

水酶法制取高芝麻素酚芝麻油的工艺优化

龙红杏¹, 史海明², 姜元荣², 李保国^{*1}

(1. 上海理工大学 医疗器械与食品学院, 上海 200093; 2. 丰益(上海)生物技术研发中心有限公司, 上海 200137)

摘要: 为制取高芝麻素酚含量的芝麻油, 采用酶法从具有水解糖苷活性的酶中筛选出转化芝麻素酚能力强的酶, 通过单因素试验以及响应面优化, 确定了最优工艺条件。结果表明, Aromase H2 酶在酶解芝麻素酚糖苷制备高芝麻素酚芝麻油中效果最好, 在制取的芝麻油酸价达标条件下, 酶解反应最佳条件为: 酶解温度 55 ℃、pH 4.5、酶解时间为 9.2 h、Aromase H2 酶添加量(质量分数)1%、料液比 1:1.3(g:g)。制取的芝麻油中, 芝麻素酚质量分数可达 3 000 mg/kg, 木脂素总量提高约 23%。

关键词: 芝麻油; 水酶法; 芝麻素酚; 单因素试验; 响应面

中图分类号: TS 225.11 文章编号: 1673-1689(2020)09-0068-08 DOI: 10.3969/j.issn. 1673-1689.2020.09.010

Preparation of High Sesaminol Sesame Oil by Aqueous Enzymatic Method

LONG Hongxing¹, SHI Haiming², JIANG Yuanrong², LI Baoguo^{*1}

(1. School of Medical Instrument and Food Engineering, University of Shanghai for Science and Technology, Shanghai 200093, China; 2. Wilmar (Shanghai) Biotechnology Research & Development Center Co., Ltd., Shanghai 200137, China)

Abstract: To prepare high sesaminol sesame oil, a screening was performed to select an enzyme having the strongest ability to yield sesaminol by aqueous enzymatic method. Based on single factor test and response surface methodology, the optimal aqueous enzymatic extraction conditions of high sesaminol sesame oil were obtained as following: Aromase H2, reaction temperature 55 ℃, pH 4.5, time 9.2 h, enzyme dosage 1% and the ratio of solid to liquid 1:1.3. Under the optimized condition, the content of sesaminol in sesame oil was increased up to 3 000 mg/kg. The total amount of lignans was increased by nearly 23%.

Keywords: sesame oil, aqueous enzymatic method, sesaminol, single factor test, response surface methodology

芝麻油因其风味独特、不饱和脂肪酸含量较高、富含维生素 E、植物甾醇、芝麻素、芝麻酚等功能性成分, 深受大众喜爱, 是一种公认的健康油脂^[1]。木脂素是一类具有清除体内自由基、抗氧化作用的

天然化合物^[2], 以多种形式广泛分布于植物中, 尤其是在芝麻和亚麻籽中含量较高。研究表明, 芝麻油具有突出的氧化稳定性, 与其含有的芝麻木脂素密切相关^[3]。芝麻中主要的木脂素包括油溶性的芝麻

收稿日期: 2019-08-03

基金项目: 上海市科技创新行动计划项目(19391904000); 上海市联盟计划项目(LM201855)。

* 通信作者: 李保国(1961—), 男, 博士, 教授, 博士研究生导师, 主要从事食品与农产品加工技术研究。E-mail: lbaoguo@126.com

素和芝麻林素以及以糖苷形式存在的水溶性芝麻素酚糖苷^[4]。然而由于芝麻素和芝麻林素无酚羟基,本身抗氧化活性并不高,所以芝麻油的抗氧化活性主要来源于木脂素的转化产物,如焙炒后产生的芝麻酚、酶解或精炼后产生的芝麻素酚等^[5]。在芝麻木脂素中,芝麻素酚和芝麻酚抗氧化活性最强^[6],而相较于芝麻酚,芝麻素酚的热稳定性更好^[7],因此提高芝麻油中芝麻素酚的含量,有利于提升芝麻油的品质。

近年来,国内外关于芝麻木脂素的研究主要集中在芝麻木脂素定量检测方法的建立^[8-9]、芝麻素酚糖苷的分离纯化^[10-11]、酶法制备芝麻素酚^[12]以及芝麻油品质的分析^[13]等。以提高芝麻油中木脂素含量为目的,制备高芝麻素酚芝麻油鲜有报道。芝麻油的提取方式多样,其中水酶法条件温和、能耗低、制取的毛油品质好,蛋白质资源可再利用,无须深度精炼即可食用,且不存在溶剂残留等而备受关注^[14]。但现有水酶法的文献大多关注于油料中蛋白质的回收利用^[15-16]、提高出油率^[17-18]等,对油品品质的强化研究很少。作者以提高芝麻油中芝麻素酚含量为目的,通过水酶法将水溶性芝麻素酚糖苷转化为油溶性的芝麻素酚,并对影响酶解的因素进行工艺参数优化,制取高芝麻素酚芝麻油。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

埃塞黄白芝麻:超市购买,经 M-100 石磨研磨成酱备用;Rapidase sensation、Rapidase fiber、Bakezyme wholegain、Brewers compass 酶:DSM 公司产品;Aromase H2、Cellulase A 酶:天野酶制剂(江苏)有限公司上海分公司产品;盐酸、氢氧化钠、正己烷、无水甲醇、异丙醇、酚酞(均为分析纯):国药集团化学试剂有限公司产品;无水甲醇(色谱纯):上海安谱实验科技有限公司产品。

1.2 仪器与设备

M-100 石磨:现林石磨农副产品开发有限公司产品;安捷伦 1260 高效液相色谱仪:安捷伦科技(美国)有限公司产品;pH 计:梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司产品;台式恒温振荡器:常州诺记仪器有限公司产品;5810R 台式高速冷冻离心机:Eppendorf(艾本德)生命科学公司产品;圆周振荡器:IKA(艾卡)集团产品。

1.3 方法

1.3.1 芝麻含油率的测定 按照 GB/T 11761—2006 方法测定。测得实验中所用芝麻含油率为 59.44%,符合一级制油用芝麻含油指标。

1.3.2 芝麻酱的制备方法 将芝麻过水清洗后,沥水晾干至水分质量分数 26.8%;在液压平底锅炒制,温度控制为 170 ℃;经扬烟后入石磨研磨,控制料温 89 ℃,磨浆转速:35~38 r/min;取磨完的酱入兑浆锅备用。

1.3.3 水酶法酶解工艺 酶解液制备:称取 50 g 蒸馏水,水浴加热至酶的最适温度 45~60 ℃,用 0.1 mol/L HCl 或 0.1 mol/L NaOH 将 pH 调节至酶的最适 pH,称取 1 g 酶加入调好 pH 的溶液中,搅拌至完全溶解备用。

工艺流程:称酱→加水→摇匀→加酶→调节 pH→酶解→灭酶→冷却离心→取油。

具体步骤:称取 3 份芝麻酱各 20 g,放入 3 个酶解摇瓶中,依次加入 55 ℃蒸馏水 20 g 以及 10.2 g 配制的酶液,搅拌均匀,用 0.1 mol/L HCl 或 0.1 mol/L NaOH 调节至酶的最适 pH 值,置于 50 ℃恒温振荡水浴锅中以 150 r/min 酶解 8 h,取出加热至沸腾灭酶 3 min。冷却至室温,倒入离心管,8 000 r/min 离心 5 min,分取油水层。

1.3.4 酶的选择 通过分析芝麻素酚糖苷的结构,考察具有水解糖苷作用的不同种类酶的酶解效果,选出 6 种效果较好的酶,并比较酶解后芝麻素酚含量以及酶解的稳定性进一步筛选适宜的酶。

6 种酶的最适作用条件为:Rapidase sensation、Rapidase fiber、Bakezyme wholegain 和 Brewers compass 酶的最适 pH 值为 5.7,最适温度为 45~55 ℃;Aromase H2 和 Cellulase A 酶的最适 pH 值为 4.5,最适温度为 50~60 ℃。

1.3.5 单因素试验 以芝麻素酚质量分数和芝麻油酸价为指标,分别考察不同酶解时间、酶解温度、加酶量(芝麻酱质量的百分比)、pH 值和料液比对芝麻素酚质量分数和芝麻油酸价的影响。

1.3.6 芝麻素酚的定量检测 称取 0.5 g 芝麻油,依次用 8、8、5 mL 甲醇充分振摇提取,离心后合并 3 次上清液,定容至 25 mL,摇匀后经 0.45 μm 滤膜过滤,用 HPLC 外标法定量检测芝麻素酚的含量。用无水甲醇逐级稀释芝麻素酚标准品,配制成一系列质量分数分别为 6.9、13.8、69、138、276、690 ng/μg 溶

液,绘制成横坐标为芝麻素酚质量分数 x ,纵坐标是芝麻素酚峰面积 y 的标准曲线 $y=17.0577x-101.8199$ 。

1.3.7 酸价的检测 水酶法提取芝麻油的酸价测定按 GB 5009.229—2016 方法测定。

1.3.8 响应面试验设计 根据单因素试验结果,以酶解时间、酶解温度和料液比为关键因素,设计三因素三水平 Box-Behnken 响应面试验,以芝麻素酚质量分数和芝麻油酸价为相应指标,共设计 5 个中心点和 17 个不同组合的试验,试验因素水平如表 1 所示。

表 1 响应面试验的因素水平及编码

Table 1 Factors and levels used in response surface experiments

变量	编码	水平		
		-1	0	1
酶解时间/h	A	6	8	10
加酶量/%	B	0.8	1	1.2
料液比(g:g)	C	1:1.3	1:1.5	1:1.7

表 2 不同酶对芝麻油中木脂素质量分数的影响

Fig. 2 Effect of different enzymes on the content of lignans in sesame oil

类别	芝麻素酚	芝麻素	芝麻林素	总木脂素
对照	370.2±15.1	5 729.4±12.7	4 524.9±9.1	10 624.5±17.8
Rapidase sensation	1 998.0±1 138.7	5 616.2±42.8	4 566.6±40.5	12 180.8±1 056.2
Rapidase fiber	746.3±40.6	5 552.2±73.5	4 527.9±72.1	10 826.4±183.8
Bakezyme wholegain	1 504.6±1 432.4	5 563.2±88.0	4 531.8±67.9	11 599.6±1 279.3
Brewers compass	1 966.4±1 243.0	5 574.1±70.4	4 528.9±62.9	12 069.4±1 187.6
Aromase H2	3 520.4±26.1	5 509.5±43.0	4 448.1±32.0	13 477.9±100.7
Cellulase A	1 487.0±934.2	5 452.5±347.1	4 427.6±277.6	11 367.1±810.9

2.2 单因素实验结果与分析

2.2.1 酶解时间对酶解效果的影响 酶解时间对酶解效果及酸价的影响如图 1 所示。由图 1 可知,随着酶解时间的延长芝麻素酚质量分数及酸价呈现逐渐增大趋势,且 8 h 之前酶解速率较快。这是因为随着时间的增加,植物细胞壁逐渐被破坏,酶与底物反应加快,芝麻素酚的质量分数也随之增加。8 h 之后酶解速率变慢,这是由于可提取出的芝麻油浓度逐渐降低,酶活力降低,提取速率也随之减慢。当酶解 8 h 时,芝麻油酸价为 2.32 mg/g(以 KOH 计,下同),符合国标一级芝麻油标准酸价 ≤ 2.5 mg/g;当酶解 12 h 时,酸价为 2.59 mg/g > 2.5 mg/g,超出一

1.3.9 数据处理 单因素试验、酸价检测均重复 3 次,取平均值,数据采用 SPSS 16.0 软件进行方差分析, $P < 0.05$ 表示差异显著,采用 Design-Expert V8.0 软件进行响应面优化。

2 结果与分析

2.1 不同酶对制取芝麻油中木脂素质量分数的影响

在酶解温度和 pH 分别为各酶的最适条件、加酶量为 1%、酶解时间为 24 h 和料液比为 1:1.5(g:g)的条件下,不同种类酶解对制取芝麻油中木脂素的影响如表 2 所示。由表 2 可知,不同种类的酶酶解效果存在明显差异。其中 Aromase H2 酶解效果最佳,酶解后芝麻素酚糖苷转化为芝麻素酚的质量分数最高,较不加酶对照组芝麻素酚质量分数提高了 3 150.2 mg/kg。其次是 Rapidase sensation, Bakezyme wholegain, Brewers compass,但这 3 种酶重复性较差,可能是由于酶的均一性不好、酸性条件下稳定性不佳等原因导致,所以选择 Aromase H2 作为后续实验中所用酶。

级芝麻油标准的范围。酶解 24 h 时油品已酸败,无法食用。所以选择 8 h 为最佳酶解时间。

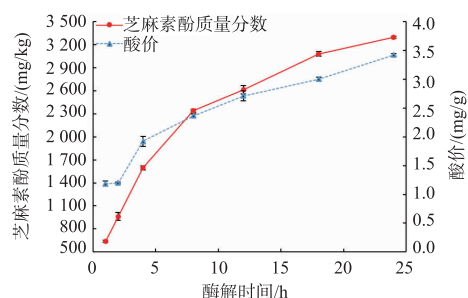


图 1 酶解时间对芝麻素酚及酸价的影响

Fig. 1 Effect of enzymolysis time on sesaminol and acid value in sesame oil

2.2.2 温度对酶解效果影响 温度对芝麻素酚及酸价的影响如图 2 所示。由图 2 可知,随着酶解温度的升高,芝麻油的芝麻素酚质量分数与酸价均呈现先升高后降低的趋势。当温度为 55 ℃时,芝麻素酚的质量分数最高,且酸价符合一级芝麻香油国标要求,所以选择 55 ℃为最佳酶解温度。

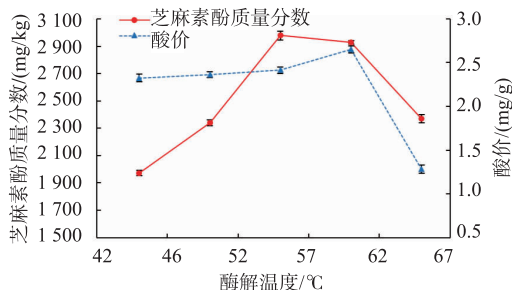


图 2 酶解温度对芝麻素酚及酸价的影响

Fig. 2 Effect of enzymolysis temperature on sesaminol and acid value in sesame oil

2.2.3 加酶量对酶解效果的影响 加酶量对芝麻素酚及酸价的影响如图 3 所示。由图 3 可知,随着加酶量的增大,芝麻素酚的质量分数升高,加酶量到 1%后有降低趋势,其原因可能是随着反应的进行,体系酸性增强影响了酶的活性,酶解产物转化速度降低;同时酸价随着加酶量的增加而增大。当加酶量为 1%时,芝麻素酚的质量分数最高,且酸价符合一级芝麻香油国标要求,所以选择 1%加酶量为最佳加酶量。

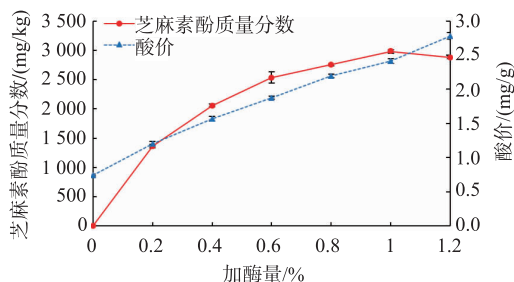


图 3 加酶量对芝麻素酚及酸价的影响

Fig. 3 Effect of enzyme dosage on sesaminol and acid value in sesame oil

2.2.4 pH 对酶解效果的影响 pH 对芝麻素酚及酸价的影响如图 4 所示。由图 4 可知,随着 pH 的升高,芝麻素酚的质量分数呈现先升高后降低的趋势,pH 为 4.5 时,芝麻素酚的质量分数最高,当 pH>4.5,芝麻素酚的质量分数显著降低,说明增大 pH

对 Aromase H2 的酶活影响明显。芝麻油的酸价呈现先缓慢升高后降低的趋势,当 pH 值为 4.5 时,酸价符合一级芝麻香油国标要求,所以选择 pH 4.5 为最佳 pH 条件。

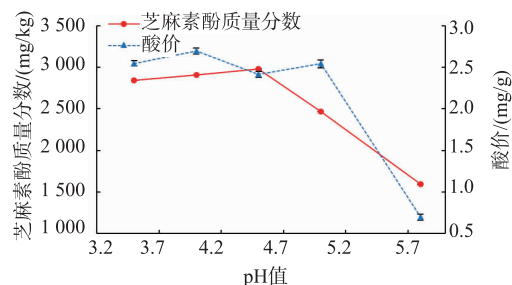


图 4 pH 值对芝麻素酚及酸价的影响

Fig. 4 Effect of pH value on sesaminol and acid value in sesame oil

2.2.5 料液比对酶解效果的影响 料液比对芝麻素酚及酸价的影响如图 5 所示。从图 5 可以看出,随着料液比的增大,芝麻素酚质量分数呈上升趋势,因为料液比增大,物料流动性提升,酶与底物的接触面增大,酶解速度加快,酶解产物增加。料液比达 1:1.5(g:g)后,芝麻素酚的质量分数呈下降趋势,结合酸价变化趋势,加水量增多,体系酸性增强,酶活性降低,芝麻素酚的质量分数下降。随着料液比进一步增大,当料液比超过 1:2(g:g)时,游离芝麻油的出油率显著降低,这是因为水过多而导致乳化严重,无法离心取油。所以,当料液比为 1:1.5(g:g)时,芝麻素酚的质量分数最高,且酸价符合一级芝麻香油国标要求,所以选择料液比 1:1.5(g:g)作为最佳料液比条件。

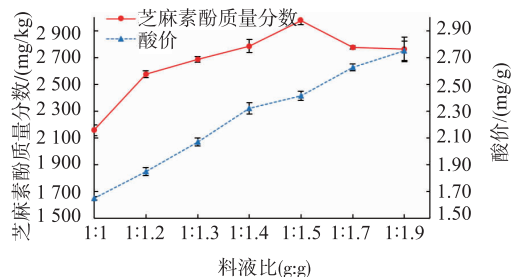


图 5 料液比对芝麻素酚及酸价的影响

Fig. 5 Effect of material-liquid ratio on sesaminol and acid value in sesame oil

2.3 响应面试验结果

2.3.1 Box-Behnken 试验设计及结果 本研究通过 Box-Behnken 试验设计进一步优化高芝麻素酚质量

分数芝麻油制备工艺参数。根据单因素试验结果,确定 Aromase H2 酶、最适温度 55 ℃和最适 pH 4.5,选择提取时间、加酶量、料液比为自变量,以芝

麻素酚的质量分数和芝麻油的酸价为响应值,进行三因素三水平 Box-Behnken 响应面优化试验,试验设计方案及结果如表 3 所示。

表 3 Box-Behnken 试验设计及其响应值

Table 3 Box-Behnken design matrix and response values for the yield and purity of phycoerythrin from laver

试验号	A 酶解时间/h	B 加酶量/%	C 液料比(g:g)	Y_1 芝麻素酚质量分数/(mg/kg)	Y_2 酸价/(mg/g)
1	6	1.0	1.3	2 611.23	2.15
2	8	1.0	1.5	2 801.76	2.30
3	10	0.8	1.5	2 874.73	2.90
4	6	1.0	1.7	2 638.87	2.27
5	10	1.0	1.3	2 953.58	2.40
6	6	0.8	1.5	2 389.41	1.96
7	8	1.0	1.5	2 841.09	2.35
8	8	1.0	1.5	2 866.91	2.32
9	10	1.0	1.7	3 030.57	3.21
10	8	0.8	1.3	2 770.35	2.12
11	8	1.2	1.3	2 970.22	2.57
12	10	1.2	1.5	3 153.08	3.18
13	8	1.0	1.5	2 897.56	2.36
14	8	1.2	1.7	2 984.60	2.99
15	8	1.0	1.5	2 855.30	2.34
16	8	0.8	1.7	2 722.91	2.46
17	6	1.2	1.5	2 748.61	2.76

2.3.2 模型的建立及显著性分析 基于参数评估,运用 Design-Expert V8.0 软件可得出响应值与被检变量之间的逻辑关系。对这些试验数据进行二次多元回归拟合,获得编码应变量对编码自变量的关系为: $Y_1=2\ 830.05+202.98A+137.39B+8.95C$; $Y_2=2.33+0.32A+0.26B+0.21C-0.13AB+0.17AC+0.02BC+0.17A^2+$

$0.20B^2+4.25\times10^{-3}C^2$ 。

从表 4 中可以看出,模型 $P<0.000\ 1$,失拟项 $P=0.205\ 5>0.05$,模型极显著,失拟项不显著,说明可用此模型对试验进行分析和预测; $R^2=0.937\ 9$,说明该回归方程拟合度较好; $CV=1.75\%$,说明其置信度较高;信噪比 $R_{SN}=28.357$,模型可调整确定系数

表 4 基于酶解芝麻素酚质量分数的回归模型方差分析

Table 4 Analysis of variance in regression model based on the content of sesaminol

来源	平方和	自由度	均值	F 值	P 值	显著性
模型	4.813×10 ⁵	3	1.604×10 ⁵	65.5	< 0.000 1	**
A	3.296×10 ⁵	1	3.296×10 ⁵	134.57	< 0.000 1	**
B	1.510×10 ⁵	1	1.510×10 ⁵	61.65	< 0.000 1	**
C	640.28	1	640.28	0.26	0.617 7	
残差	31 840.44	13	2 449.26			
失拟	26 889.81	9	2 987.76	2.41	0.205 5	
误差	4 950.62	4	1 237.66			
总和	5.131×10 ⁵	16				
R^2	0.937 9					
R_{SN}	28.357					
R^2_{adj}	0.923 6					
CV	1.75%					

注:** 表示极显著,即 $P<0.01$; * 表示显著,即 $P<0.05$

$R^2_{adj}=0.923\ 6$,说明数据有较高可靠性。由 F 值可知,3 个考察因素对芝麻素酚质量分数的影响依次为: $A>B>C$ 。回归方程中没有交互项和二次项,说明各因素对芝麻素酚质量分数的影响没有交互作用。其原因可能是酶解时间对芝麻素酚质量分数的影响远超过加酶量和料液比的缘故。

从表 5 中可以看出,模型 $P<0.000\ 1$,失拟项 $P=0.080\ 1>0.05$,模型极显著,失拟项不显著,说明可用

此模型对试验进行分析和预测; $R^2=0.995\ 1$,说明该回归方程拟合度较好; $CV=1.57\%$,说明其置信度较高;信噪比 $R_{SN}=40.382$,模型可调整确定系数 $R^2_{adj}=0.988\ 8$,说明数据有较高可靠性。由 F 值可知,3 个考察因素对芝麻油酸价的影响依次为: $A>B>C$ 。模型中 A^2 、 B^2 、 AB 、 AC 对芝麻油酸价影响极显著,其余项为不显著。

表 5 基于芝麻油酸价的回归模型方差分析

Table 5 Analysis of variance in regression model based on the acid value of sesame oil

来源	平方和	自由度	均值	F 值	P 值	显著性
模型	2.19	9	0.24	157.81	< 0.000 1	**
A	0.81	1	0.81	527.07	< 0.000 1	**
B	0.53	1	0.53	343.97	< 0.000 1	**
C	0.36	1	0.36	231.50	< 0.000 1	**
AB	0.068	1	0.068	43.84	< 0.000 1	**
AC	0.12	1	0.12	77.18	< 0.000 1	**
BC	1.600×10^{-3}	1	1.600×10^{-3}	1.04	0.342 3	
A^2	0.12	1	0.12	78.21	< 0.000 1	**
B^2	0.16	1	0.16	105.69	< 0.000 1	**
C^2	7.605×10^{-5}	1	7.605×10^{-5}	0.049	0.830 6	
残差	0.011	7	1.542×10^{-3}			
失拟	8.475×10^{-3}	3	2.825×10^{-3}	4.87	0.080 1	
误差	2.320×10^{-3}	4	5.800×10^{-4}			
总和	2.20	16				
R^2	0.995 1					
R_{SN}	40.382					
R^2_{adj}	0.988 8					
CV	1.57%					

注:** 表示极显著,即 $P<0.01$; * 表示显著,即 $P<0.05$

2.3.3 各因素交互影响的响应面分析 各因素对芝麻素酚质量分数的影响及各因素的交互作用如图 6,各因素对芝麻油酸价的影响及各因素的交互作用如图 7。由图 6 可以看出, AB 、 AC 交互作用响应面图是一个平面,影响不显著;无法得到 BC 交

互作用的响应面图,说明 A 的影响大。由图 7 可以看出, AB 、 AC 对酸价的影响极显著,使得响应面坡度较陡; BC 交互作用响应面图坡度较平缓,影响不显著^[19]。因此各个因素之间的关联作用为: $AB>AC>BC$ 。

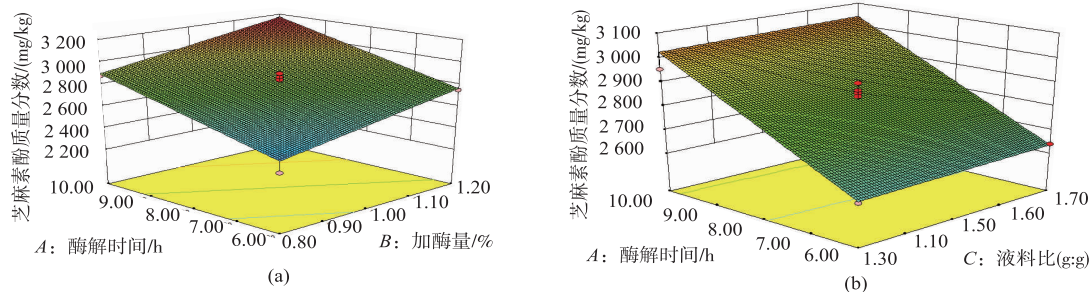


图 6 各因素对芝麻素酚质量分数的交互作用响应面图

Fig. 6 Response surface plots of factors on the content of sesaminol

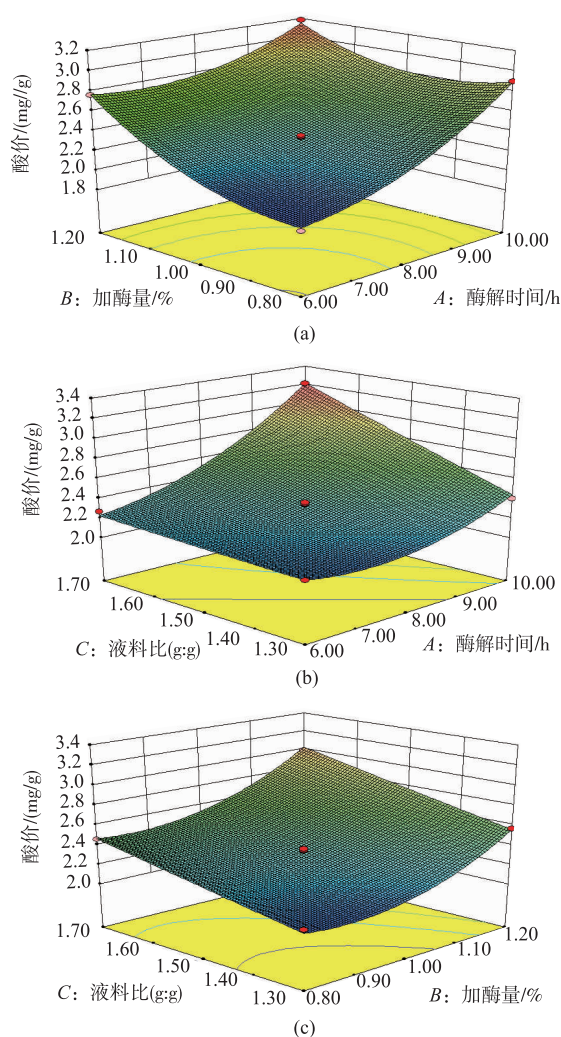


图7 各因素对芝麻油酸价的交互作用响应面图

Fig. 7 Response surface plots of factors on acid value of sesame oil

2.3.4 验证试验结果分析 由单因素结果以及回

参考文献:

- [1] 黄颖,郭萍梅,郑畅,等.微波预处理对芝麻油营养品质及抗氧化能力的影响[J].中国油脂,2019,44(2):1-4.
- [2] 周海旭,李忠海,张慧,等.微波辅助提取樟树叶木脂素工艺优化[J].食品与机械,2016,32(6):193-197.
- [3] 彭金砖,汪学德,黄维,等.芝麻油及芝麻木酚素对食用油氧化稳定性的影响研究[J].中国油脂,2014,39(6):57-59.
- [4] MOAZZAMI A A,HAESE S L,KAMAL-ELDIN A. Lignan contents in sesame seeds and products[J]. *European Journal of Lipid Science & Technology*,2010,109 (10):1022-1027.
- [5] FEREIDOUN S. 贝雷油脂化学与工艺学[M].北京:中国轻工业出版社,2016:513-514.
- [6] 邵元龙.发酵芝麻饼粕的抗氧化功能[D].江苏:江苏大学,2009.
- [7] 李雪芳,黄纪念,张丽霞,等.反应介质对芝麻木酚素转化生成芝麻素酚的影响[J].中国粮油学报,2015,30(3):111-115.
- [8] SUN W H,XIAO R H. Determination of sesamol in sesame oil by anion exchange solid phase extraction coupled with HPLC[J]. *Analytical Methods*,2014,6(16):6432-6436.
- [9] WU L X,YU L,DING X X. Magnetic solid-phase extraction based on graphene oxide for the determination of lignans in sesame oil[J]. *Food Chemistry*,2017,109(217):320-325.

归方程得出水酶法制备高芝麻素酚芝麻油的最佳工艺条件为酶解温度 55 ℃、酶解 pH 4.5、酶解时间为 9.2 h、Aromase H2 酶添加量 1.03%、料液比 1:1.3 (g:g),在此工艺条件下预测芝麻素酚质量分数为 2 964.1 mg/kg,酸价为 2.30 mg/g。为验证响应面法优化工艺结果可靠性,进行 3 组平行验证试验,考虑实际操作条件,将预测最优工艺参数调整为酶解温度 55 ℃、酶解 pH 4.5、酶解时间为 9.2 h、Aromase H2 酶添加量 1%、料液比 1:1.3(g:g),结果显示芝麻素酚质量分数的平均值为 2 892.5 mg/kg,与预测值相差 71.6 mg/kg,酸价为 2.29 mg/g,与预测值相差 0.01,证明结果可信度较高,可有效对水酶法制备高芝麻素酚芝麻油工艺进行优化及分析预测。

3 结语

通过水酶法提取芝麻油,将水溶性的芝麻素酚糖苷转化为油溶性的芝麻素酚,从而提高芝麻油中的芝麻素酚含量。水酶法提取芝麻油的过程中,酶解条件的改变对芝麻油酸价影响较大,考虑到芝麻油的可食用性,最大限度增加芝麻油芝麻素酚质量分数同时,兼顾了水酶法提油对酸价的影响。响应面优化了水酶法制备高芝麻素酚芝麻油工艺,得到的最佳提取工艺为:酶解温度 55 ℃、酶解 pH 4.5、酶解时间为 9.2 h、Aromase H2 酶添加量 1%、料液比 1:1.3(g:g)。在该条件下,芝麻油中芝麻素酚的质量分数接近 3 000 mg/kg,木脂素总量提高约 23%,且实验重复性好,酸价 2.29 mg/g,符合一级芝麻油标准。

- [10] AEJAZ A D,NEELAKANTAN A. Lignans of sesame:purification methods,biological activities and biosynthesis-a review[J]. **Bioorganic Chemistry**,2013,9(50):1-10.
- [11] 彭珍,孟庆然,陈璐,等. 芝麻粕中芝麻素酚三糖苷的提取,纯化与结构鉴定[J]. 中国油脂.2016,41(1):68-71.
- [12] PENG Z,XU Y Y,MENG Q R,et al. Preparation of sesaminol from sesaminol triglucoside by β -glucosidase and cellulase hydrolysis[J]. **Journal of the American Oil Chemists' Society**,2016,93(6):765-772.
- [13] 王瑛瑶,黄瑶,栾霞,等. 水酶法工艺对不同植物油品质特性的影响[J]. 中国油脂,2014,39(4):5-9.
- [14] 占俊峰. 水酶法提取两种植物油的工艺研究[D]. 上海:东华理工大学,2014.
- [15] 李丹丹,杨宏志,梁英,等. 水酶法提取葡萄籽油和蛋白质的研究[J]. 中国油脂,2017,42(9):28-33.
- [16] 李鹏飞. 水酶法提取花生油及蛋白质[D]. 无锡:江南大学,2016.
- [17] 王维茜,邓洁红,刘永红,等. 水酶法提取芝麻油的工艺研究[J]. 粮食与油脂.2015,28(8):28-30.
- [18] HOU L X,SHANG X L,WANG X X,et al. Application of enzyme in aqueous extraction of sesame oil[J]. **European Food Research and Technology**,2013,236(6):1027-1030.
- [19] 乔艳明,陈文强,邓百万,等. Box-Behnken响应面设计法优化微波辅助提取猪苓多糖工艺[J]. 食品与生物技术学报,2015,34(9):986-994.

科技信息

欧盟批准苯甲酸作为猪育肥的饲料添加剂

2020年7月16日,欧盟发布条例(EU) 2020/1031,批准苯甲酸(Benzoic acid)作为猪育肥的饲料添加剂,本条例自发布之日起第20天生效。

该添加剂所属类别为“畜牧学添加剂”,功能组别为“其他畜牧学添加剂”;识别号为4d210;活性物质在含水率12%全价饲料中的最低质量分数为3 000 mg/kg,最大质量分数为10 000 mg/kg;批准期限至2030年8月5日。

[信息来源]食品伙伴网. 欧盟批准苯甲酸作为猪育肥的饲料添加剂[EB/OL]. (2020-07-30). <http://news.foodmate.net/2020/07/567787.html>