到胡麻胶。

1.3 单因素试验 考察超声功率、提取时间、提取温度、提取次数对胡麻胶提取率的影响,改变其中一个因素,固定另 3 个因素,进行单因素试验。

1.4 响应面法优化超声提取胡麻胶工艺 在单因素试验的基础上,以超声功率、提取时间、提取温度为考察变量,提取率为响应值,采用 3 因素 3 水平的响应面分析方法优化提取

工艺参数^[4](表 1)。

表 1 胡麻胶提取响应面分析因素和水平
Table 1 Factors and levels of flaxseed gum extraction response surface analysis

水平 Levels	因素 Factors		
	超声功率(A) Ultrasonic power//W	提取温度(B) Extraction temperature//℃	提取时间(C) Extraction time min
-1	240	50	50
0	260	55	55
1	280	60	60

2 结果与分析

2.1 超声功率对胡麻胶提取率的影响 由图 1 可知,随着超声功率的增加,胡麻胶的提取率逐渐增大,当达到一定功率后(280 W),溶液达到平衡,提取率不再递增。因此,选择超声功率 280 W。

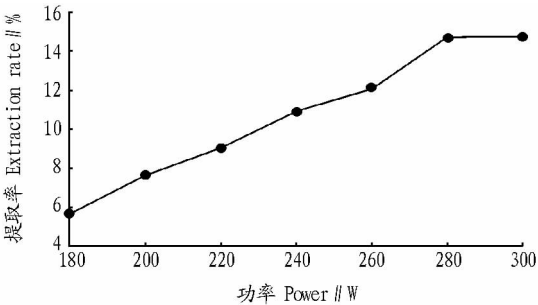


图 1 超声功率对胡麻胶提取率的影响
Fig.1 Effects of ultrasonic power on extraction yield of flaxseed gum

2.2 提取温度对胡麻胶提取率的影响 由图 2 可知,胡麻胶提取率随提取温度的增加而增加,在提取温度范围内(40~70 ℃),提取率持续增加,由于高温会造成胡麻胶黏性不可逆下降。因此,选择提取温度 55 ℃。

2.3 提取时间对胡麻胶提取率的影响 由图 3 可知,胡麻

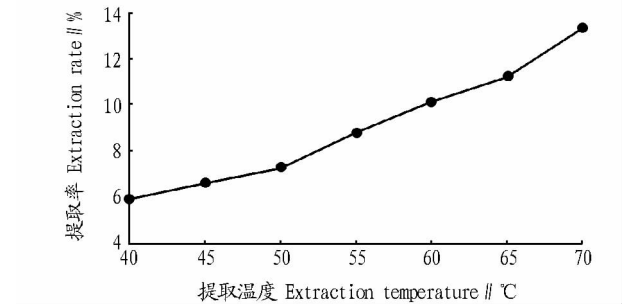


图2 提取温度对胡麻胶提取率的影响

Fig.2 Effects of temperature on extraction yield of flaxseed gum
胶提取率随提取时间的延长而增加,当提取时间为 55 min 时,提取率基本达到最高值,之后延长提取时间,提取率不再显著增加。因此,选择提取时间 55 min。

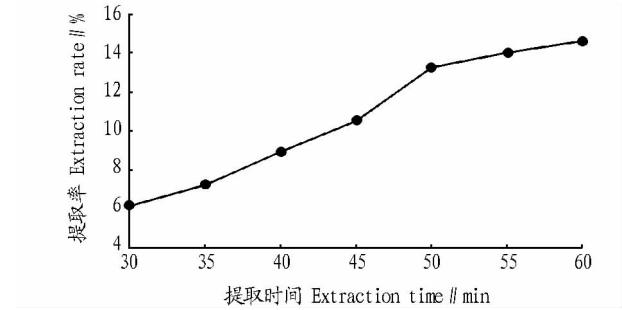


图3 超声时间对胡麻胶提取率的影响

Fig.3 Effects of time on extraction yield of flaxseed gum
2.4 提取次数对胡麻胶提取率的影响 由图 4 可知,胡麻胶提取率随提取次数的增加而增加,当提取次数为 4 时,提取率基本达到最高值,之后增加提取次数,提取率不再显著增加。

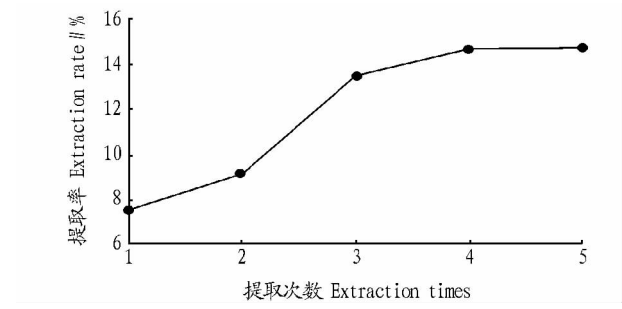


图4 提取次数对胡麻胶提取率的影响

Fig.4 Effects of times on extraction yield of flaxseed gum
2.5 Box – Behnken 试验设计与响应面试验分析 在单因素试验基础上确定了显著因子(超声功率、提取时间、提取温度)的最佳取值范围,按照 Box – Behnken 的中心组合设计原理,在这 3 个因素的响应区取 3 个水平,使用 Design – Expert V8.0.6 软件设计 3 因素 3 水平的响应面试验,每个试验进行 3 次重复,Box – Behnken 试验因素与水平见表 1,响应面试验设计及结果见表 2。

$$R1 = +13.99 + 1.764A + 0.90B - 0.39C - 0.18AB + 0.33AC + 0.28BC - 0.99A^2 - 0.72B^2 - 0.51C^2$$

由表 2 可知,在回归模型中,因素 A – A、B – B、C – C 表现影响极显著 ($P < 0.001$), AC、BC 表现影响显著 ($P < 0.05$),决定系数 R^2 为 0.991 2 $>$ 0.900 0,说明模型达到较好

的拟合程度,调整后的 Adj R – Squared = 0.979 8,说明回归方程的拟合性很好。

表 2 响应面试验设计及结果
Table 2 Response surface experiment design and results

试验号 Test No.	因素 Factors			胡麻胶提取率 (R1) Extraction yield of flaxseed gum // %
	A	B	C	
1	-1	-1	0	9.57
2	1	-1	0	13.57
3	-1	1	0	11.33
4	1	1	0	14.62
5	-1	0	-1	11.49
6	1	0	-1	14.21
7	-1	0	1	10.11
8	1	0	1	14.15
9	0	-1	-1	12.36
10	0	1	-1	14.01
11	0	-1	1	10.95
12	0	1	1	13.71
13	0	0	0	13.97
14	0	0	0	13.94
15	0	0	0	14.03
16	0	0	0	14.01
17	0	0	0	13.98

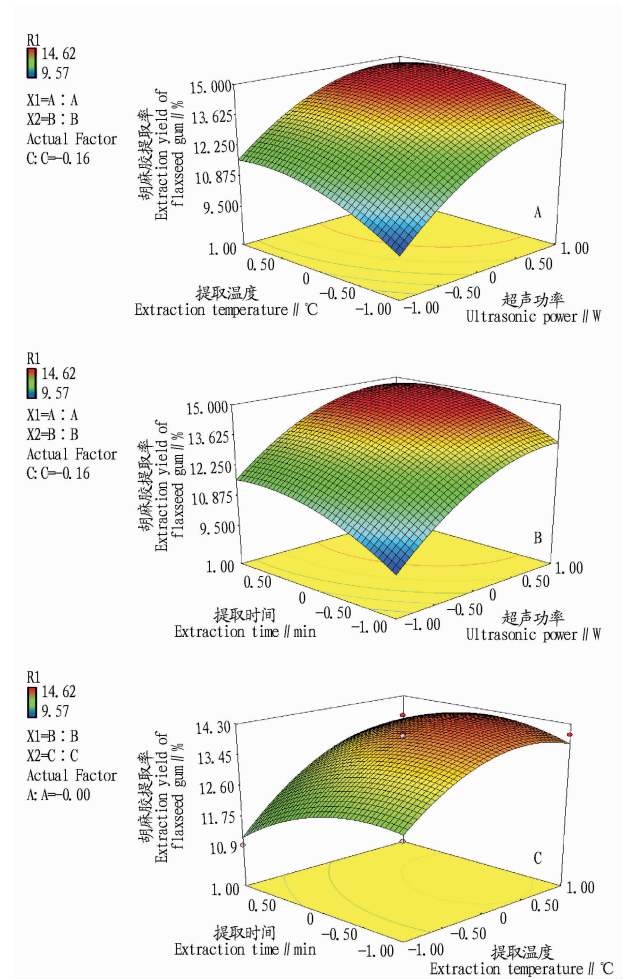


图5 两因素交互作用对胡麻胶提取率的响应面

Fig.5 Response surface of two factors interaction on extraction yield of flaxseed gum

从图 5 可以看出,超声功率、提取时间对胡麻胶提取率的影响最大,提取温度次之,方差分析结果也与该结果相吻合,超声功率、提取时间和提取温度三者对应的 P 值均小于

0.05,达到显著水平。

由回归方程并结合响应面分析,得到超声提取胡麻胶的最佳工艺参数:超声功率 280 W,提取温度 56 ℃,提取时间 57 min,在此条件下,胡麻胶的理论提取率为14.62%。

2.6 验证试验 为验证响应面分析法所得结果的可靠性,采用上述优化条件进行 5 次平行试验。在实际提取过程中,将试验条件调整为提取功率 280 W,提取温度55 ℃,提取时间 55 min,进行验证试验,得到胡麻胶的平均提取率为 16.71%,与理论值较为接近,表明该数学模型对优化超声提取胡麻胶的工艺是可行的。

3 结论

该研究采用响应面法对超声提取胡麻胶的工艺进行优

化,结果表明,超声提取胡麻胶的最佳工艺参数:超声功率 280 W,提取温度 56 ℃,提取时间 57 min,在此条件下,胡麻胶的理论提取率为 14.62%。经验证试验表明,该工艺切实可行,可为胡麻胶的高效提取提供理论依据,也为其他植物胶的提取提供参考。

参考文献

[1] 罗彤彤,唐燕祥,单齐梅,等. 胡麻胶提取新工艺的研究[J]. 矿冶,2003,12(4):92-95.
[2] 黄慧福,赵丛丛. 影响胡麻胶黏度因素的研究[J]. 食品科技,2012,37(12):264-267.
[3] 施树,赵国华. 胡麻籽功能成分的研究与应用进展[J]. 中国食品添加剂,2007(6):117-119.
[4] 林建原,季丽红. 响应面优化银杏叶中黄酮的提取工艺[J]. 中国食品学报,2013,13(2):83-90.

(上接第 81 页)

2.3 4-氯苯氧乙酸的检出限和线性范围 用空白豆芽样品作为基质溶液逐级稀释标准工作溶液,以验证方法的灵敏度,以信噪比(S/N)为 3:1时的浓度确定为检出限(LOD),并配制一系列浓度的标准工作溶液,采用上述色谱条件进行测定,以定量离子的峰面积 Y 为纵坐标,浓度 X(μg/L)为横坐标进行线性回归分析,重复 6 次,取平均值。结果表明,该方法 4-氯苯氧乙酸的最低检出限为 20 μg/kg,4-氯苯氧乙酸标准溶液浓度在 20~500 μg/L 与响应值线性关系良好,回归方程为 $Y=6.63566x+85.559$,相关系数 $r=0.9981$ 。

2.4 方法的准确度和精密度 在不含 4-氯苯氧乙酸的豆芽样品中加入标准工作溶液,配制 20、60、100 μg/kg 3 个水平的加标样品,按优化后的提取方法和色谱条件进行添加回收率试验,结果见表 3。由表 3 可知,在加标水平为 20、60、100 μg/kg 时平均回收率分别为 87.62%、102.10% 和 100.00%,其 RSD 分别为 3.48%、4.92% 和 6.59%。表明该研究采用的提取、净化、检测方法具有较高的准确度和较好的重复性,均可满足 4-氯苯氧乙酸在豆芽中残留分析的要求。

表 3 豆芽中 4-氯苯氧乙酸标样添加回收率
Table 3 Average recovery rate of 4-chlorophenoxyacetic acid in bean sprouts

添加水平 Spiked level μg/kg	试验号 Test code	检测值 Detected valu μg/kg	回收率 Recovery rate %	平均回收率 Average recovery rate //%	相对标准偏差 RSD %
20	1	18.23	91.13	87.62	3.48
	2	18.26	91.32		
	3	17.22	86.10		
	4	16.90	84.52		
	5	17.59	87.93		
	6	16.94	84.71		
60	1	63.68	106.13	102.10	4.92
	2	57.74	96.24		
	3	62.78	104.64		
	4	60.82	101.36		
	5	57.74	96.24		
	6	64.78	107.96		
100	1	91.50	91.50	100.00	6.59
	2	101.73	101.73		
	3	102.45	102.45		
	4	92.19	92.19		
	5	106.85	106.85		
	6	105.26	105.26		

2.5 样品分析 应用该方法对市面上购买的 20 组豆芽样品进行检测,结果其中 2 组含有 4-氯苯氧乙酸,残留量分别为 40.97 和 29.36 μg/kg。在实验室内分别培育 10 组不含目标化合物的黄豆芽、绿豆芽样品,采用该方法进行检测,未发现有 4-氯苯氧乙酸残留,证明该方法在实践中具有可操作性。

3 结论

该研究采用氢氧化钠溶液提取,经 Oasis HLB 固相萃取柱净化,液相色谱串联质谱法测定,最终建立了固相萃取-超高效液相色谱串联质谱法测定豆芽中 4-氯苯氧乙酸残留量的方法。经验证该方法能够有效地检测 4-氯苯氧乙酸在豆芽样品中的残留,并具有灵敏度高、准确度和稳定性良好、操作简捷等特点,满足豆芽样品中 4-氯苯氧乙酸残留分析的要求,同时为 4-氯苯氧乙酸在其他植物源食品中的残留分析提供参考。

参考文献

[1] 北京市海淀区产品质量监督检验所(国家食品质量监督检验中心). 豆芽中 4-氯苯氧乙酸 6-苄基腺嘌呤 2,4-滴 赤霉素 福美双的测定,DB11/T 379—2006[S]. 北京:北京市质量技术监督局,2006.
[2] 吉林农业大学. 豆芽中 4-氯苯氧乙酸钠的测定 高效液相色谱法:DBS22/009—2013[S]. 吉林省卫生厅,2013.
[3] 张玉娟,张志强,刘静. 豆芽中 4-氯苯氧乙酸钠检测现状综述[J]. 科技风,2014(15):177,195.
[4] 夏慧,陆自强,杨益众. 高效液相色谱法测定豆芽中 2,4-二氯苯氧乙酸残留[J]. 扬州大学学报(农业与生命科学版),2011,32(4):86-89.
[5] WONG Y S. Gas liquid chromatography determination of 4-chlorophenoxy-acetic acid residues in mung bean sprouts[J]. J Assoc Off Anal Chem, 1982,65(5):1118-1121.
[6] 劳水兵,刘丽辉,周其峰. 2-甲基-4-氯苯氧乙酸钠在甘蔗茎和土壤中的残留检测方法[J]. 广东农业科学,2014(1):137-140.
[7] 黄卫平. 高效液相色谱法测定豆芽中 4-氯苯氧乙酸钠残留量[J]. 检验技术,2002,36(1):44-45.
[8] 李小平,蒋经纬,范建中,等. 固相萃取 HPLC 法测定豆芽中 4-氯苯氧乙酸钠[J]. 中国卫生检验杂志,2006,16(3):267-268.
[9] 颜金良,颜勇卿,王立,等. 离子色谱法快速测定豆芽中 4-氯苯氧乙酸残留量[J]. 中国卫生检验杂志,2006,16(10):1207-1208.
[10] GE L, PEH C Y C, YONG J W H, et al. Analyses of gibberellins by capillary electrophoresis-mass spectrometry combined with solid-phase extraction[J]. Chromatogr A, 2007,1159(1/2):242-249.
[11] 张亚莲,柳茜,王岁楼,等. 高效液相色谱-串联质谱法测定豆芽中 8 种药物残留[J]. 分析测试学报,2015,34(2):164-170.
[12] 谢寒冰,周明莹,赵海峰,等. 高效液相色谱-四极杆飞行时间质谱法同时检测豆芽中的 3 种外源植物激素残留[J]. 色谱,2014,32(5):493-498.