

# 用于葵花籽过氧化值和酸价检测的 油脂提取工艺优化

冯 丹<sup>1,2</sup>, 赵光华<sup>1,2</sup>, 辛玉杰<sup>1,2</sup>, 裴金花<sup>1,2</sup>, 曹颖妮<sup>1,2</sup>, 王 允<sup>1,2</sup>, 刘继红<sup>1,2\*</sup>

(1. 河南省农业科学院农业质量标准与检测技术研究所, 郑州 450002;  
2. 农业农村部农产品质量安全风险评估实验室, 郑州 450002)

**摘 要:** **目的** 优化葵花籽过氧化值和酸价检测的油脂制备工艺。**方法** 借助超声优化油脂制备工艺, 以油脂得率为评价指标, 在单因素实验的基础上, 采用 Plackett-Burman 设计和 Box-Behnken Design 响应面法对影响因素进行优化, 然后用优化后的工艺与国家标准方法对 6 种葵花籽进行油脂提取并比较分析其油脂得率、过氧化值和酸价, 评价优化方法可行性。**结果** 优化的超声最佳提取工艺为粉碎目数 70 目、料液比 1:4 (g:mL)、浸提时间 2 h、超声功率 312 W、超声时间 37 min, 经验证此优化工艺提取的油脂得率比国家标准方法提高 19%~25%, 油脂制备时间由 12 h 以上缩短至 2.5 h, 缩短了 80% 的制备时间, 提取效率更高, 且测得的过氧化值结果更低。**结论** 优化的超声工艺提取油脂更多且耗时短, 不仅满足了检测用油量的需求, 还降低了长时间油脂提取的氧化风险, 检测结果更准确, 更能真实反映葵花籽的品质, 经验证此方法准确可行, 可用于葵花籽过氧化值和酸价检测的油脂提取制备。

**关键词:** 葵花籽; 超声优化; 油脂得率; 过氧化值; 酸价

## Optimization of oil extraction process for determining peroxide value and acid value of sunflower seeds

FENG Dan<sup>1,2</sup>, ZHAO Guang-Hua<sup>1,2</sup>, XIN Yu-Jie<sup>1,2</sup>, PEI Jin-Hua<sup>1,2</sup>,  
CAO Ying-Ni<sup>1,2</sup>, WANG Yun<sup>1,2</sup>, LIU Ji-Hong<sup>1,2\*</sup>

(1. Institute of Quality Standard and Testing Technology for Agro-products, Henan Academy of Agricultural Sciences, Zhengzhou 450002, China; 2. Henan Key Laboratory of Grain Quality and Safety and Testing, Zhengzhou 450002, China)

**ABSTRACT: Objective** To optimize the oil preparation process for determining peroxide value and acid value of sunflower seeds. **Methods** The preparation process of that oil was optimized by mean of ultrasound, the yield of the oil was taken as an evaluation index, on the basis of single factor experiment, Plackett-Burman design and Box-Behnken Design response surface method were used to optimize the influencing factors. Then, 6 kinds of sunflower seeds were extracted by the optimized technology and national standard method, their oil yield, peroxide value and acid value were compared and analyzed, and the feasibility of the optimization method was evaluated. **Results** The optimized ultrasonic extraction method was as follows: Grinding mesh 70, solid-liquid

基金项目: 国家农产品质量安全风险评估项目(GJFP20220104)

Fund: Supported by the National Agricultural Product Quality and Safety Risk Assessment Project (GJFP20220104)

\*通信作者: 刘继红, 博士, 研究员, 主要研究方向为农产品质量安全检测技术与风险评估。E-mail: 599177691@qq.com

\*Corresponding author: LIU Ji-Hong, Ph.D, Professor, Institute of Agricultural Quality Standards and Testing Technology, Henan Academy of Agricultural Sciences, No.116, Huayuan Road, Jinshui District, Zhengzhou 450002, China. E-mail: 599177691@qq.com

ratio 1:4 (g:mL), extraction time 2 h, ultrasonic power 312 W and ultrasonic time 37 min. It had been proved that the oil yield of this optimized process was increased by 19%–25% compared with the national standard method, and the oil preparation time was shortened from more than 12 h to 2.5 h, which shortens the preparation time by 80%. The extraction efficiency was higher, and the measured peroxide value was lower. **Conclusion** The optimized ultrasonic technology can extract more oil and consume less time, which not only meets the demand of oil consumption detection, but also reduces the oxidation risk of long-term oil extraction. The detection result is more accurate, and it can truly reflect the quality of sunflower seeds. It has been verified that this method is accurate and feasible, and can be used for oil extraction for determining peroxide value and acid value of sunflower seeds.

**KEY WORDS:** sunflower seeds; ultrasonic optimization; oil yield; peroxide value; acid value

## 0 引言

葵花籽是向日葵的种子,可炒食可榨油,是一种很受欢迎的休闲零食和食用油源。普通葵花籽脂肪含量可达 50%,油用葵花籽脂肪含量更高,且多为不饱和脂肪,不含胆固醇,特别有助于降低人体血液胆固醇水平<sup>[1]</sup>。但因其油脂含量高,所以在加工储藏中极易发生氧化酸败变质,影响炒食和榨油的口感品质,而过氧化值和酸价就是评价油脂酸败、品质下降的指标,一般值越高油脂酸败就越严重<sup>[2-3]</sup>。食用酸败变质的葵花籽和葵花籽油对人们健康非常不利,因此为了保障食品品质和安全,我国规定了葵花籽及其制品过氧化值、酸价的质量指标限值。

现行葵花籽过氧化值、酸价的检测均采用 GB 5009.227—2016《食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定》和 GB 5009.229—2016《食品安全国家标准 食品中酸价的测定》标准,但提取油脂时却遇到这些问题:一是加入石油醚后需静置浸提 12 h 以上,提取时间长;二是油脂提取得率低,尤其样品量少时,无法满足检测用油量需求,造成检测结果差异大;三是石油醚用量没有明确比例,一般为了多提取油脂会增大用量造成浪费;四是葵花籽粉碎粒径不确定,有研究表明粉碎力度越大,粒径越小,越有利于油脂提取<sup>[4-5]</sup>,因此针对这些实际操作中遇到的问题,亟需优化一种快速高效提取葵花籽油脂的方法<sup>[6-7]</sup>。

目前食品中油脂提取方法主要有压榨法、浸提萃取法、索氏提取法以及近几年兴起的水酶法、微波法等<sup>[8-9]</sup>,其中冷压榨法出油率低,热压榨法和索氏提取法虽然可提高出油率但长时间高温处理使得油脂脂肪氧化分解,造成油脂过氧化值和酸价偏高<sup>[10-13]</sup>;水酶法中酶作用可加速油脂释放,提高油脂提取效率,但有文献称酶制剂对油脂酸价有影响,会造成系统误差<sup>[14-16]</sup>;浸提萃取法则是上述国家标准采用方法,但存在以上列举问题,目前已有越来越多研究将超声、微波及超临界二氧化碳流体等新型技术应用于油脂的浸提萃取<sup>[17-21]</sup>,但超临界设备昂贵、萃取成本高,微波加热会造成油脂不同程度氧化水解而影响过氧化值和酸价指标,超声因设备简单易操作、提取效率高、提

取时间短等优势而得到广泛应用。超声用于油脂提取的研究很多,但超声提取葵花籽油脂的研究不多<sup>[22-25]</sup>,且只对工艺进行正交优化,鲜少涉及优化工艺对油脂品质指标过氧化值和酸价的影响评价。

本研究拟借助超声辅助技术,运用 Plackett-Burman (PB)设计和 Box-Behnken Design (BBD)响应面法优化葵花籽油脂提取工艺,并与国家标准方法进行油脂得率、过氧化值和酸价的比较评价,以建立一种高效省时且适用于葵花籽过氧化值和酸价检测的油脂提取制备工艺,也为实验室其他油料作物品质指标检测的油脂提取优化提供理论依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与试剂

葵花籽:河南省农业科学院经济作物研究所提供。

石油醚(分析纯,沸程 30~60℃)、无水硫代硫酸钠(分析纯)(国药集团化学试剂有限公司);氢氧化钾容量分析用标准溶液、硫代硫酸钠容量分析用标准溶液(0.1006 mol/L,坛墨质检-标准物质中心)。

### 1.2 仪器与设备

DFT-200 高速万能粉碎机(上海新诺仪器设备有限公司);ME802 电子天平(精度 0.01 g,瑞士梅特勒-托利多仪器有限公司);HY-8 大容量振荡器(金坛市杰瑞尔电器有限公司);KQ-500DE 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);YRZK-10S 真空旋转蒸发器(上海亚荣生化仪器厂)。

### 1.3 实验方法

#### 1.3.1 超声辅助提取葵花籽油脂方法

用粉碎机间歇粉碎去壳葵花籽,加液氮更细粉碎过筛,充分混匀后立即称取置于 500 mL 磨口三角瓶中,加入一定比例的石油醚,在摇床上振摇一定时间后,置于超声波清洗器中超声,然后经装有无水硫酸钠的漏斗过滤滤液到 250 mL 蒸馏瓶中,在低于 40℃的水浴中旋转减压蒸干石油醚,瓶底残留物即油脂,称重,待测。

#### 1.3.2 国家标准浸提法提取葵花籽油脂方法

参照 GB 5009.227—2016 第一法滴定法中 5.1.3 以小

麦粉、谷物、坚果等植物性食品为原料的试样制备, 得瓶底残留物油脂后称重, 待测。

### 1.3.3 油脂得率的计算方法

提取的葵花籽油脂得率的计算方法参见公式(1):

$$W/\% = \frac{M_2}{M_1} \times 100\% \quad (1)$$

公式(1)中,  $W$  为油脂得率, %;  $M_1$  为称取葵花籽碎末质量, g;  $M_2$  为蒸发后瓶底油脂质量, g。

### 1.3.4 油脂过氧化值、酸价测定方法

过氧化值测定参照 GB 5009.227—2016 第一法滴定法中 5.2 试样的测定部分; 酸价测定参照 GB 5009.229—2016 第一法冷溶剂指示剂滴定法中 5.3 试样测定部分。

### 1.3.5 油脂得率、过氧化值和酸价的验证分析

选取 6 个葵花籽品种, 记为 K1~K6, 用本研究优化的超声辅助法和国家标准方法分别对这 6 种葵花籽进行油脂提取制备, 比较油脂得率, 并测定油脂过氧化值和酸价, 比较分析超声辅助法的精密度和正确度。

### 1.3.6 数据处理

PB 设计和 BBD 响应面法均采用 Minitab 17 软件设计分析。

## 2 结果与分析

### 2.1 单因素实验结果

#### 2.1.1 粉碎目数对葵花籽油脂得率的影响

以石油醚为提取溶剂, 选定料液比 1:3 (g:mL)、浸泡时间 1 h、超声功率 200 W、超声时间 30 min, 研究粉碎目数对葵花籽油脂得率的影响。结果表明随着粉碎目数由 10 目增大到 80 目, 葵花籽粒径越来越小, 与溶剂的接触就越充分, 油脂也越容易溶出, 油脂得率也不断升高, 粉碎目数 60 目时油脂得率最高为 36.21%±1.12%, 随后油脂得率开始下降, 这可能与继续增大粉碎目数时葵花籽颗粒出油有关, 粉碎操作造成了油脂损耗, 所以得率下降。

#### 2.1.2 料液比对葵花籽油脂得率的影响

以石油醚为提取溶剂, 粉碎目数为 60 目, 选定浸泡时间 1 h、超声功率 200 W、超声时间 30 min, 研究料液比对葵花籽油脂得率的影响。结果表明料液比由 1:2 (g:mL) 增加到 1:7 (g:mL) 时, 随着溶剂用量的增加, 油脂得率不断升高, 料液比在 1:4 (g:mL) 时, 油脂得率最高为 36.52%±0.86%, 此时葵花籽油脂的溶出程度达到最大, 随后再增大溶剂用量, 得率也没有升高, 反而溶出的油脂被稀释, 增加了后续旋转蒸发溶剂的时间。

#### 2.1.3 浸泡时间对葵花籽油脂得率的影响

以石油醚为提取溶剂, 粉碎目数为 60 目, 料液比为 1:4 (g:mL), 选定超声功率 200 W、超声时间 30 min, 研究浸泡时间对葵花籽油脂得率的影响。结果表明浸泡时间由 30 min 延长到 5 h 时, 随着浸泡时间的延长, 油脂得率开始

升高, 浸泡 2 h 时油脂得率达到最高为 37.42%±1.22%, 此时葵花籽油脂溶出程度最大, 随后再增大浸泡时间, 油脂得率也没有升高。

#### 2.1.4 超声功率对葵花籽油脂得率的影响

以石油醚为提取溶剂, 粉碎目数为 60 目, 料液比为 1:4 (g:mL), 浸泡时间 2 h, 选定超声时间 30 min, 研究超声功率对葵花籽油脂得率的影响。结果表明超声功率由 100 W 增加到 400 W 时, 随着超声功率的增强, 油脂得率升高, 超声功率达到 300 W 时油脂得率最高为 38.66%±1.03%, 此时超声功率对葵花籽的空化强度最大, 油脂溶出程度也达到最高, 随后超声功率再增加, 超声强度过高反而破坏了油脂成分使得油脂得率下降。

#### 2.1.5 超声时间对葵花籽油脂提取得率的影响

以石油醚为提取溶剂, 粉碎目数为 60 目, 料液比为 1:4 (g:mL), 浸泡时间 2 h, 超声功率为 300 W, 研究超声时间对葵花籽油脂得率的影响。结果表明超声时间由 10 min 延长到 60 min 时, 随着超声时间的延长, 油脂得率逐渐升高, 超声时间 30 min 时油脂得率最高为 38.21%±1.75%, 此时超声空化作用的时间使得葵花籽油脂溶出趋于饱和, 随后再延长超声时间, 油脂得率反而下降, 这可能与超声加速溶剂的挥发和破坏分解油脂成分有关。

### 2.2 PB 设计实验

PB 设计实验是响应面设计中析因分析的一种方法, 是通过比较各个因素高低水平的差异与整体的差异来筛选对实验结果影响显著的因素, 而因素的高低水平通常根据单因素实验结果来确定, 选择单因素最佳点左右的两个点作为实验设计的高低水平<sup>[26-29]</sup>。在本实验单因素实验的基础上, 确定的各个因素高低水平见表 1, +1 为高水平, -1 为低水平, 运用 Minitab 17 软件对粉碎目数、料液比、浸泡时间、超声功率和超声时间 5 个因素进行实验设计。

表 1 PB 实验因素及水平  
Table 1 PB test factors and levels

水平	A 粉碎目数/目	B 料液比 (g:mL)	C 浸泡时间 /h	D 超声功率 /W	E 超声时间 /min
-1	40	1:3	1.5	250	20
+1	80	1:5	3.0	350	40

PB 实验设计及结果见表 2, 以葵花籽油脂得率( $Y$ )为评价指标, 对结果进行回归分析, 得回归方程为:  $Y = 37.597 + 2.509A + 0.501B + 0.509C + 1.011D + 1.559E$ 。PB 实验结果的方差分析见表 3, 该模型  $P < 0.001$ , 表明模型极显著, 可以用于葵花籽油脂得率的显著性因素分析, 并具有统计学意义; 模型决定系数  $R^2 = 96.19\%$ , 调整决定系数  $R^2_{adj} = 93.01\%$  和预测决定系数  $R^2_{pred} = 84.75\%$ , 表明模型拟合度好, 可以用于葵花籽油脂得率的预测和分析。由  $P$  可看出各因素对油脂得率影响的大小是  $A > E > D > C > B$ , 其中

粉碎目数、超声时间和超声功率是极显著的影响因素,这与图 1 各因素帕累托图的分析是一致的,帕累托图显示粉碎目数、超声时间和超声功率对油脂得率  $Y$  的相对量值大于参考线 2.45,为显著影响因素,且粉碎目数的效应值延伸最远,影响最显著。因此,下步将选择这 3 个显著影响因素作为响应面法的考察因子来进行优化分析。

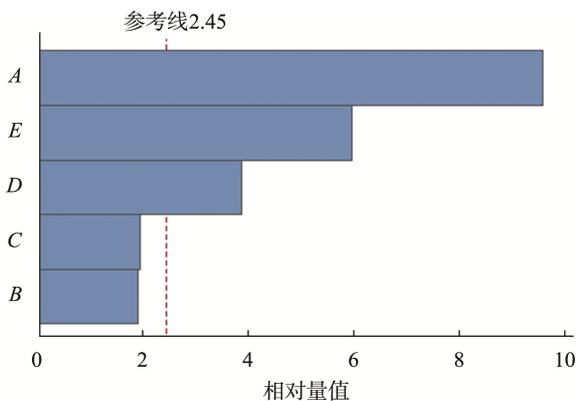
表 2 PB 实验设计及结果  
Table 2 PB test design and results

实验号	A	B	C	D	E	Y 油脂得率/%
1	1	-1	1	-1	-1	37.14
2	1	-1	1	1	-1	40.22
3	1	1	-1	1	1	43.79
4	-1	-1	-1	1	1	35.88
5	1	-1	-1	-1	1	39.26
6	-1	1	-1	-1	-1	33.11
7	1	1	-1	1	-1	38.45
8	-1	1	1	1	-1	35.27
9	-1	-1	-1	-1	-1	32.04
10	-1	1	1	-1	1	36.19
11	-1	-1	1	1	1	38.04
12	1	1	1	-1	1	41.78

表 3 PB 实验结果的方差分析  
Table 3 Analysis of variance of PB test results

项目	自由度 df	平方和 SS	均方 MS	F	P
模型	5	123.1050	24.6211	30.27	<0.001**
A	1	75.5510	75.5510	92.89	<0.001**
B	1	3.0100	3.0100	3.70	0.103
C	1	3.1110	3.1110	3.83	0.098
D	1	12.2610	12.2614	15.08	0.008**
E	1	29.1720	29.1720	35.87	0.001**
残差	6	4.8800	0.8133		
总和	11	127.9850			

注:  $P>0.05$ , 表示差异性不显著;  $0.01<P<0.05$ , 表示差异性显著, 记为\*;  $P<0.01$ , 表示差异性极显著, 记为\*\*, 下同。



注: 显著性水平  $\alpha$  为 0.05, 油脂得率  $Y$  为响应值。

图 1 A~E 各因素的帕累托图

Fig.1 Pareto chart of A~E factors

## 2.3 BBD 响应面法

BBD 设计是一种响应曲面实验类型,它的设计点落在高、低因子水平及其中点的组合处,可用于评价因子和响应值间的非线性关系<sup>[27-31]</sup>。在单因素和 PB 实验的基础上,以粉碎目数、超声时间和超声功率 3 个显著影响因素为响应因子,以葵花籽油脂得率( $Y$ )为响应值,运用 Minitab 17 软件进行设计,3 个因子分设高、中、低 3 个水平,分别用+1、0、-1 表示,具体因素水平见表 4。

表 4 BBD 实验因素水平表  
Table 4 BBD test factors and levels

水平	A 粉碎目数/目	D 超声功率/W	E 超声时间/min
-1	40	250	20
0	60	300	30
+1	80	350	40

BBD 响应面实验设计及结果见表 5,经回归分析得回归方程为  $Y = -65.1 + 0.600A + 0.4754D + 0.798E - 0.005407A^2 - 0.000796D^2 - 0.01376E^2 + 0.000163AD + 0.001944E + 0.000260DE$ 。BBD 实验结果的方差分析见表 6,该模型  $P<0.001$ ,表明该模型极显著,有统计学意义;失拟项  $P>0.05$ ,表明该模型误差较小,决定系数  $R^2=96.03\%$ ,说明模型拟合数据的优度高,调整决定系数  $R^2_{adj}=90.93\%$ 和预测决定系数  $R^2_{pred}=86.43\%$ ,表明可以用该模型来模拟预测增减变量后的实验结果,可用于本实验油脂得率的预测分析。由  $P$  可以看出对油脂得率影响大小的因素是  $E>A>D$ ,其中粉碎目数和超声时间是极显著影响因素,超声功率是显著影响因素。

表 5 BBD 实验设计及结果  
Table 5 BBD test design and results

实验号	A	D	E	Y 油脂得率/%
1	1	-1	0	38.72
2	-1	1	0	38.04
3	0	0	0	43.77
4	0	0	0	42.72
5	1	0	-1	38.11
6	1	1	0	40.96
7	0	1	-1	38.11
8	0	0	0	41.43
9	0	-1	-1	37.24
10	1	0	1	42.24
11	0	0	0	43.22
12	0	0	0	42.34
13	-1	0	-1	36.85
14	-1	0	1	39.43
15	-1	-1	0	36.45
16	0	-1	1	40.29
17	0	1	1	41.68

图 2 为各因素交互作用对油脂得率  $Y$  的响应曲面图, 以油脂得率  $Y$  为  $Z$  轴, 任两个因素分别为  $X$ 、 $Y$  轴来作图, 直观立体地反映了各因素对油脂得率  $Y$  的影响程度, 两因素的交互作用越强, 响应曲面的坡度越陡, 对响应值  $Y$  的影响也越大, 在一定范围内, 随着粉碎目数、超声功率或超声时间的增大, 油脂得率升高, 但达到最大值后开始下降, 其中超声时间、粉碎目数的曲面坡度最陡峭, 它们对油脂得率的影响较大, 这与表 6 方差分析结果一致。

利用 Minitab 17 软件进行最优化分析, 得到 3 个显著影响因素的最优值为粉碎目数 66.6667 目、超声功率 311.6162 W、超声时间 36.5657 min, 预测的葵花籽油脂得率最大值为 43.5292%, 考虑到仪器设备的实际操作参数, 调整最优值为粉碎目数 70 目、超声功率 312 W、超声时间 37 min, 料液比 1:4 (g:mL)、浸泡时间 2 h, 在此最佳条件下, 对葵花籽进行 3 次油脂提取实验, 得到油脂得率算术平均值为 44.12%±0.71%, 比预测值稍高, 表明优化的超声辅助工艺切实可行。

表 6 BBD 实验结果的方差分析  
Table 6 Analysis of variance of BBD test results

项目	自由度 df	平方和 SS	均方 MS	$F$	$P$
模型	9	87.6630	9.7403	18.81	<0.001**
$A$	1	10.7184	10.7184	20.70	0.003**
$D$	1	4.6360	4.6360	8.95	0.020*
$E$	1	22.2111	22.2111	42.90	<0.001**
$A^2$	1	19.6992	19.6992	38.05	<0.000**
$D^2$	1	16.6825	16.6825	32.22	0.001
$E^2$	1	7.9663	7.9663	15.39	0.006
$AD$	1	0.1056	0.1056	0.20	0.665
$AE$	1	0.6006	0.6006	1.16	0.317
$DE$	1	0.0676	0.0676	0.13	0.728
残差	7	3.6240	0.5177		
失拟项	3	0.4659	0.1553	0.20	0.894
误差	4	3.1581	0.7895		
总和	16	91.2870			

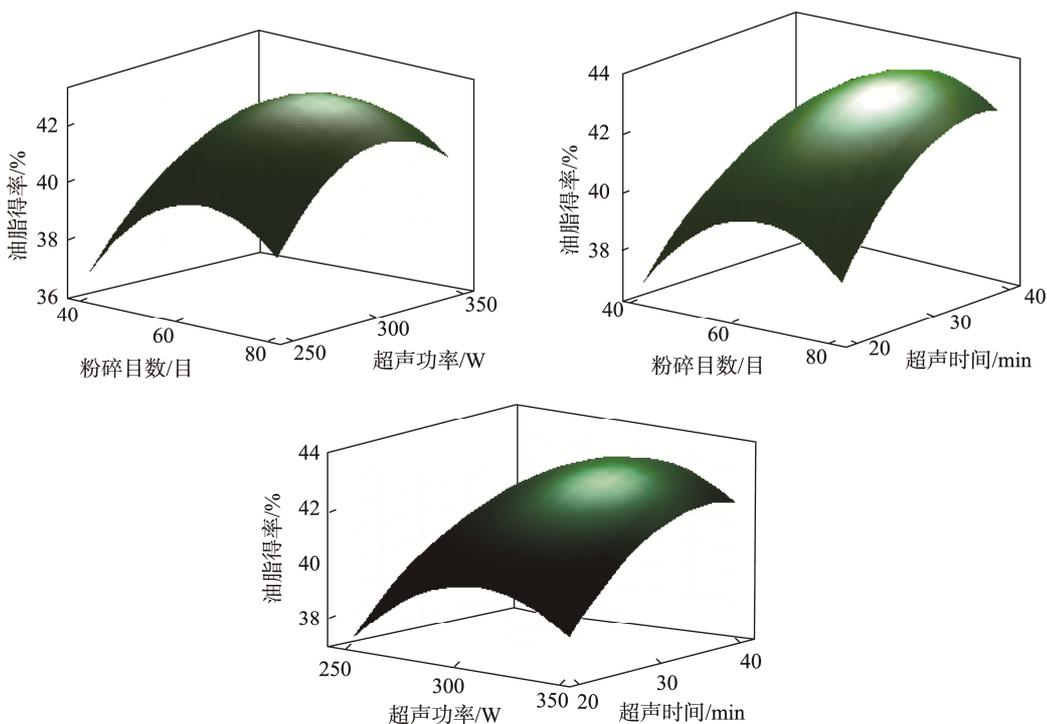


图 2 各因素交互作用的响应面图  
Fig.2 Response surface maps of interaction of various factors

## 2.4 油脂得率、过氧化值和酸价的验证分析

### 2.4.1 油脂得率的验证分析

用优化的超声辅助法和国家标准方法分别对 K1~K6 6 种葵花籽进行油脂提取, 油脂得率见表 7, 超声辅助提取的油脂得率显著高于国家标准方法, 表明超声辅助法比国家标准方法能提取更多油脂, 油脂制备时间也由 12 h 以上缩短至 2.5 h, 缩短了 80% 的提取时间, 用时更短, 效率更高, 这与张雪萍等<sup>[32]</sup>超声辅助提取亚麻籽油的研究结论一致: 超声辅助下亚麻籽的出油率可达 31.45%, 高于溶剂浸出法。超声辅助提取的更多油脂可用于过氧化值和酸价的滴定检测, 尤其酸价检测时油脂称取量较大, 油脂越多滴定差异越小, 结果越准确。

### 2.4.2 油脂过氧化值和酸价结果的精密度验证

对这 6 种葵花籽油脂进行过氧化值和酸价检测, 每种油脂平行测定 4 次, 结果见表 8, 计算相对标准偏差(relative

standard deviations, RSDs)表示精密度, RSDs 越小精密度越高。超声辅助法油脂的过氧化值和酸价的 RSDs 在 0.87%~4.12%、1.33%~3.26%, 与国家标准方法过氧化值和酸价的 RSDs 范围 0.86%~2.80%、1.00%~4.16% 基本一致, 均满足 GB/T 27417—2017《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》中方法特性参数精密度的要求。

### 2.4.3 油脂过氧化值和酸价结果的正确度验证

由表 8 可以看出, 超声辅助提取的油脂过氧化值均比国家标准方法低, 但酸价偏高, 可能是超声过程升温使得油脂脂肪酸水解游离, 导致酸价偏高。评定其结果是否准确, 一般可通过加标回收实验来判断, 但过氧化值和酸价没有标准品, 可按 GB/T 27417—2017 中方法特性参数正确度的特殊情况来判断, 利用已知偏倚的国家标准方法来评定此优化方法的偏倚, 用 *T* 检验对两种方法结果的偏倚显著性进行评估。

表 7 油脂得率的验证(%)  
Table 7 Verification of oil yield (%)

样品 编号	超声辅助法			国家标准方法			得率提高 百分数/%
	平行 1	平行 2	平均值	平行 1	平行 2	平均值	
K1	41.24	42.72	41.98±1.05 <sup>a</sup>	33.45	34.61	34.03±0.82 <sup>b</sup>	23.36
K2	41.99	43.35	42.67±0.96 <sup>a</sup>	35.27	33.32	34.30±1.38 <sup>b</sup>	24.40
K3	45.28	44.52	44.90±0.54 <sup>a</sup>	37.88	35.65	36.77±1.58 <sup>b</sup>	22.11
K4	43.60	41.55	42.58±1.45 <sup>a</sup>	34.24	33.72	33.98±0.37 <sup>b</sup>	25.31
K5	42.47	42.73	42.60±0.18 <sup>a</sup>	35.11	36.36	35.74±0.88 <sup>b</sup>	19.19
K6	44.41	45.03	44.72±0.44 <sup>a</sup>	36.04	35.57	35.80±0.33 <sup>b</sup>	24.92

注: 平均值后标注不同小写字母表示二者差异在 5% 水平显著。

表 8 过氧化值、酸价结果的精密度验证  
Table 8 Precision verification of peroxide value and acid value results

方法	样品编号	过氧化值/(g/100 g)		酸价/(mg/g)	
		平均值	RSDs/%	平均值	RSDs/%
超声辅助法	K1	0.0112	4.12	0.144	1.50
	K2	0.0145	2.03	0.187	1.66
	K3	0.00944	0.87	0.196	3.26
	K4	0.013	2.38	0.216	1.81
	K5	0.00888	1.63	0.144	1.33
	K6	0.00846	1.90	0.240	2.58
国家标准方法	K1	0.0125	1.78	0.142	1.47
	K2	0.0172	2.80	0.183	1.00
	K3	0.0105	2.80	0.189	4.16
	K4	0.0149	1.73	0.210	2.11
	K5	0.00967	0.86	0.142	1.87
	K6	0.00937	2.31	0.232	2.20

结果见表 9, 超声辅助法和国家标准方法的油脂过氧化值的  $T$  值在 4.66~9.43 间, 大于  $T_6=2.447$  ( $P=0.05$ ), 酸价的  $T$  值在 1.22~2.12 间, 小于  $T_6=2.447$  ( $P=0.05$ ), 表明在 95% 的置信区间内, 两种方法的酸价结果无显著差异, 而超声辅助法的过氧化值结果显著小于国家标准方法, 说明超声辅助法准确可行, 且其测得过氧化值更低, 更能真实反映葵花籽品质, 更具有优势。

表 9 过氧化值、酸价结果的正确度验证  
Table 9 Accuracy verification of peroxide value and acid value results

样品编号	过氧化值平均值/(g/100 g)			酸价平均值/(mg/g)		
	超声辅助法	国家标准方法	$T$ 值	超声辅助法	国家标准方法	$T$ 值
K1	0.0113±0.0005	0.0125±0.0002	4.66	0.144±0.0022	0.142±0.0021	1.67
K2	0.0145±0.0003	0.0172±0.0005	9.42	0.187±0.0031	0.183±0.0018	2.09
K3	0.00944±0.0001	0.0105±0.0003	6.91	0.196±0.0064	0.189±0.0028	2.01
K4	0.0130±0.0003	0.0149±0.0003	9.16	0.216±0.0039	0.210±0.0044	2.12
K5	0.00888±0.0001	0.00967±0.0001	9.43	0.144±0.0019	0.142±0.0026	1.22
K6	0.00846±0.0002	0.00937±0.0002	6.71	0.240±0.0062	0.232±0.0051	1.93

表 10 葵花籽及葵花籽油质量指标  
Table 10 Quality indexes of sunflower seeds and oil

项目	NY/T 902—2015 葵花籽质量指标	GB/T 10464—2017 浸出葵花籽 油质量指标		
		一级	二级	三级
过氧化值 (g/100 g)	≤0.4	≤0.1	≤0.2	≤0.25
酸价/(mg/g)	≤3.0	≤0.5	≤2.0	≤4.0

### 3 结 论

本研究优化了葵花籽品质指标检测的油脂制备工艺, 选用提取效率高且简单易操作的超声辅助手段, 借助 PB 设计和 BBD 响应面法优化工艺参数, 通过对 6 种葵花籽油脂的提取验证, 发现优化工艺的油脂得率比国家标准方法提高了 19%~25%, 制备时间也由 12 h 以上缩短至 2.5 h, 表明超声优化法耗时更短, 效率更高, 提取油脂更多, 更满足了检测用油量的需求。同时两种方法的酸价结果无显著差异, 但超声优化法提取的油脂过氧化值更低, 说明超声短时间的油脂提取确实比国家标准方法长时间的浸提更有优势, 更能真实反映葵花籽的品质。这与张磊等<sup>[33]</sup>用不同萃取方式对小麦胚芽油品质影响的研究结论一致, 超声萃取的油脂效率更高, 比有机溶剂浸提法的萃取率提高了 12%, 且超声获得的玉米胚芽油的过氧化值和酸价均比有机溶剂浸提的低。本研究优化的超声辅助法准确可行, 为更快捷省时地检测葵花籽品质指标提供了一种切实可行的油脂提取制备方法, 也为其他油料作物的油脂提取优化提供了理论依据。后续可再探讨往超声仪器里放置冰块、换

将两种方法的过氧化值和酸价结果与表 10 葵花籽和葵花籽油质量指标比较发现, 超声辅助法和国家标准方法提取油脂的过氧化值、酸价均远远低于 NY/T 902—2015《绿色食品 瓜籽》葵花籽和 GB/T 10464—2017《葵花籽油》浸出葵花籽油一级的质量指标限值, 综合可得超声辅助法可用于葵花籽过氧化值、酸价检测的油脂提取制备。

水等降温操作对油脂酸价结果的影响, 为油料作物品质指标检测的油脂超声提取方法提供更全面充分的应用数据支撑。

### 参考文献

- [1] 王瑞元. 我国葵花籽油产业现状及发展前景[J]. 中国油脂, 2020, 45(3): 1-3.  
WANG RY. Current situation and development prospect of sunflower seed oil industry in China [J]. China Oils Fats, 2020, 45(3): 1-3.
- [2] DURMAZ G, GOEKMEN R. Determination of 5-hydroxymethyl-2-furfural and 2-furfural in oils as indicators of heat pre-treatment [J]. Food Chem, 2010, 123(3): 912-916.
- [3] 连四超, 刘玉兰, 孙国昊, 等. 浓香和精炼葵花籽油加速氧化过程中综合品质变化的差异[J]. 中国油脂, 2022, 47(2): 79-84, 103.  
LIAN SC, LIU YL, SUN GH, et al. Differences in comprehensive quality changes between fragrant and refined sunflower seed oils in the accelerated oxidation process [J]. China Oils Fats, 2022, 47(2): 79-84, 103.
- [4] 李宇健, 陈复生, 郝莉花, 等. 粉碎处理对水酶法提取花生营养成分及其组成影响规律研究[J]. 中国油脂, 2017, 42(12): 1-5.  
LI YJ, CHEN FS, HAO LH, et al. Influence rules of pulverization treatment on aqueous enzymatic extraction of peanut nutritional components and its composition [J]. China Oils Fats, 2017, 42(12): 1-5.
- [5] 朱凯艳, 张文斌, 杨瑞金, 等. 粉碎处理对花生水酶法提取油脂和蛋白质的影响[J]. 食品与机械, 2012, 28(2): 119-122.  
ZHU KY, ZHANG WB, YANG RJ, et al. Influence of pulverization treatment on aqueous enzymatic traction of peanut oil and protein hydrolysates [J]. Food Mach, 2012, 28(2): 119-122.

- [6] 古明亮. 生干核桃仁酸价、过氧化值检测两种前处理方法的比较[J]. 粮食问题研究, 2020, (6): 46–51.  
GU ML. Comparison of two pretreatment methods for determination of acid value and peroxide value of dried walnut kernel [J]. Grain Issues Res, 2020, (6): 46–51.
- [7] 刘芳, 王超, 杨菊, 等. 油脂酸价和过氧化值检测方法的研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(14): 4478–4482.  
LIU F, WANG C, YANG J, *et al.* Progress of determination methods for acid and peroxide values of oils and fats [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(14): 4478–4482.
- [8] 何浙华, 俞云林, 丁德根, 等. 山茶籽3种工艺制油酸价、过氧化值和苯并[a]芘的比较[J]. 浙江农业科学, 2018, 59(6): 1001–1006.  
HE ZH, YU YL, DING DG, *et al.* Comparative test of 3 process of *Camellia* seed oil [J]. J Zhejiang Agric Sci, 2018, 59(6): 1001–1006.
- [9] 王淑珍, 李应霞, 王兴瑞, 等. 不同制油方法对青海亚麻籽油品质及货架期的影响[J]. 食品科学, 2022, 43(11): 92–98.  
WANG SZ, LI YX, WANG XR, *et al.* Effects of different preparation methods on quality and shelf life of Qinghai flaxseed oil [J]. Food Sci, 2022, 43(11): 92–98.
- [10] 庞庭才, 黄波, 陆英兰, 等. 超声波辅助提取王棕种子油脂及其品质分析[J]. 粮食与油脂, 2022, 35(5): 87–90.  
PANG TC, HUANG B, LU YL, *et al.* Ultrasonic assisted extraction and quality analysis of oil from *Roystonea regia* seed [J]. Cere Oils, 2022, 35(5): 87–90.
- [11] 陈俊龙, 崔雨同, 郑娉洁, 等. 不同提取方法对栀子籽油品质的影响[J]. 中国粮油学报, 2022, 37(1): 96–100.  
CHEN JL, CUI YT, ZHENG YJ, *et al.* Effects of different extraction methods on quality of *Gardenia* seed oil [J]. J Chin Cereal Oil Ass, 2022, 37(1): 96–100.
- [12] 宋明发, 杨芸, 白冉冉, 等. 不同方法提取山桐子油的品质及体外抗氧化活性研究[J]. 中国调味品, 2022, 47(3): 28–32, 38.  
SONG MF, YANG Y, BAI RR, *et al.* Quality and antioxidant activity *in vitro* of maxim oils extraction by different methods [J]. China Cond, 2022, 47(3): 28–32, 38.
- [13] 张岩, 纪俊敏, 侯利霞, 等. 不同热处理葵花籽方式对葵花籽油品质的影响[J]. 中国调味品, 2022, 47(5): 5–14.  
ZHANG Y, JI JM, HOU LX, *et al.* Effects of different heat treatment methods on the quality of sunflowers seed oil [J]. China Cond, 2022, 47(5): 5–14.
- [14] 刘媛媛, 李鹏飞, 杨瑞金, 等. 水酶法提取葵花籽油工艺及机理[J]. 食品工业科技, 2018, 39(24): 151–156.  
LIU YY, LI PF, YANG RJ, *et al.* Process and mechanism of aqueous enzymatic extraction of sunflower seed oil [J]. Sci Technol Food Ind, 2018, 39(24): 151–156.
- [15] 程倩, 初柏君, 杨潇, 等. 水酶法提取葵花籽仁油工艺的优化及对油脂品质的影响[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(17): 6969–6974.  
CHENG Q, CHU BJ, YANG X, *et al.* Optimization of aqueous enzymatic extraction process of sunflower seeds oil and the effect on its quality [J]. J Food Saf Qual, 2021, 12(17): 6969–6974.
- [16] 沈玉平, 周旭, 张祖姣, 等. 水酶法提取油脂研究进展[J]. 中国油脂, 2021, 46(2): 14–19.  
SHEN YP, ZHOU X, ZHANG ZJ, *et al.* Progress on aqueous enzymatic extraction of oil [J]. China Oils Fats, 2021, 46(2): 14–19.
- [17] 李伟业, 吴海顺, 于华忠. 三叶木通籽油提取方法对比及超临界CO<sub>2</sub>萃取法工艺优化[J]. 食品工业科技, 2021, 42(10): 203–208.  
LI WY, WU HS, YU HZ. Comparison of different extraction methods of *akebia trifoliata* oil and optimization of supercritical CO<sub>2</sub> extraction process [J]. Sci Technol Food Ind, 2021, 42(10): 203–208.
- [18] 孟雨东, 马宇翔, 汪学德, 等. 超临界CO<sub>2</sub>流体提取3种河南木本油料油脂工艺的研究[J]. 粮食与油脂, 2021, 34(5): 47–50, 67.  
MENG YD, MA YX, WANG XD, *et al.* Study on supercritical CO<sub>2</sub> fluid extraction of three kinds of woody oleiferous in Henan Province [J]. Cere Oils, 2021, 34(5): 47–50, 67.
- [19] AHANGARI H, KING JW, EHSANI A, *et al.* Supercritical fluid extraction of seed oils—A short review of current trends [J]. Trends Food Sci Technol, 2021, 111: 249–260.
- [20] 鞠阳, 王学德, 高锦鸿. 微波预处理对芝麻油品质影响[J]. 粮食与油脂, 2015, 28(3): 31–34.  
JU Y, WANG XD, GAO JH. Effect of microwave pretreatment on the quality of sesame oil [J]. Cere Oils, 2015, 28(3): 31–34.
- [21] NGAMKHAE N, MONTHAKANTIRAT O, CHULIKHIT Y, *et al.* Optimization of extraction method for kleeb bua daeng formula and comparison between ultrasound-assisted and microwave-assisted extraction [J]. J Appl Res Med Aroma, 2022, 28: 100369–100379.
- [22] 尹佳, 黄志鸿, 李继锋. 响应面优化超声波辅助提取葡萄籽油脂的工艺研究[J]. 中国调味品, 2020, 45(7): 134–137.  
YI J, HUANG ZH, LI JF. Optimization of ultrasonic-assisted extraction of grape seed oil by response surface [J]. China Cond, 2020, 45(7): 134–137.
- [23] 韩军岐, 张有林, 陈雷. 葵花籽油的超声波提取及抗氧化研究[J]. 食品工业科技, 2005, (1): 52–54.  
HAN JQ, ZHANG YL, CHEN L. Processing of sunflower seed oil by ultrasonic treatment and its antioxidation [J]. Sci Technol Food Ind, 2005, (1): 52–54.
- [24] JAMAL AR, KAREEM AKA. Use of ultrasound treatment to improve oil extraction from sunflower [J]. Earth Environ Sci, 2022, 1060(1): 12081–12092.
- [25] 张振山, 刘玉兰, 张丽霞, 等. 超声波辅助提取对亚麻籽油得率和品质的影响[J]. 中国粮油学报, 2014, 29(8): 90–94.  
ZHANG ZS, LIU YL, ZHANG LX, *et al.* Effect of ultrasonic assisted extraction on the yield and quality of flaxseed oil [J]. J Chin Cereal Oil Ass, 2014, 29(8): 90–94.
- [26] LOUKAS YL. A Plackett–Burnam screening design directs the efficient formulation of multicomponent DRV liposomes [J]. J Pharm Biomed, 2001, 26: 255–263.
- [27] 赵重博, 王晶, 吴博, 等. 基于PB设计和BBD响应面法优化制天南星

- 多糖超声辅助提取工艺及抗肿瘤活性研究[J]. 中国新药杂志, 2019, 28(9): 1139-1144.
- ZHAO CB, WANG J, WU B, *et al.* Optimization of ultrasound-assisted extraction technology based on PB design and BBD response surface method and anti-tumor activities of polysaccharides from *Arisaematis rhizoma* preparatum [J]. Chin J New Drug, 2019, 28(9): 1139-1144.
- [28] 陈程, 梁宇柱, 张存芳, 等. 基于 PB 设计和 BBD 响应面法优化牡丹籽饼中油脂的超声辅助提取工艺[J]. 中国油脂, 2018, 43(2): 14-18.
- CHEN C, LIANG YZ, ZHANG CL, *et al.* Optimization of ultrasound-assisted extraction of oil from peony seed cake by Plackett-Burman design and Box-Behnken response surface methodology [J]. China Oils Fats, 2018, 43(2): 14-18.
- [29] 杨利杰, 张莘莘, 汪轩羽, 等. PBD-BBD 优化大枣保质工艺[J]. 食品科学技术学报, 2020, 38(2): 107-113, 120.
- YANG LJ, ZHANG PP, WANG XY, *et al.* Optimization of quality assurance technology of jujube by PBD-BBD [J]. J Food Sci Technol, 2020, 38(2): 107-113, 120.
- [30] ZARDO I, ESPÍNDOLA SA, MARCZAK LDF, *et al.* Optimization of ultrasound assisted extraction of phenolic compounds from sunflower seed cake using response surface methodology [J]. Waste Biomass Valorizat, 2019, 10(1): 33-34.
- [31] OZA S, KODGIRE P, KACHHWAHA SS. Analysis of RSM based BBD and CCD techniques applied for biodiesel production from waste cotton-seed cooking oil via ultrasound method [J]. Anal Chem Lett, 2022, 12(1): 86-101.
- [32] 张雪萍, 贾有青, 李哲. 超声辅助法对亚麻籽油浸提条件的优化[J]. 粮食与食品工业, 2019, 26(6): 1-4.
- ZHANG XP, JIA YQ, LI Z. Optimization of extraction conditions of flaxseed oil by ultrasound-assisted extraction [J]. Cere Food Ind, 2019, 26(6): 1-4.
- [33] 张磊, 芮家鑫, 周晗雨, 等. 不同萃取方式对小麦胚芽油品质的影响[J]. 江苏大学学报(自然科学版), 2018, 39(6): 678-682.
- ZHANG L, RUI JX, ZHOU HY, *et al.* Effects of different extraction technologies on wheat germ oil quality [J]. J Jiangsu Univ (Nat Sci Ed), 2018, 39(6): 678-682.

(责任编辑: 张晓寒 郑 丽)

### 作者简介



冯 丹, 硕士, 助理研究员, 主要研究方向为农产品质量安全检测技术与风险评估。

E-mail: freefd89@sina.com

刘继红, 博士, 研究员, 主要研究方向为农产品质量安全检测技术与风险评估。

E-mail: 599177691@qq.com