

超声波辅助提取野木瓜籽油工艺研究

姜 丹^{1,2}, 杨柳芳¹, 吴金春³, 马丽娜^{1,2}

(1. 遵义医学院 公共卫生学院, 贵州 遵义 563006; 2. 贵州省预防医学实验教学示范中心, 贵州 遵义 563006; 3. 遵义市产品质量检验检测院, 贵州 遵义 563099)

摘要:以野木瓜籽为原料, 采用超声波辅助提取野木瓜籽油, 通过单因素试验和正交试验研究野木瓜籽油最佳提取工艺条件。结果表明: 野木瓜籽油最佳提取工艺条件为以正己烷为提取剂、料液比 1:5、超声温度 30℃、超声时间 40 min、超声功率 210 W, 在该条件下野木瓜籽油产率为 28.27%; 所得野木瓜籽油色泽呈金黄色、澄清、透明度高、有野木瓜的芳香味, 产品品质较好, 相对密度(d_4^{20}) 0.8969 ± 0.01 , 折光指数(20℃) 1.4665 ± 0.01 , 皂化值(KOH) (182.0 ± 1.87) mg/g, 碘值(I) (90.0 ± 0.55) g/100 g, 酸值(KOH) (2.7 ± 0.02) mg/g, 过氧化值 (0.018 ± 0.03) g/100 g, 其酸值和过氧化值指标均符合国家食用植物油标准, 具有一定的推广应用前景。

关键词:野木瓜籽; 野木瓜籽油; 超声波; 提取工艺; 理化指标

中图分类号: TS224; TS225.1 文献标识码: A 文章编号: 1003-7969(2018)01-0016-04

Ultrasound – assisted extraction of wild papaya seed oil

JIANG Dan^{1,2}, YANG Liufang¹, WU Jinchun³, MA Lina^{1,2}

(1. School of Public Health, Zunyi Medical University, Zunyi 563006, Guizhou, China; 2. Experimental Teaching Center for Preventive Medicine of Guizhou Province, Zunyi 563006, Guizhou, China; 3. Inspection and Testing Institute for Product Quality of Zunyi, Zunyi 563099, Guizhou, China)

Abstract: Wild papaya seed was taken as raw material and the ultrasound – assisted extraction technology was used to extract wild papaya seed oil. The single factor experiment and orthogonal experiment were adopted to study the optimal extraction conditions. The results showed that the optimal extraction conditions of wild papaya seed oil were obtained as follows: with *n* – hexane as extraction solvent, ratio of solid to liquid 1:5, ultrasonic temperature 30℃, ultrasonic time 40 min and ultrasonic power 210 W. Under the optimal extraction conditions, the yield of wild papaya seed oil was 28.27%. The quality of wild papaya seed oil was good with golden color, clarification, high transparency and fragrant smell of wild papaya. The relative density (d_4^{20}), refractive index(20℃), saponification value, iodine value, acid value and peroxide value were 0.8969 ± 0.01 , 1.4665 ± 0.01 , (182.0 ± 1.87) mgKOH/g, (90.0 ± 0.55) g/100 g, (2.7 ± 0.02) mgKOH/g and (0.018 ± 0.03) g/100 g, respectively. The acid value and peroxide value of wild papaya seed oil accorded with the national standard of edible vegetable oil. So papaya seed oil had certain developing future.

Key words: wild papaya seed; wild papaya seed oil; ultrasound; extraction process; physicochemical index

野木瓜是木瓜属 (*Chaenomeles Lindl*) 蔷薇科

(*Rosaceae*) 多年生灌木丛植物的果实, 独产于贵州省正安县, 属于地方独有资源^[1-2], 其果实皮薄、肉厚、气香、味偏酸涩、品质优良、色泽鲜艳, 营养极为丰富, 具有延缓衰老、抗癌等作用, 属于药食同源的植物, 还有一定的观赏性, 极具开发价值^[3-4]。野木瓜加工的副产物野木瓜籽油脂含量较高, 油中脂肪酸主要是不饱和脂肪酸。富含不饱和脂肪酸的植物

收稿日期: 2017-08-31; 修回日期: 2017-10-25

基金项目: 遵义医学院硕士启动基金项目(F-715); 公共卫生与预防医学省级重点学科项目(黔学位合字 ZDXK[2015]21号); 遵义市联合基金项目(遵市科合社字(2017)09号)

作者简介: 姜 丹(1984), 女, 讲师, 硕士, 研究方向为功能性食品(E-mail) jiangdan996@163.com。

油不仅对“富贵病”、心脑血管等疾病有很好的预防和治疗作用^[5-11],有的还对皮肤烧伤感染有一定的治疗作用^[12]。

目前主要针对野木瓜果实的成分组成和药用价值方面有进行研究^[13-15],对野木瓜籽的研究较少。由于在野木瓜的深加工过程中野木瓜籽多被视为副产品,少数作为饲料、大多数被直接抛弃,既不环保,也忽视了野木瓜籽的应用价值。近年来仅贵州省正安县野木瓜基地年产鲜果近10万t,主要用于生产蜜饯和饮料,大约每年可产生废弃野木瓜籽5000t,若野木瓜籽出油率按20%计,可提取约1000t野木瓜籽油,可以利用野木瓜籽研发功能性油脂。

本文以野木瓜籽为研究对象,确定野木瓜籽油最优超声波辅助提取工艺条件,并对野木瓜籽油的基础理化指标进行测定,为野木瓜籽油进一步研究提供理论基础。

1 材料与方法

1.1 试验材料

野木瓜籽:购于贵州省正安县。石油醚(60~90℃)、正己烷、无水甲醇、异丙醇、环己烷、重铬酸钾、浓硫酸、碘化钾、硫代硫酸钠、碳酸钠、可溶性淀粉、无水乙醇、冰乙酸等,均为分析纯。

XL F-30 C超微粉碎机,FA-2004 N分析天平,SB-800 DT超声波清洗机,RE 52 CS旋转蒸发器,101-3鼓风干燥箱,HH-4数显恒温水浴锅。

1.2 试验方法

1.2.1 野木瓜籽油提取

将保存品质良好的野木瓜籽粉碎过40目筛,准确称取10g,装入碘量瓶,加入一定比例的有机溶剂混匀,置于超声设备中提取,完成后冷却到室温,将提取液进行过滤,再使用旋转蒸发仪进行浓缩,将浓缩后的提取物置于鼓风干燥箱中进行恒重,记录数据后,计算产率。

野木瓜籽油产率 = 野木瓜籽油的质量 / 野木瓜籽粉的质量 × 100%。

1.2.2 野木瓜籽油理化指标的测定

透明度、气滋味:参考 GB/T 5525—2008;碘值:参考 GB/T 5532—2008;酸值:参考 GB 5009.229—2016;过氧化值:参考 GB 5009.227—2016;皂化值:参考 GB/T 5534—2008;相对密度:参考 GB/T 5526—1985;折光指数:参考 GB/T 5527—2010。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 提取剂对野木瓜籽油产率的影响

称取恒重的10g野木瓜籽粉5份,以料液比1:4添加5种提取剂,超声波参数设置:功率120W,温度50℃,时间30min,开始进行工作,结果如图1所示。

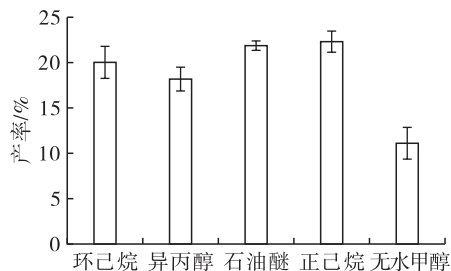


图1 提取剂对野木瓜籽油产率的影响

从图1可以看出,5种提取剂的野木瓜籽油产率差异明显,其中石油醚和正己烷的野木瓜籽油产率较大且接近,所得油脂颜色金黄、透明度高,环己烷、异丙醇和无水甲醇提取产率依次减少,且异丙醇和无水甲醇提取的油脂颜色呈暗黄色、略有浑浊,后期脱色较难,会造成成本增加,故优先选择前两种溶剂,但考虑到石油醚易燃、易爆的安全性问题,工业生产中并没有应用。结合生产实际,选择正己烷作为提取剂。

2.1.2 料液比对野木瓜籽油产率的影响

称取恒重的10g野木瓜籽粉5份,以料液比1:2、1:3、1:4、1:5、1:6分别添加正己烷,超声波参数设置:功率120W,温度50℃,时间30min,开始进行工作,结果如图2所示。

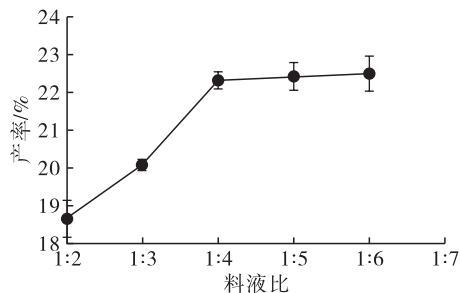


图2 料液比对野木瓜籽油产率的影响

从图2可以看出,在料液比1:2~1:4时,溶剂量越大,野木瓜籽粉与溶剂接触越充分,油脂渗透速率变快,野木瓜籽油产率越大;当料液比大于1:4时产率变化不大,因为这时野木瓜籽油已基本被全部提取出。为了节约能源和减少溶剂的残留量,选择料液比为1:4。

2.1.3 超声时间对野木瓜籽油产率的影响

称取恒重的10g野木瓜籽粉5份,以料液比1:4添加正己烷,超声波参数设置:功率120W,温度50℃,时间分别为10、20、30、40、50min,开始进行工作,结果如图3所示。

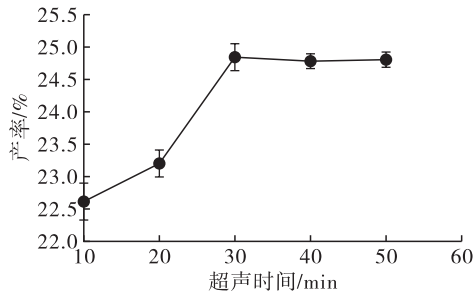


图3 超声时间对野木瓜籽油产率的影响

从图3可以看出,在10~30 min 超声时间内,产率随着超声时间的延长而增大;30 min 之后随着超声时间延长产率基本不变,体系达到平衡状态。因此,超声时间为30 min 较适宜。

2.1.4 超声功率对野木瓜籽油产率的影响

称取恒重的10 g 野木瓜籽粉5份,以料液比1:4 添加正己烷,超声波参数设置:温度50℃,时间30 min,功率分别为120、150、180、210、240 W,开始进行工作,结果如图4所示。

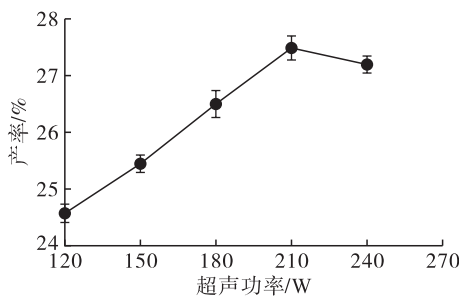


图4 超声功率对野木瓜籽油产率的影响

从图4可以看出,当超声功率为120~210 W 时,产率与超声功率呈正比;当超声功率大于210 W 时,产率缓慢降低,在高超声功率下,会破坏物质成分,使得产率下降。从节约能源、降低成本及增加经济效益出发,超声功率为210 W 较适宜。

2.1.5 超声温度对野木瓜籽油产率的影响

称取恒重的10 g 野木瓜籽粉5份,以料液比1:4 添加正己烷,超声波参数设置:功率210 W,时间30 min,温度分别为20、30、40、50、60℃,开始进行工作,结果如图5所示。

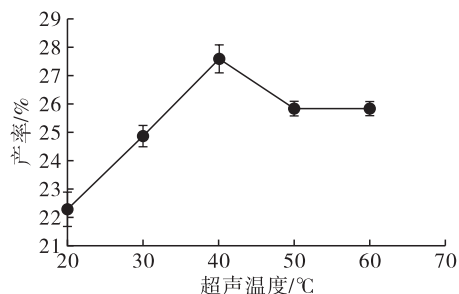


图5 超声温度对野木瓜籽油产率的影响

从图5可以看出,野木瓜籽油产率随超声温度

的升高迅速增到最大值后缓慢减少直至平缓,当超声温度超过40℃,临近正己烷的沸点,进而加速溶剂的挥发,使野木瓜籽粉与溶剂接触面积变小,造成产率减少直至保持平稳。因此,选择超声温度为40℃。

2.2 正交试验

依据单因素试验结果,以料液比(A)、超声温度(B)、超声时间(C)、超声功率(D)为试验因素,以野木瓜籽油产率为指标,设计 $L_9(3^4)$ 正交试验。正交试验因素水平见表1,正交试验设计及结果见表2,方差分析见表3。

表1 正交试验因素水平

水平	A	B/℃	C/min	D/W
1	1:3	40	30	240
2	1:4	50	40	210
3	1:5	30	50	180

表2 正交试验设计及结果

试验号	A	B	C	D	产率/%
1	1	1	1	1	22.68
2	1	2	2	2	24.95
3	1	3	3	3	24.23
4	2	1	2	3	24.16
5	2	2	3	1	21.54
6	2	3	1	2	27.75
7	3	1	3	2	24.62
8	3	2	1	3	21.22
9	3	3	2	1	28.03
k_1	23.953	23.820	23.883	24.083	
k_2	24.483	22.570	25.713	25.773	
k_3	24.623	26.670	23.463	23.203	
R	0.670	4.100	2.250	2.570	

表3 方差分析

因素	偏差平方和	自由度	F	显著性
A	0.749	2	0.065	不显著
B	26.495	2	2.301	显著
C	8.588	2	0.746	不显著
D	10.235	2	0.889	不显著
误差	46.070	8		

由表2可知,影响野木瓜籽油产率的因素主次顺序为超声温度>超声功率>超声时间>料液比。提取野木瓜籽油的最佳工艺条件为 $A_3B_3C_2D_2$,即料液比1:5、超声温度30℃、超声时间40 min、超声功率210 W。由表3可知,与料液比、超声时间和超声

功率比较,超声温度对结果影响最大且有显著性差异,与表2结果相一致。

按照上述获得的提取野木瓜籽油的最佳工艺条件进行验证试验,得到野木瓜籽油产率平均值为28.27%,油脂色泽呈金黄色、澄清、透明度高、有野木瓜的芳香味,产品品质较好。同时利用正己烷对野木瓜籽进行常规提取,野木瓜籽油产率为23.64%,所得油脂颜色为淡黄色、略有浑浊,野木瓜的芳香味较淡。

2.3 野木瓜籽油的理化指标

对最佳试验条件下得到的野木瓜籽油进行理化指标测定,结果见表4。

表4 野木瓜籽油的理化指标

项目	测定值
相对密度(d_4^{20})	0.896 9 ± 0.01
折光指数(20℃)	1.466 5 ± 0.01
皂化值(KOH)/(mg/g)	182.0 ± 1.87
碘值(I)/(g/100 g)	90.0 ± 0.55
酸值(KOH)/(mg/g)	2.7 ± 0.02
过氧化值/(g/100 g)	0.018 ± 0.03

由表4可知,野木瓜籽油碘值(I)小于100 g/100 g,属于不干性油,可以作为基础油脂开发化妆品。野木瓜籽油皂化值偏低,可预测野木瓜籽油中脂肪酸相对分子质量较大,并以长碳链为主。野木瓜籽油的酸值和过氧化值均达到国家食用植物油标准。

3 结论

(1)通过正交试验得知,对超声波辅助提取野木瓜籽油产率影响最大的因素为超声温度,其次是超声功率、超声时间,料液比影响最小。超声波辅助提取野木瓜籽油最佳工艺条件为以正己烷为提取剂、料液比1:5、超声温度30℃、超声时间40 min、超声功率210 W,此条件下野木瓜籽油产率为28.27%。

(2)对比常规溶剂提取法,超声波辅助提取野木瓜籽油产率较高,油脂色泽呈金黄、澄清、透明度高、有野木瓜的芳香味,产品品质较好,相对密度(d_4^{20})0.896 9 ± 0.01,折光指数(20℃)1.466 5 ± 0.01,皂化值(KOH)(182.0 ± 1.87) mg/g,碘值(I)(90.0 ± 0.55) g/100 g,酸值(KOH)(2.7 ± 0.02) mg/g,过氧化值(0.018 ± 0.03) g/100 g,属于不干性油,其酸值和过氧化值指标均符合国家食用植物油标准,所以野木瓜籽是一种值得开发的油料资源。

参考文献:

- [1] 吴国卿,王文平,陈燕. 野木瓜的资源状况与食用加工研究综述[J]. 贵州农业科学, 2010,38(2):163-165.
- [2] 孙帅,谢培山. 野木瓜的研究进展[J]. 中药新药与临床药理, 2011,22(6):696-700.
- [3] 李莉,陈正伟,宋聚学. 野木瓜籽油化学成分分析及急性毒性评估[J]. 贵州农业科学,2013,41(5):58-60.
- [4] 杨之敏,于丽,赵彬琳,等. 正安野木瓜多糖的提取及部分特征鉴定[J]. 遵义医学院学报, 2010,33(4):322-326.
- [5] 姚宇博,胡小松,孙志健,等. 哈密瓜籽油的超临界CO₂萃取及抗氧化性研究[J]. 中国油脂,2012,37(9):15-18.
- [6] PORTO C D, NATOLINO A, DECORTI D. Effect of ultrasound pre-treatment of hemp (*Cannabis sativa* L.) seed on supercritical CO₂ extraction of oil[J]. J Food Sci Technol, 2015, 52(3):1748-1753.
- [7] 刘嘉坤,张富强,陈广利,等. 响应面分析法优化亚麻籽油超临界CO₂萃取工艺[J]. 中国油脂,2017,42(2):7-10.
- [8] STANISAVLJEVIĆ I T, LAZIĆ M L, VELJKOVIĆ V B. Ultrasonic extraction of oil from tobacco (*Nicotina tabacco* L.) seeds [J]. Ultrason Sonochem, 2007, 14(5):646-652.
- [9] 罗国平,梁宇柱,闫梦茹,等. 超声波辅助提取牡丹籽油的工艺优化研究[J]. 中国油脂,2017,42(5):1-4.
- [10] LIU S, JIANG L Z, YANG L. Research of aqueous enzymatic extraction of watermelon seed oil of ultrasonic pre-treatment assisted [J]. Procedia Eng, 2011, 15(1):4949-4955.
- [11] FUAD F M, KARIM K A, DON M M. Ultrasound-assisted extraction of oil from *Calophyllum inophyllum* seeds: statistical optimisation using Box-Behnken design [J]. J Phys Sci, 2016,27(2):103-121.
- [12] 金李芬,邱顺华,钱民章. 正安野木瓜丙酮粗提物水溶液治疗烧伤感染创面实验研究[J]. 辽宁中医药大学学报,2013,15(5):36-38.
- [13] 陈瑛,李锦,吴英良. 野木瓜化学成分及其药理和临床研究进展[J]. 沈阳药科大学学报,2008,25(11):925-928.
- [14] 夏季,郑炯,陈光静,等. 响应面法优化超声辅助提取野木瓜多酚工艺[J]. 食品工业科技,2014,35(21):253-258.
- [15] 邱顺华,金李芬,钱民章. 正安野木瓜果实乙醇粗提物的抗菌性能及其稳定性研究[J]. 时珍国医国药, 2013,24(3):588-590.