

权煜, 刘学强, 赵丹丹, 等. 超声辅助提取油莎豆油的工艺优化及品质分析 [J]. 食品工业科技, 2024, 45(10): 207–216. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2023070077

QUAN Yu, LIU Xueqiang, ZHAO Dandan, et al. Process Optimization and Quality Research of Oil Extraction from Tiger Nut (*Cyperus esculentus* L.) Using Ultrasonic-assisted Extraction[J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(10): 207–216. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2023070077

· 工艺技术 ·

超声辅助提取油莎豆油的工艺优化及品质分析

权煜, 刘学强, 赵丹丹, 饶欢, 吴彤娇, 郝建雄*
(河北科技大学食品与生物学院, 河北石家庄 050000)

摘要: 为提高油莎豆油的得率且保证成品品质, 本研究采用超声辅助正己烷法对油莎豆油的提取工艺进行响应面试验优化, 确定最优提取条件后对油莎豆油品质进行分析。在油的品质研究中, 采用 25 °C (常温)、47 °C (超声辅助提取最佳温度)、60 °C (高温) 三个温度对比超声作用对油样中总酚含量、总黄酮含量、1,1-二苯基-2-三硝基苯肼 (1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl, DPPH) 自由基清除率、脂肪酸组成及含量的影响。结果表明: 脱皮油莎豆研磨后在料液比 1:15 (g/mL)、超声时间 20 min、超声温度 47 °C、粉碎粒度 70 目时, 油莎豆油的得率为 25.01%±0.03%, 油样为黄橙色微浊状态, 具有豆类特有的香气。油莎豆油对 DPPH 自由基有一定的清除作用, 超声可更好地溶出油莎豆中的营养物质, 但对油莎豆中黄酮类物质的破坏效应相对较大, 酚酸类物质在高温时含量显著 ($P<0.05$) 下降。在 25~60 °C 间超声作用和温度的变化对脂肪酸的种类和含量的影响不大, 油酸 (C18:1) 含量最高, 约为 73.81%~74.00%。本试验结果可以为油莎豆油脂的开发利用提供一定基础和理论依据。

关键词: 油莎豆油, 超声辅助提取, 工艺优化, 抗氧化活性, 气相色谱, 黄酮, 多酚, 脂肪酸组成

中图分类号: TS224.2

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2024)10-0207-10

DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2023070077



本文网刊:

Process Optimization and Quality Research of Oil Extraction from Tiger Nut (*Cyperus esculentus* L.) Using Ultrasonic-assisted Extraction

QUAN Yu, LIU Xueqiang, ZHAO Dandan, RAO Huan, WU Tongjiao, HAO Jianxiong*

(College of Food Science and Biology, Hebei University of Science and Technology, Shijiazhuang 050000, China)

Abstract: In order to improve the yield and quality of tiger nut oil, the strategy of ultrasonic-assisted n-hexane was studied by response surface methodology. In this study, the total phenolic content, total flavonoid content, free radical scavenging rate, fatty acid composition, and 1,1-diphenyl-2-trinitrophenylhydrazine (DPPH) clearance rate in oil samples were investigated at three temperatures including 25 °C (room temperature), 47 °C (optimal temperature for ultrasound assisted extraction), and 60 °C (high temperature). The results showed that a high tiger nut oil extraction yield of 25.01%±0.03% was obtained at a solid-liquid ratio of 1:15 (g/mL), ultrasonic time of 20 min, ultrasonic temperature of 47 °C, and particle size of 70 mesh. The obtained oil sample was yellow-orange and slightly turbid with a unique aroma of beans. Besides, tiger nut oil had a certain scavenging effect on DPPH free radicals. Ultrasound could better dissolve the nutrients in tiger nut, but it had a large destruction effect on tiger nut flavonoids, while the content of phenolic acids significantly ($P<0.05$) decreased at high temperatures. Ultrasonic treatment and temperature showed slight effect on the types and contents of fatty acids

收稿日期: 2023-07-11

基金项目: 国家自然科学基金面上项目 (31972170); 国家自然科学基金青年科学基金项目 (32201975); 河北省农业科技成果转化资金项目 (V1648647450672); 河北省高等学校科学技术研究项目 (QN2022162)。

作者简介: 权煜 (2000-), 女, 硕士研究生, 研究方向: 农产品加工及贮藏工程, E-mail: 1668466077@qq.com。

* 通信作者: 郝建雄 (1979-), 男, 博士, 教授, 研究方向: 农产品加工及贮藏工程, E-mail: cauhjx@163.com。

between 25 °C and 60 °C, and the highest content of oleic acid (C18:1) was about 73.81%~74.00%. These results provide a theoretical basis for the development and utilization of oil from tiger nut.

Key words: tiger nut oil; ultrasound assisted extraction; process optimization; antioxidant activity; gas chromatography; flavone; polyphenol; fatty acid composition

油莎豆(*Cyperus esculentus* L.), 又名铁荸荠或虎坚果, 是莎草科植物的块茎, 在欧洲的西班牙和非洲东北部被广泛种植, 中科院植物所在 1952 年时将油莎豆从苏联引进中国^[1]。由于油莎豆适应性及抗逆性强, 能够在干旱、沙化或酸性土壤中生长^[2], 因此在中国北方种植较多^[3]。油莎豆富含多种营养物质, 其中油脂含量很高。油莎豆油以油酸(67.71%~74.60%)为主, 因此不饱和脂肪酸含量高, 与橄榄油的脂肪酸组成相似, 营养价值也与其相当^[4]。此外, 油莎豆中的营养物质还具有一定的抗菌、抗氧化功效^[5], Shantrell 等^[6]的研究结果表明, 油莎豆的水提取物和甲醇提取物中含有酚类和黄酮等抗氧化活性成分, 具有出色的铁还原能力, 能够有效清除 1,1-二苯基-2-三硝基苯肼(1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl, DPPH)自由基和 2,2'-联氮-双(3-乙基苯并噻唑啉-6-磺酸)(2,2'-azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid), ABTS⁺)自由基, Jing 等^[7]通过油莎豆油的体外和体内抗氧化活性试验也表明了油莎豆油具有良好的抗氧化性能。

油脂的常见提取方法可分为机械法和浸提法两种, 机械法快速省时, 但出油率低; 近些年在普通浸提的基础之上衍生出超临界法(supercritical fluid extraction, SFE)、水酶法(aqueous enzymatic extraction, AEE)、微波(microwave assisted extraction, MAE)及超声波辅助法(ultrasonic assisted extraction, UAE)等快速方便、得油率高的方法。段蕾^[3]采用 SFE 提取油莎豆油, 得率达到 24.90%, 且饱和脂肪酸含量很高, 但是实验成本较高。刘蕾等^[8]利用 AEE 水解植物细胞壁来获取油脂, 但 AEE 的瓶颈在于低采收率和长加工时间, 且灭酶过程会使营养物质大量损失。Hu 等^[2]使用 MAE 提取油莎豆油, 以石油醚和丙酮(2:1, v/v)的混合物作为溶剂, 提取率为 24.12%, 与索式提取法(soxhlet extraction, SE)相比, 油中营养成分含量更高, 但是微波作用的缺点是加热不均匀。而 UAE 利用超声波的空化效应、机械效应以及热效应破坏细胞, 可以有效补偿微波加热不均匀的缺点^[9], 且其成本低廉, 对营养物质的损害较小。

前人的研究对油莎豆油的营养成分(总酚含量和总黄酮含量)报道较少, 并且这些营养物质容易被提取方式、温度等因素影响。所以本试验利用超声辅助正己烷提取油莎豆油, 并利用响应面法优化提取条件, 从提取工艺和温度两个角度讨论其对油莎豆油中的总酚含量和总黄酮含量的影响, 并测定了油脂的 DPPH 自由基清除能力和脂肪酸组成, 以期油莎豆油脂的开发利用提供一定基础和理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

油莎豆 河北省衡水市; 正己烷、无水乙醇、亚硝酸钠、碳酸钠、硝酸铝、氢氧化钠 分析纯, 天津欧博凯化工有限公司; 没食子酸标准品(HPLC ≥ 98%)、1,1-二苯基-2-三硝基苯肼(DPPH) 上海麦克林生化科技有限公司; 福林酚试剂 生物试剂, 上海蓝季科技发展有限公司; 芦丁标准品(HPLC ≥ 98%) 生物试剂, 北京索莱宝科技有限公司。

Blue pard 生化培养箱、HWS-24 电热恒温水浴锅 上海一恒科学仪器有限公司; SpectraMax M2 酶标仪 美国 Molecular Devices 公司; HC-3018 高速离心机 安徽中科中佳科学仪器有限公司; JJ-666 磨粉机 绿建家居用品有限公司; RE-5205 旋转蒸发仪 上海亚荣生化仪器厂; CP114 电子天平 奥豪斯仪器(上海)有限公司; XM-P222H 无极调功超声波清洗机 小美超声仪器(昆山)有限公司; Agilent 7890B 气相色谱仪 美国 Agilent 公司。

1.2 实验方法

1.2.1 油莎豆油超声辅助提取工艺 油莎豆脱皮→干燥→粉碎过筛→超声辅助正己烷提取→9000 r/min, 常温下离心 10 min→蒸发溶剂→干燥恒重→油莎豆毛油。

操作要点: 对油莎豆使用 5% NaOH 在 70 °C 下碱烫 6 min 脱皮, 清水洗净, 自然风干 4 h; 粉碎过筛: 使用研磨机将油莎豆研磨成细粉, 超声辅助正己烷提取, 并常温离心, 保留上清液; 蒸发溶剂: 使用旋转蒸发仪于 40 °C 下蒸发正己烷; 干燥恒重: 油莎豆粕的前后两次称量所得质量之差小于 0.2 mg。制得的油莎豆油于 4 °C 冰箱保存备用。

1.2.2 油莎豆油得率计算 将超声辅助提取得到的油莎豆毛油称重, 与试验所需豆粉质量相比得到油莎豆油得率^[8-10]。

$$\text{得率}(\%) = \frac{\text{毛油质量}(\text{g})}{\text{豆粉质量}(\text{g})} \times 100$$

1.2.3 单因素实验 称取 1.00 g 油莎豆粉末, 按照 1.2.1 的流程进行超声辅助提取。控制料液比为 1:14 g/mL, 超声时间为 20 min, 超声功率 210 W, 粉碎粒度 40 目, 考察不同超声温度(20、30、40、50、60 °C)对油莎豆油得率的影响; 控制料液比为 1:14 g/mL, 超声温度为 40 °C, 超声功率 210 W, 粉碎粒度 40 目, 考察不同超声时间(10、15、20、25、30、35 min)对油莎豆油得率的影响; 控制料液比为 1:14 g/mL, 超声时间为 20 min, 超声温度 40 °C, 粉

碎粒度 40 目,考察不同超声功率(210、245、280、315、350、385 W)对油莎豆油得率的影响;控制超声时间为 20 min,超声温度 40 ℃,超声功率 315 W,粉碎粒度 40 目,考察不同料液比(1:8、1:10、1:12、1:14、1:16、1:18 g/mL)对油莎豆油得率的影响;控制料液比为 1:14 g/mL,超声时间为 20 min,超声功率 315 W,超声温度 40 ℃,考察不同粉碎粒度(20、40、60、80、100、120 目)对油莎豆油得率的影响。

1.2.4 响应面优化试验设计 根据单因素实验结果,使用 Design-Expert 13 的 Box-Behnken 模型进行响应面优化试验(BBD),选择超声温度、超声时间、料液比和粉碎粒度 4 个因素,进行四因素三水平的响应面设计,以油莎豆油得率为响应值,四个因素的水平设计见表 1。

表 1 响应面试验因素水平设计
Table 1 Levels of independent variables in the response surface design

水平	因素			
	A超声温度 (℃)	B超声时间 (min)	C料液比 (g/mL)	D粉碎粒度 (目)
-1	30	15	1:12	40
0	40	20	1:14	60
1	50	25	1:16	80

1.2.5 油莎豆油品质分析

1.2.5.1 基本感官指标 油脂透明度、气味、滋味依据 GB/T 5525-2008《植物油脂 透明度、气味、滋味鉴定法》^[1] 中方法测定。

1.2.5.2 总酚含量测定 采用 Folin-Ciocalteu 比色法。将 0.2 mL 油莎豆油的 80% 乙醇提取物与 1 mL 0.1mol/L 的福林酚试剂混合,静置 3 min 后添加 3 mL 10% Na₂CO₃,定容至 10 mL。避光反应 1 h,于 765 nm 处测定吸光度。标准曲线的绘制:精密称量没食子酸对照品 1 mg,用去离子水溶解并制成 0.1 mg/mL 的没食子酸标准品母液。精密量取标准品母液 0、0.5、1、1.5、2、2.5 mL,按照样品的测定流程测定并绘制标准曲线,结果以每毫升溶液中没食子酸质量表示测定样品中总酚含量^[12-13]。标准曲线回归方程为: y=0.4060x+0.1845, R²=0.9961。

1.2.5.3 总黄酮含量测定 取 0.2 mL 油莎豆油的 80% 乙醇提取物,与 0.5 mL 5% NaNO₂ 溶液混合,静置 7 min 后加入 0.5 mL 10% Al(NO₃)₃ 溶液,反应 7 min 后加入 5 mL 1mol/L 的 NaOH 溶液,60% 乙醇定容至 10 mL,在 510 nm 处测定样品吸光度值。标准曲线的绘制:精密称量芦丁标准品 10 mg,用 60% 乙醇溶解并定容至 100 mL,制成 0.1 mg/mL 的芦丁标准品母液。精密量取标准品母液 0、0.5、1、1.5、2、2.5 mL,按照样品的测定流程测定并绘制标准曲线,结果以每 mL 溶液中芦丁质量表示^[12-14]。标准曲线回归方程为: y=0.6811x-0.0021, R²=0.9973。

1.2.5.4 DPPH 自由基清除率测定 用无水乙醇准确配制浓度为 4、8、12、16、20 mg/mL 的油莎豆油样品,分别取 1 mL 样品,加入 1 mL 0.2 mmol/L 的 DPPH-无水乙醇溶液,摇匀并避光静置 30 min,于 517 nm 处测定吸光度 A₁;用无水乙醇代替 DPPH 溶液作为空白对照,测定吸光度 A₂;按照下式计算 DPPH 自由基清除率^[15-16]。

$$\text{DPPH自由基清除率}(\%) = 1 - \frac{A_1 - A_2}{A_0} \times 100$$

式中: A₀: 无水乙醇+DPPH 溶液的吸光度; A₁: 样品+DPPH 溶液的吸光度; A₂: 样品+无水乙醇的吸光度。

1.2.5.5 脂肪酸组成测定 脂肪酸组成测定方法参照 GB 5009.168-2016^[17]。气相色谱条件: 色谱柱, HP-88(100 m×0.25 mm×0.25 μm); 检测器, 氢火焰离子化检测器(FID); 载气, 氮气(纯度≥99.999%); 柱温: 100 ℃ 保持 13 min, 10 ℃/min 升温至 180 ℃, 保持 6 min, 1 ℃/min 升温至 200 ℃, 保持 20 min, 4 ℃/min 升温至 230 ℃, 保持 10.5 min; 进样口温度, 270 ℃; 检测器温度, 280 ℃; 分流比, 30:1; 进样量, 1 μL。

1.3 数据处理

每组实验重复 3 次,数据以平均值±标准差表示。使用 SPSS 26 软件对数据进行 Duncan 多重比较,响应面数据使用 Design-Expert 13 和 Origin 2021 软件进行分析与作图。显著性水平确定为 P<0.05。

2 结果与分析

2.1 单因素实验结果

超声温度对油莎豆油得率的影响由图 1A 所示,油莎豆油的得率随提取温度升高先增大后减小,在 40 ℃ 时达到最高,为 19.49%。温度的升高使油脂在溶剂中溶解度增大,溶剂密度和粘度降低,油脂扩散加快,得率增加^[18-19];但过高的温度增加了溶剂的饱和蒸气压,导致气泡闭合时缓冲作用增强,空化破坏作用减弱^[20],正己烷的沸点较低,约为 69 ℃,所以温度升高对其作为提取溶剂的提取效率有较大影响,高温也会使溶剂蒸发,减少了豆粉与溶剂之间的有效接触面积,导致得率的大幅下降。Tian 等^[10] 提取石榴籽油与刘蕾等^[8] 提取油莎豆油时都在 40 ℃ 之后得率显著(P<0.05)下降。因此选择 30~50 ℃ 为后续试验温度。

超声时间对油莎豆油得率的影响由图 1B 所示,随着提取时间的延长,油莎豆油的得率先升高后下降,在 15~20 min 之间得率增加较快,在 20 min 时达到最大值 19.55%。超过 20 min 时开始快速下降。这是因为在提取过程开始时,由于固液主体之间的浓度梯度和超声空化效应,扩散驱动力大,溶剂良好地渗透到细胞中^[21];随着时间的延长,油莎豆中不溶性物质等杂质悬浮在提取物中,或重新吸附到破

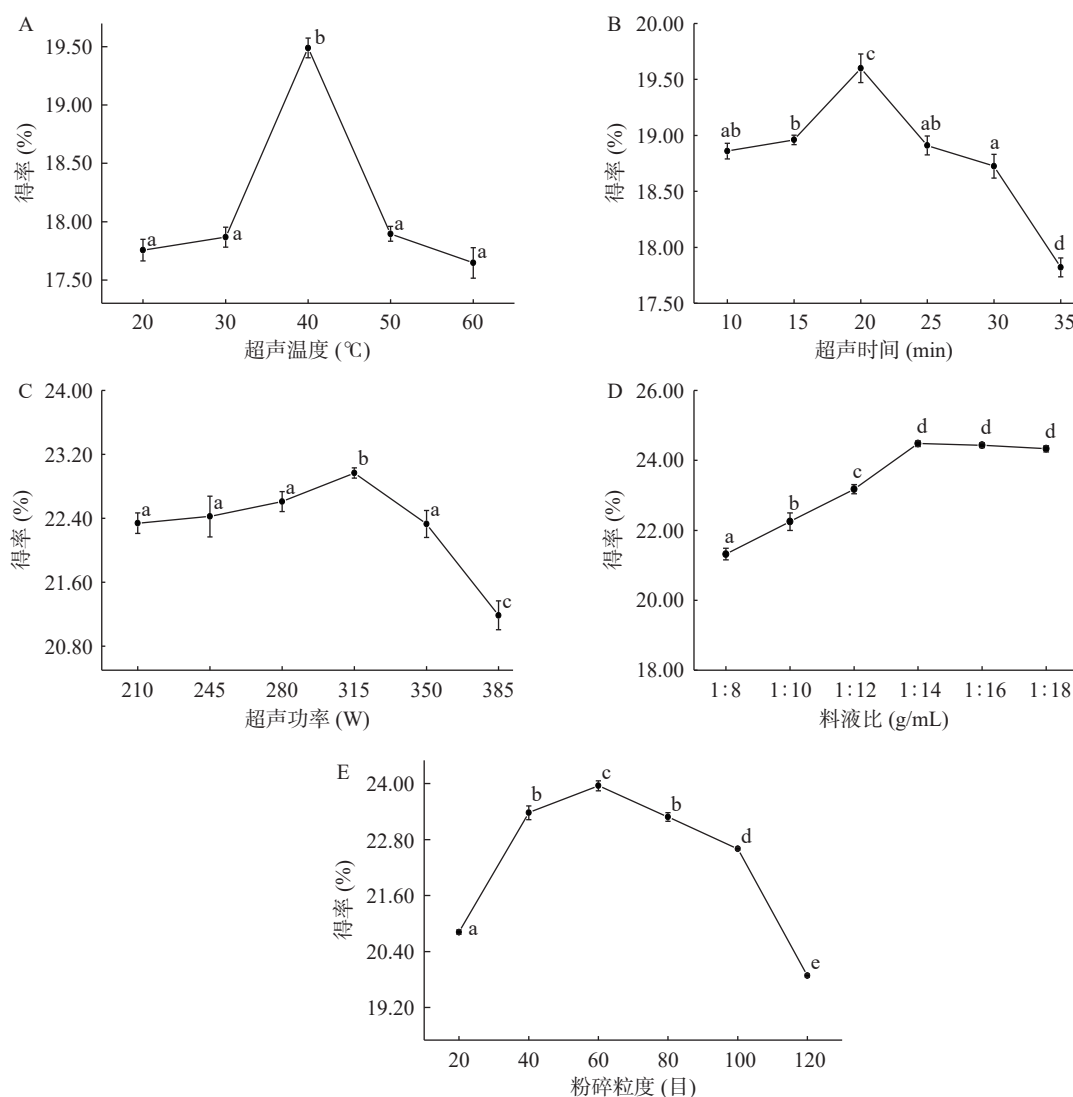


图1 单因素实验对油莎豆油得率的影响

Fig.1 Effects of single factor experiment on the yield of oil from tiger nut oil

注: A: 超声温度; B: 超声时间; C: 超声功率; D: 料液比; E: 粉碎粒度; 不同小写字母代表样品间有显著差异, $P < 0.05$ 。

裂的组织颗粒上,降低了溶剂对细胞结构的渗透性^[22], Joven 等^[23]在提取雨伞树种子油脂时也有类似的趋势。因此选择 15~25 min 为后续试验时间。

超声功率对油莎豆油得率的影响由图 1C 所示,超声功率从 210 W 增加到 315 W 时,油的得率有所增加,在 315 W 时达到最大值 22.97%,之后随着超声功率的增大得率大幅下降,这与胡炜东等^[24]和高芳芳等^[25]提取油莎豆油的研究结果趋势一致。这是由于超声功率的增大使空化和机械作用强烈,油脂渗出量随之增大^[26];当超声功率过大时,油脂可能分解或挥发,使提取率略有减少^[22,27],故选取超声功率为 315 W 较适宜。

料液比对油莎豆油得率的影响由图 1D 所示。随着溶剂用量的增加,油莎豆油的得率逐渐增大。当液料比达到 1:14 (g/mL) 时,油的得率达到最高值 24.48%。进一步提高液料比例并未对得率产生显著增益,继续增大液料比则会导致油得率略微下降,这与 Tian 等^[10]和 Senrayan 等^[9]提取木棉籽油的研究结果趋势一致。由于有机溶剂的介电常数大约等于

甘油三酯的介电常数,因此使用正己烷等有机溶剂容易浸入细胞内部,从而有效溶解脂质^[28]。在 1:8~1:14 (g/mL) 间逐渐上升主要是由于固液主体之间的浓度梯度给予了传质过程中的驱动力^[10,29],但当溶剂过大时,对于在底部沉积的豆粉颗粒,超声产生的空化和机械等效应力强度减弱,导致溶剂的浪费并增加后续工作的困难^[30],故选择液料比为 1:14 (g/mL) 左右较适宜。

粉碎粒度对油莎豆油得率的影响由图 1E 所示。在粉碎粒度为 20~60 目时,随着粉碎粒度的增加,油的得率明显提高,在 60 目时达到最大值 23.96%,而当粉碎粒度大于 60 目时,得率显著 ($P < 0.05$) 下降。唐琳琳^[31]研究超声辅助提取红树莓籽油时发现,籽粒的粉碎粒度是影响油脂得率的关键因素,这是因为油莎豆粉质变细,使溶剂与豆粕接触面积增大,传质阻力减少,油脂更易溶出也更容易提取完全;但油莎豆粉碎过细时豆粕易沉底被压实,不易被溶剂接触完全,增加了传质阻力,不利于豆油的提取,因此导致得率下降^[32]。刘花花等^[32]提取石榴籽油时也发

现粉碎粒度超过 60 目后得率也显著下降。因此粉碎粒度选择 40~80 目为后续试验粉碎粒度。

2.2 单因素方差分析

由表 2 可知,五个因素均对油的得率有极显著影响($P<0.01$),超声功率相对于料液比、超声时间、超声温度和粉碎粒度对油莎豆油的得率影响较小。考虑实验条件和效率,在响应面优化试验中选择料液比、超声时间、超声温度和粉碎粒度四个因素进行考察。

表 2 单因素实验方差分析结果
Table 2 Analysis of variance results of single factor experiments

水平	因素				
	料液比	超声功率	超声时间	超声温度	粉碎粒度
<i>F</i>	501.531	40.013	205.802	239.037	2022.246
<i>P</i>	1.701×10^{-13}	4.468×10^{-7}	3.389×10^{-11}	7.066×10^{-10}	4.062×10^{-17}

2.3 响应面优化试验结果分析

2.3.1 试验结果与方差分析 根据从单因素实验得出的最佳条件,对其进行了包括五组中心点实验在内的共 29 组实验,以进行四因素三水平的响应面分析,具体结果见表 3。

将上述实验数据通过 Design-Expert 软件进行多元回归拟合,得到拟合二次多项回归方程。以超声

表 3 响应面试验设计及结果

Table 3 Design and results of response surface methodology experimental

实验号	A超声温度	B超声时间	C料液比	D粉碎粒度	Y得率(%)
1	1	1	0	0	22.71±0.04
2	1	-1	0	0	21.43±0.10
3	1	0	1	0	23.89±0.18
4	1	0	-1	0	19.00±0.05
5	1	0	0	1	23.8±0.08
6	1	0	0	-1	19.59±0.01
7	-1	-1	0	0	20.49±0.14
8	-1	1	0	0	19.47±0.10
9	-1	0	-1	0	19.11±0.09
10	-1	0	1	0	20.42±0.06
11	-1	0	0	1	21.36±0.15
12	-1	0	0	-1	18.27±0.13
13	0	1	1	0	22.27±0.09
14	0	1	-1	0	18.56±0.09
15	0	1	0	1	21.63±0.11
16	0	1	0	-1	18.52±0.10
17	0	-1	0	1	22.08±0.16
18	0	-1	1	0	21.71±0.13
19	0	-1	-1	0	18.27±0.14
20	0	-1	0	-1	17.67±0.04
21	0	0	1	1	24.09±0.22
22	0	0	1	-1	18.52±0.15
23	0	0	-1	-1	16.81±0.06
24	0	0	-1	1	18.77±0.04
25	0	0	0	0	24.06±0.11
26	0	0	0	0	24.06±0.13
27	0	0	0	0	24.11±0.21
28	0	0	0	0	24.00±0.19
29	0	0	0	0	23.95±0.10

温度 A、超声时间 B、料液比 C 和粉碎粒度 D 为自变量,以油莎豆油得率为响应值,回归方程为: $Y=24.24+0.9417A+0.1258B+1.70C+1.86D+0.5750AB+0.8950AC+0.2800AD+0.0675BC-0.3250BD+0.9025CD-1.28A^2-1.87B^2-2.29C^2-2.33D^2$ 。

回归模型进一步应用方差分析及显著性检验进行评估,结果见表 4。 F 值和 P 值用于显著性评估。从表可知,模型 $F=147.44$, $P<0.0001$,表明回归模型极显著,具有统计学意义;失拟项 $F=0.2908$, $P>0.05$,说明了模型失拟相对于纯误差造成的油莎豆油得率变异之间差异不显著,拟合度好。四个因素对油莎豆油得率的影响程度大小为:粉碎粒度>料液比>超声温度>超声时间。 $R^2=0.9931$,说明因变量与自变量间有一定的线性关系^[33];校正决定系数 $R^2_{Adj}=0.9865$,预测决定系数 $R^2_{Pred}=0.9776$,说明该回归模型选择合适,具有良好的拟合优度和预测能力^[34];变异系数 C.V.%=1.34,说明结果准确性和可靠性较高。Adeq Precision 值大于 4 表明模型抗干扰能力良好^[34-35],该模型 Adeq Precision=35.9394,说明其在自变量范围内是准确可靠的。

表 4 方差分析结果
Table 4 Analysis of variance

来源	平方和	自由度	均方	<i>F</i> 值	<i>P</i> 值	显著性
模型	163.81	14	11.70	147.44	<0.0001	***
A超声温度	10.64	1	10.64	134.08	<0.0001	***
B超声时间	0.1900	1	0.1900	2.39	0.1441	
C料液比	34.61	1	34.61	436.14	<0.0001	***
D粉碎粒度	41.63	1	41.63	524.54	<0.0001	***
AB	1.32	1	1.32	16.66	0.0011	**
AC	3.20	1	3.20	40.37	<0.0001	***
AD	0.3136	1	0.3136	3.95	0.0667	
BC	0.0182	1	0.0182	0.2297	0.6392	
BD	0.4225	1	0.4225	5.32	0.0368	*
CD	3.26	1	3.26	41.05	<0.0001	***
A ²	10.58	1	10.58	133.32	<0.0001	***
B ²	22.64	1	22.64	285.34	<0.0001	***
C ²	34.08	1	34.08	429.44	<0.0001	***
D ²	35.24	1	35.24	444.08	<0.0001	***
残差	1.11	14	0.0794			
失拟项	0.4677	10	0.0468	0.2908	0.9485	
纯误差	0.6433	4	0.1608			
总差	164.92	28				
$R^2=0.9933$, $R^2_{Adj}=0.9865$, $R^2_{Pred}=0.9776$, C.V.%=1.34, Adeq Precision=35.9394						

注:***表示差异非常显著($P<0.0001$),**表示差异极显著($P<0.01$),*表示差异极显著($P<0.05$)。

2.3.2 响应面交互作用分析 根据回归方程绘制对应的响应面图,两因素间的交互作用强弱可以从图像的等高线中体现,椭圆形代表交互作用对响应值的影响强;响应曲面的陡峭程度反映了各项因素影响程度,陡峭代表因素对响应值的影响大。如图 2 所示,所有 3D 图像均表现出一定的“钟罩型”,说明中心条

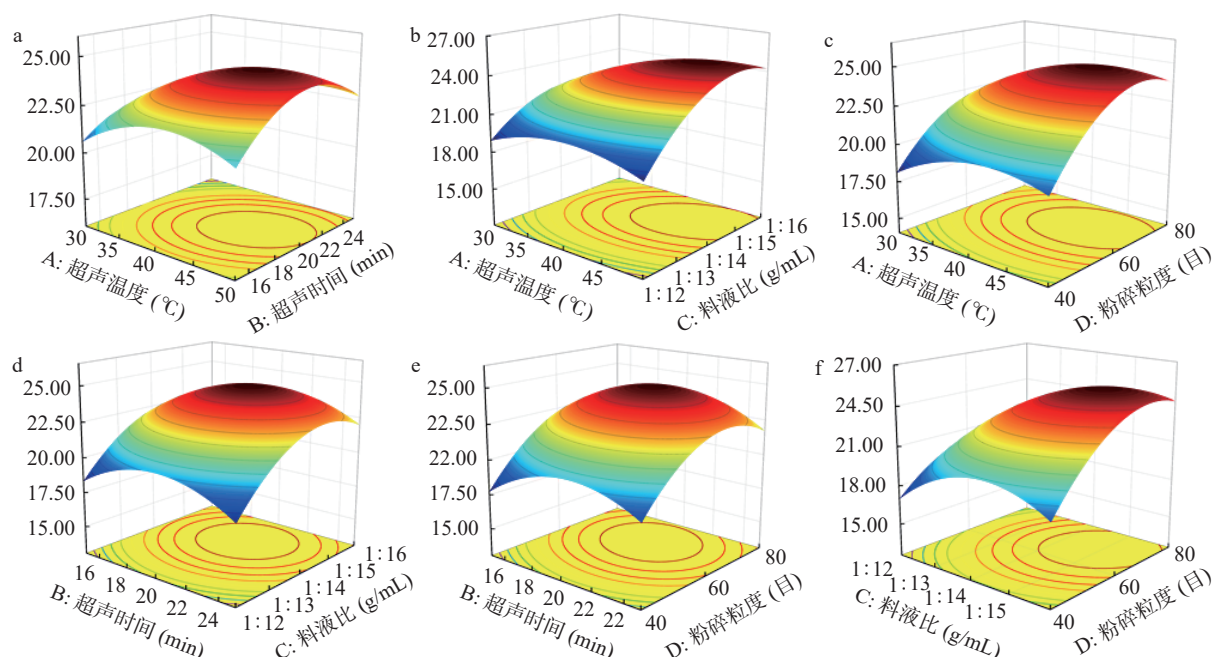


图2 两因素交互作用对响应面的影响

Fig.2 Effects of the interaction between two factors on the response surface

注: a: 超声温度与超声时间; b: 超声温度与料液比; c: 超声温度与粉碎粒度; d: 超声时间与料液比; e: 超声时间与粉碎粒度; f: 料液比与粉碎粒度。

件选择恰当,得率在四因素三个水平间都存在先升高再降低的趋势^[32]。结合表4, AB、AC、BD、CD的交互作用对响应值的影响显著($P < 0.05$), CD的交互作用对响应值的影响最强, AC次之; AD、BC的交互作用对响应值的影响不显著。此外,单因素对得率的影响是否显著会影响响应面的形状,由于B对得率的影响不显著,所以图2a、图2d、图2e图形的超声时间面相对平缓,整体呈现较标准的伞状。粉碎粒度的显著性最大,在图2c、图2e、图2f中有所体现,得率显著提高,图形陡峭走高,图形呈现非对称性。

2.3.3 响应面优化结果及验证 通过软件分析,得到油莎豆油理论提取工艺为:料液比1:15.22(g/mL)、超声时间20.50 min、超声温度46.64℃、粉碎粒度71.02目,油莎豆油的最大得率为25.59%;但考虑到实际操作的可行性,将工艺调整为:料液比1:15(g/mL)、超声时间20 min、超声温度47℃、粉碎粒度70目,在该条件下重复提取3次油莎豆油,实际得率为24.98%、25.03%、25.02%,相对标准偏差RSD=2.00%,与回归模型预测的得率最大值相比无显著差异,说明应用响应面模型优化油莎豆油超声辅助提取工艺条件的结果可靠。

2.4 不同工艺与温度对油品质的影响

2.4.1 不同温度及超声作用对油中活性成分和抗氧化性的影响 选择25℃(常温)、47℃(超声辅助提取最佳温度)、60℃(高温)三个温度,分别在超声与不超声的条件下进行油莎豆油的提取,并对这6组油莎豆油进行基本感官和总酚、总黄酮、DPPH清除率的测定,结果如图3~图4所示。由图3可知,6组

油样因未进行精炼,在20℃放置24 h后均呈现微浊状态,液体为黄橙色,无明显异味,具有豆类特有的香气。

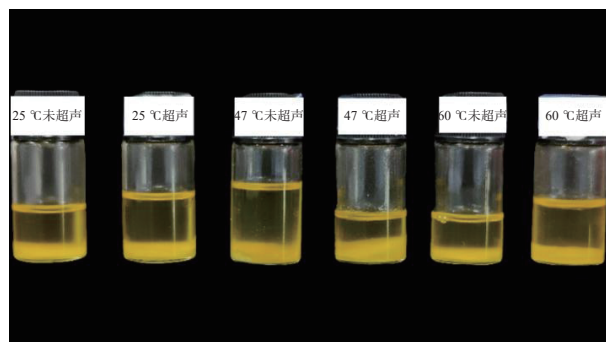


图3 6组油莎豆油毛油成品图

Fig.3 Product diagram of 6 groups of tiger nut (*Cyperus esculentus* L.) crude oil

图4a表示出不同温度及超声作用下的6份油品中总酚含量的变化。在超声与未超声组中,25℃时的总酚含量在三个温度中最大,分别为0.54、0.48 mg/mL。从图4a中可以看出,超声组总酚含量均显著($P < 0.05$)高于未超声组。说明在超声作用下,油莎豆油中的酚酸类物质能更好的溶出,且在25~60℃间超声作用对酚酸类物质的结构破坏效应小。但随着温度的上升,油中总酚含量有些许下降,这种现象尤其体现在未超声组,说明体系温度对酚酸类物质的结构破坏效应相对较大,超声组的下降趋势不明显可能是因为超声作用下溶出的总酚比被高温破坏结构的总酚含量高,所以呈现出了这种结果。

图4b表示了不同温度及超声作用下的6份油

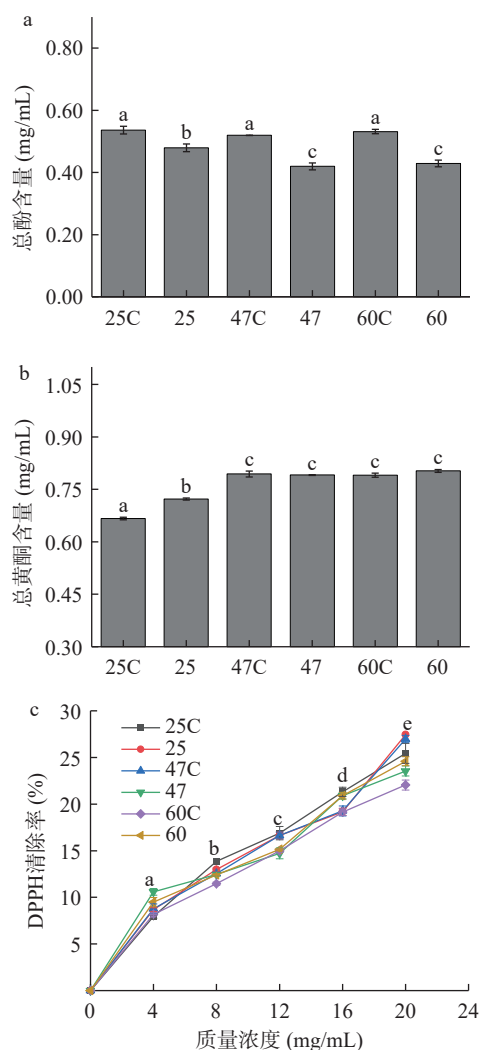


图 4 不同温度及超声作用下油莎豆油的总酚、总黄酮含量及 DPPH 自由基清除率

Fig.4 Total phenolic and flavonoid contents and DPPH clearance rate of tiger nut oil under different temperatures and ultrasound effects

注: a: 总酚含量; b: 总黄酮含量; c: DPPH 自由基清除率, 数字代表提取温度(℃), “C”代表使用超声辅助提油; 不同小写字母表示每个样本之间差异显著($P<0.05$)。

品中总黄酮含量的变化, 在提取油莎豆油的过程中, 随着温度的增加, 总黄酮的含量也有所增加, 在 60 ℃ 时油中总黄酮含量与 47 ℃ 时的总黄酮含量无显著差异, 但在之前的单因素实验中, 油莎豆油的得率在 60 ℃ 时相对于 40 ℃ 显著($P<0.05$)下降, 这说明油莎豆油的得率与油中的总黄酮含量可能无相互影响作用。另外, 根据文献 [36–37] 的实验结果, 黄酮类物质的提取最佳温度大致在 50~60 ℃ 之间, 本实验的趋势与其相符。在超声与未超声组的对比中, 在 25 ℃ 时超声作用对总黄酮的含量有显著($P<0.05$)的降低作用, 这说明油莎豆油中的黄酮类物质容易被超声作用破坏, 这种作用随着温度的升高而逐渐不明显, 这可能是因为体系温度升高, 加强了超声的空化作用, 使油莎豆中的黄酮类物质更好地溶出, 从而拉近了与未超声组的差距。

图 4c 表示了不同温度及超声作用下的 6 份油品的 DPPH 自由基清除率, 油莎豆油浓度在 0~20 mg/mL 时对 DPPH 自由基的清除率随着质量浓度的升高而增大, 呈现一定的线性关系, 说明油莎豆油中含有抗氧化性成分, 超声与否对 DPPH 自由基的清除率影响不显著, 从整体趋势上看, 温度升高会降低油脂的抗氧化活性。

2.4.2 油莎豆油脂肪酸组成分析 将油莎豆油经甲酯化后通过气相色谱仪进行分析, 得到 6 组脂肪酸气相色谱图如图 5 所示, 油莎豆油的脂肪酸有较好地分离且经过样品前处理后没有杂质干扰。

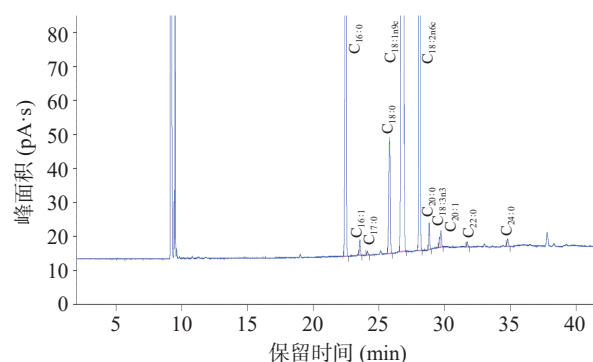


图 5 油莎豆油脂肪酸色谱图

Fig.5 Chromatogram of fatty acids of tiger nut oil

注: C16:0: 棕榈酸; C16:1: 棕榈一烯酸; C17:0: 十七烷酸; C18:0: 硬脂酸; C18:1n9c: 油酸; C18:2n6c: 亚油酸; C20:0: 花生酸; C18:3n3: 亚麻酸; C20:1: 顺-11-二十烯酸; C22:0: 山嵛酸; C24:0: 二十四酸。

对 6 组油样进行脂肪酸组成含量检测分析, 共检测出 11 种脂肪酸, 结果见表 5。

由表 5 可以看出, 6 组油莎豆样品可检出的脂肪酸组成相同, 因提取工艺和温度有微小的不同。油莎豆油脂中含量最高的脂肪酸是油酸(C18:1), 含量在 73.81%~74.00% 左右, 其次是棕榈酸(C16:0), 含量大约为 12.80%, 与前人的研究结果类似^[38–40], 再次证实了油莎豆油是一种富含油酸的植物油。并且本试验采用超声辅助正己烷所提取的油莎豆油中棕榈酸(C16:0)、硬脂酸(C18:0)、油酸(C18:1n9c)和亚油酸(C18:2n6c)的含量均符合 LS/T 3259-2018《油莎豆油》标准。

对 6 组油样的每种脂肪酸及饱和脂肪酸(SFA)、单不饱和脂肪酸(MUFA)、多不饱和脂肪酸(PUFA)、不饱和脂肪酸(UFA)的含量进行显著性分析, 结果显示除硬脂酸(C18:0)和亚麻酸(C18:3n3)的含量在 6 组油样中有显著性($P<0.05$)差异, 其他脂肪酸含量的变化均不显著, 这证明了在 25~60 ℃ 超声作用和温度的变化对脂肪酸的种类和含量的影响不大。其中 60 ℃ 未超声组的硬脂酸含量显著($P<0.05$)低于其他组, 这可能是由于高温所导致的, 也可能是试验误差导致; 超声作用对亚麻酸的含量有一定影响, 超声组的含量比未超声组的含量相对较高, 温度对其含

表 5 油莎豆油脂脂肪酸组成(%)
Table 5 Fatty acid compositions of tiger nut oil (%)

名称	25	25C	47	47C	60	60C
棕榈酸(C16:0)	12.82±0.00 ^a	12.77±0.07 ^a	12.75±0.00 ^a	12.74±0.08 ^a	12.74±0.09 ^a	12.73±0.08 ^a
棕榈一烯酸(C16:1)	0.27±0.00 ^a	0.26±0.00 ^a	0.27±0.00 ^a	0.26±0.02 ^a	0.27±0.00 ^a	0.27±0.00 ^a
十七烷酸(C17:0)	0.06±0.00 ^a	0.06±0.01 ^a	0.06±0.00 ^a	0.06±0.00 ^a	0.06±0.00 ^a	0.06±0.00 ^a
硬脂酸(C18:0)	2.53±0.00 ^a	2.53±0.01 ^a	2.56±0.00 ^a	2.54±0.16 ^a	2.49±0.11 ^b	2.54±0.14 ^a
油酸(C18:1n9c)	73.81±0.00 ^a	73.92±0.15 ^a	73.96±0.13 ^a	73.91±0.16 ^a	73.97±0.18 ^a	73.91±0.17 ^a
亚油酸(C18:2n6c)	9.48±0.00 ^a	9.44±0.06 ^a	9.37±0.00 ^a	9.46±0.06 ^a	9.45±0.06 ^a	9.48±0.06 ^a
花生酸(C20:0)	0.40±0.00 ^a	0.40±0.00 ^a	0.40±0.00 ^a	0.40±0.00 ^a	0.40±0.00 ^a	0.40±0.00 ^a
亚麻酸(C18:3n3)	0.13±0.00 ^{ab}	0.13±0.00 ^{ab}	0.13±0.00 ^a	0.14±0.00 ^b	0.13±0.00 ^{ab}	0.13±0.00 ^{ab}
顺-11-二十烯酸(C20:1)	0.26±0.00 ^a	0.27±0.00 ^a	0.27±0.00 ^a	0.26±0.00 ^a	0.27±0.00 ^a	0.27±0.00 ^a
山嵛酸(C22:0)	0.08±0.00 ^a	0.08±0.00 ^a	0.08±0.00 ^a	0.08±0.00 ^a	0.08±0.00 ^a	0.08±0.00 ^a
二十四酸(C24:0)	0.15±0.00 ^a	0.14±0.00 ^a	0.15±0.00 ^a	0.15±0.00 ^a	0.14±0.00 ^a	0.15±0.00 ^a
饱和脂肪酸(SFA)	16.04±0.00 ^a	15.98±0.10 ^a	16.00±0.12 ^a	15.96±0.09 ^a	16.24±0.58 ^a	15.95±0.11 ^a
单不饱和脂肪酸(MUFA)	74.35±0.00 ^a	74.45±0.16 ^a	74.50±0.02 ^a	74.44±0.15 ^a	74.52±0.17 ^a	74.44±0.16 ^a
多不饱和脂肪酸(PUFA)	9.62±0.00 ^a	9.57±0.06 ^a	9.50±0.00 ^a	9.66±0.14 ^a	9.58±0.06 ^a	9.61±0.05 ^a
不饱和脂肪酸(UFA)	83.96±0.00 ^a	84.02±0.10 ^a	84.00±0.01 ^a	84.10±0.00 ^a	84.10±0.11 ^a	84.05±0.11 ^a

量的影响还需进一步研究。

3 结论

经超声温度、超声时间、料液比及粉碎粒度四个因素的响应面优化试验,确定油莎豆油的最优提取条件为:料液比 1:15(g/mL)、超声时间 20 min、超声温度 47 ℃、粉碎粒度 70 目,在此条件下,油莎豆油的得率为 25.01%±0.03%,RSD=2.00%,油样为黄橙色微浊状态,具有豆类特有的香气。油莎豆油浓度在 0~20 mg/mL 时对 DPPH 自由基有一定的清除作用;在总酚含量测定中,超声在三组不同温度下均有显著性($P<0.05$)作用,未超声组的总酚含量随温度的上升而显著下降;在总黄酮含量测定中,超声与未超声组的总黄酮含量都随温度的上升而上升。研究证明超声作用使油莎豆中的营养物质能更好的溶出,但对油莎豆中黄酮类物质的破坏效应相对较大,而酚酸类物质在高温时含量显著($P<0.05$)下降。在 25~60 ℃ 超声作用和温度的变化对脂肪酸的种类和含量的影响不大,油酸(C18:1)含量最高,约为 73.81%~74.00%。

油莎豆作为一种新型油料作物,本研究为油莎豆油的开发利用及新标准的制定提供了客观依据,油莎豆油作为新型能源具有重要研究意义和应用价值。

© The Author(s) 2024. This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

参考文献

[1] 王志成,李双寿,梁雄,等.中国油莎豆产业发展现状与前景展望[J].*科技和产业*,2022,22(1):62-67. [WANG Zhicheng, LI Shuangshou, LIANG Xiong, et al. Development status and prospects of chinese tiger nut industry[J]. *Science and Technology and Industry*, 2022, 22(1): 62-67.]

[2] HU Bin, LI Yi, SONG Jiaying, et al. Oil extraction from tiger

nut (*Cyperus esculentus* L.) using the combination of microwave-ultrasonic assisted aqueous enzymatic method-design, optimization and quality evaluation[J]. *Journal of Chromatography A*, 2020, 1627: 461380.

[3] 段蕾.油莎豆油提取及其氧化稳定性研究[D].长春:长春大学,2020. [DUAN Lei. Extraction and oxidative stability of tiger nut oil[D]. Changchun: Changchun University, 2020.]

[4] 师茜,田丽萍,薛琳,等.油莎豆油与其他植物油主要脂肪酸的分析比较[J].*食品工业*,2016,37(1):52-54. [SHI Qian, TIAN Liping, XUE Lin, et al. Analysis and comparison of main fatty acids of tiger nut oil and other vegetable oils[J]. *Food Industry*, 2016, 37(1): 52-54.]

[5] YU Yali, LU Xiaoyu, ZHANG Tiehua, et al. Tiger nut (*Cyperus esculentus* L.): Nutrition, processing, function and applications [J]. *Foods*, 2022, 11(4): 601.

[6] SHANTRELL W, CYDNEY J, MARTHA V. Effects of processing on antioxidant capacity and metabolizing enzyme inhibition of tiger nut tubers[J]. *Food and Nutrition Sciences*, 2019, 10(9): 1132-1142.

[7] JING Siqun, OUYANG Weiqi, REN Zhiyan, et al. The *in vitro* and *in vivo* antioxidant properties of *Cyperus esculentus* oil from Xinjiang[J]. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 2013, 96(3): 1505-1509.

[8] 刘蕾,陈丽娜,陈星.超声波辅助提取油莎豆油脂工艺研究[J].*粮油加工*,2009,377(11):40-42. [LIU Lei, CHEN Lina, CHEN Xing. Ultrasonic assisted extraction technology of tiger nut oil[J]. *Grain and Oil Processing*, 2009, 377(11): 40-42.]

[9] SENRAYAN J, VENKATACHALAM S. Ultrasonic acoustic-cavitation as a novel and emerging energy efficient technique for oil extraction from kapok seeds[J]. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 2020, 62: 102347.

[10] TIAN Yuting, XU Zhenbo, ZHENG Baodong, et al. Optimization of ultrasonic-assisted extraction of pomegranate (*Punica granatum* L.) seed oil[J]. *Ultrasonics sonochemistry*, 2013, 20(1): 202-208.

[11] 国家质量监督检验检疫总局. GB/T 5525-2008 植物油脂透明度、气味、滋味鉴定法[S]. 北京:中国标准出版社,2008:1-3. [General administration of quality supervision, inspection and quarantine of the People's Republic of China. GB/T 5525-2008

method for determining the transparency, odor, and taste of vegetable oils[S]. Beijing: China Standards Publishing House, 2008: 1-3.]

[12] 安珈怡. 烘烤作用对红松籽油品质影响及其变化规律研究[D]. 哈尔滨: 东北林业大学, 2022. [AN Jiayi. Effects of roasting on the quality of Korean pine nut oil and its variation[D]. Harbin: Northeast Forestry University, 2022.]

[13] 谭晓舒, 吴建文, 梨贵卿, 等. 火麻仁油总酚含量福林酚测定法的优化[J]. 食品研究与开发, 2021, 42(2): 166-173. [TAN Xiaoshu, WU Jianwen, LI Guiqing, et al. Optimization of folinol determination method for total phenol content in hemp seed oil[J]. Food Research and Development, 2021, 42(2): 166-173.]

[14] 高妮娜, 刘鸿斌, 邹岩, 等. 提取方法对奇亚籽油品质特性的影响[J]. 食品工业科技, 2020, 41(6): 284-291. [GAO Nina, LIU Hongcheng, ZOU Yan, et al. Effects of extraction methods on the quality characteristics of chia seed oil[J]. Food Industry Science and Technology, 2020, 41(6): 284-291.]

[15] 吴修利, 徐雷, 谢英, 等. 超声波辅助提取油莎豆粕水溶性多糖及其抗氧化性[J]. 食品研究与开发, 2022, 43(16): 81-87. [WU Xiuli, XU Lei, XIE Ying, et al. Ultrasonic assisted extraction of water-soluble polysaccharides from tiger nut meal and its antioxidative activity[J]. Food Research and Development, 2022, 43(16): 81-87.]

[16] 张方洁, 高文婕, 查云盛, 等. 不同制油工艺对酸木瓜籽油成分及氧化稳定性的影响[J]. 食品安全质量检测学报, 2023, 14(4): 32-40. [ZHANG Fangjie, GAO Wenjie, ZHA Yunsheng, et al. Effects of different oil production processes on the composition and oxidation stability of sour papaya seed oil[J]. Journal of Food Safety and Quality Inspection, 2023, 14(4): 32-40.]

[17] 国家卫生和计划生育委员会, 国家食品药品监督管理总局. GB 5009.168-2016 食物中脂肪酸的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2016. [National Health and Family Planning Commission, National Medical Products Administration. GB 5009.168-2016 Determination of fatty acids in food[S]. Beijing: Standards Press of China, 2016.]

[18] AMIRI S, SHAKERI A, SOHRABI M R, et al. Optimization of ultrasonic assisted extraction of fatty acids from Aesculus hippocastanum fruit by response surface methodology[J]. Food Chemistry, 2019, 271: 762-766.

[19] DE MELLO B T F, DOS SANTOS GARCIA V A, DA SILVA C. Ultrasound-assisted extraction of oil from chia (*Salvia hispanica* L.) seeds: Optimization extraction and fatty acid profile[J]. Journal of Food Process Engineering, 2017, 40(1): 12298.

[20] 袁传勋, 赵圣圣, 金日生. 响应面法优化超声辅助混合溶剂提取油茶饼残油的研究[J]. 粮食与油脂, 2022, 35(12): 79-83. [YUAN Chuanxun, ZHAO Shengsheng, JIN Risheng. Optimizing ultrasonic-assisted mixed solvent extraction of camellia camellia cake residual oil by response surface method[J]. Food and Oils, 2022, 35(12): 79-83.]

[21] HEMWIMOL S, PAVASANT P, SHOTIPRUK A. Ultrasound-assisted extraction of anthraquinones from roots of *Morinda citrifolia*[J]. Ultrasonics Sonochemistry, 2006, 13(6): 543-548.

[22] 麻成金, 吴竹青, 黄伟, 等. 侧柏籽油的超声辅助提取及其脂肪酸组成分析[J]. 食品科学, 2010, 31(24): 50-55. [MA Chengjin, WU Zhuqing, HUANG Wei, et al. Ultrasonic-assisted extraction of orientalis seed oil and analysis of its fatty acid composition[J]. Food Science, 2010, 31(24): 50-55.]

[23] JOVEN J M O, GADIAN JR J T, PEREZ M A, et al. Optimized ultrasonic-assisted oil extraction and biodiesel production

from the seeds of *Maesopsis eminii*[J]. Industrial Crops and Products, 2020, 155: 112772.

[24] 胡炜东, 蔡永敏, 杨俊峰. 超声波辅助提取油莎豆油工艺的研究[J]. 食品与机械, 2013, 29(2): 109-112, 129. [HU Weidong, CAI Yongmin, YANG Junfeng. Research on ultrasonic assisted extraction of tiger nut oil[J]. Food and Machinery, 2013, 29(2): 109-112, 129.]

[25] 高芳芳, 田丽萍, 薛琳. 超声波辅助水酶法提取油莎豆油[J]. 农垦医学, 2013, 35(6): 493-497. [GAO Fangfang, TIAN Liping, XUE Lin. Ultrasonic assisted aqueous enzymatic extraction of oil from tiger nut[J]. Journal of Nongken Medicine, 2013, 35(6): 493-497.]

[26] KEMERLI-KALBARAN T OZDEMIR M. Multi-response optimization of oil extraction from pine nut (*Pinus pinea* L.) by response surface methodology: Extraction efficiency, physicochemical properties and antioxidant activity[J]. LWT, 2019, 103: 34-43.

[27] 张峰, 仇农学. 响应面法优化超声波辅助提取辣椒籽油及脂肪酸组成分析[J]. 中国油脂, 2008, 33(11): 38-43. [ZHANG Feng, QIU Nongxue. Optimization of ultrasonic-assisted extraction of capsicum seed oil and analysis of fatty acid composition by response surface method[J]. Food Science, 2008, 33(11): 38-43.]

[28] ZHANG Runyang, LIU Huamin, MA Yuxiang, et al. Characterization of fragrant oil extracted from pepper seed during subcritical propane extraction[J]. LWT, 2019, 110: 110-116.

[29] ZHANG Qingan, ZHANG Zhiqi, YUE Xuanfeng, et al. Response surface optimization of ultrasound-assisted oil extraction from autoclaved almond powder[J]. Food Chemistry, 2009, 116(2): 513-518.

[30] 许晖, 孙兰萍, 李善菊, 等. 超声波辅助提取亚麻籽油的工艺条件优化[J]. 中国粮油学报, 2009, 24(7): 54-58. [XU Hui, SUN Lanping, LI Shanju, et al. Optimizing the process conditions of ultrasonic assisted extraction of linseed oil[J]. Chinese Journal of Cereals and Oils, 2009, 24(7): 54-58.]

[31] 唐琳琳. 红树莓籽油提取及体外抗氧化、降血脂活性研究[D]. 哈尔滨: 东北林业大学, 2020. [TANG Linlin. Extraction of red raspberry seed oil and its *in vitro* antioxidant and hypolipidemic activities[D]. Harbin: Northeast Forestry University, 2020.]

[32] 刘花花, 康健, 欧荣, 等. 新疆石榴籽油的超声辅助提取工艺及 GC-MS 分析[J]. 中国油脂, 2015, 40(1): 6-9. [LIU Huahua, KANG Jian, OU Rong, et al. Ultrasonic-assisted extraction and GC-MS analysis of pomegranate seed oil in Xinjiang[J]. China Oils and Fats, 2015, 40(1): 6-9.]

[33] 蒋汇川, 姚静阳, 张思瑶, 等. 树莓籽油的超声辅助正己烷法提取工艺优化和理化性质研究[J]. 云南大学学报(自然科学版), 2021, 43(5): 1004-1011. [JIANG Huichuan, YAO Jingyang, ZHANG Siyao, et al. Ultrasonic-assisted n-hexane extraction process optimization and physicochemical properties of raspberry seed oil[J]. Journal of Yunnan University (Natural Science Edition), 2021, 43(5): 1004-1011.]

[34] 郑伊琦, 张安强, 张小军, 等. 响应面优化猪苓菌核多糖超声辅助提取工艺及抗氧化活性分析[J]. 食品工业科技, 2023, 44(16): 255-263. [ZHENG Yiqi, ZHANG Anqiang, ZHANG Xiaojun, et al. Optimizing ultrasonic-assisted extraction process and antioxidant activity analysis of sclerotinia polysaccharides from polyporus polysaccharides by response surface method[J]. Food Industry Science and Technology, 2023, 44(16): 255-263.]

[35] MIAO Jingnan, SHI Wang, ZHANG Junqing, et al. Response surface methodology for the fermentation of polysaccharides from *Auricularia auricula* using *Trichoderma viride* and their antiox-

idant activities[J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2020, 155: 393–402.

[36] WEN Yao, ZENG Xiang, TIAN Hongyu, et al. Optimization of extraction process of total flavonoids from *Cortex lycii* and its biological activities[J]. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 2023: 1–14.

[37] YANG Rifu, GENG Linlin, LU Haiqin, et al. Ultrasound-synergized electrostatic field extraction of total flavonoids from *Hemerocallis citrina baroni*[J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2017, 34: 571–579.

[38] 宋二立, 刘玉兰, 朱文学, 等. 原料品质和制油方法对油莎豆油综合品质的影响[J]. *粮食与油脂*, 2022, 35(3): 99–103, 126.

[SONG Erli, LIU Yulan, ZHU Wenxue, et al. Effects of raw material quality and oil making method on the comprehensive quality of tiger nut oil[J]. *Grain and Oil*, 2022, 35(3): 99–103, 126.]

[39] 田瑜. 油莎豆油生产工艺及产品质量研究[D]. 郑州: 河南工业大学, 2016. [TIAN Yu. Research on production process and product quality of tiger nut oil[D]. Zhengzhou: Henan University of Technology, 2016.]

[40] 靳俊莹. 水酶法提取油莎豆油及其副产物的开发利用[D]. 郑州: 河南工业大学, 2021. [JIN Junying. Development and utilization of aqueous tiger nut oil and its byproducts extracted by aqueous enzyme method[D]. Zhengzhou: Henan University of Technology, 2021.]