

马蔺籽油的索氏提取工艺、成分分析及抗氧化活性研究

栾真杰^{1,2}, 李佩佩^{1,2}, 李朵^{1,2}, 皮立¹, 孟晓萍¹, 孙菁¹

(1. 中国科学院西北高原生物研究所 青海省青藏高原特色生物资源研究重点实验室, 西宁 810008; 2. 中国科学院大学, 北京 100049)

摘要:以石油醚为提取溶剂,选取提取时间、提取温度、料液比作为考察因素,在单因素实验的基础上,以马蔺籽油得率为响应值,进行响应面优化实验以确定马蔺籽油最佳提取工艺条件。对马蔺籽油的理化性质、脂肪酸组成及不皂化物成分进行分析,同时研究了马蔺籽油的抗氧化活性。结果表明,马蔺籽油索氏提取最佳工艺条件为提取时间6 h、提取温度70℃、料液比1:26。在最佳条件下,马蔺籽油得率达到11.20%。马蔺籽油在265 nm处的吸光度为4.667,呈现黄色透明状。马蔺籽油不皂化物含量1.37%,皂化值(KOH)185.2 mg/g,酸价(KOH)0.038 mg/g,碘值(I)113.7 g/100 g,过氧化值5.159 mmol/kg。GC-MS分析结果显示,马蔺籽油不饱和脂肪酸含量为84.71%,脂肪酸组成主要为亚油酸(45.32%)、油酸(38.42%)、棕榈酸(6.88%)及硬脂酸(2.38%)。不皂化物中甾醇类化合物总含量高达66.19%,其中 β -谷甾醇725.87 mg/kg、菜油甾醇410.50 mg/kg、豆甾醇1 231.55 mg/kg,另外还含有高浓度的抗氧化剂豆甾-5,24(28)-二烯-3 β -醇。马蔺籽油具有良好的抗氧化活性,DPPH自由基清除率 IC_{50} 值为19.86 mg/mL,FRAP法测定其在质量浓度为280 mg/mL时总抗氧化能力为0.202 4 mmol/L。

关键词:马蔺籽油;提取工艺;响应面法;GC-MS;脂肪酸组成;不皂化物;抗氧化活性

中图分类号:TS225.1; TQ646.4 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2020)09-0001-07

Soxhlet extraction process, composition analysis and antioxidant activity of *Iris lactea* seed oil

LUAN Zhenjie^{1,2}, LI Peipei^{1,2}, LI Duo^{1,2}, PI Li¹, MENG Xiaoping¹, SUN Jing¹

(1. Qinghai Key Laboratory of Qinghai-Tibet Plateau Biological Resources, Northwest Plateau Institute of Biology, Chinese Academy of Sciences, Xining 810008, China; 2. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

Abstract: The petroleum ether was used as the extraction solvent, extraction time, extraction temperature and ratio of material to liquid were selected as influencing factors, and the extraction conditions of *Iris lactea* seed oil (ILSO) were optimized by response surface methodology on the basis of single factor experiment with yield of ILSO as response value. The physicochemical properties, fatty acid composition

and unsaponifiable matter components of ILSO were analyzed, and the antioxidant activities of ILSO were also studied. The results showed that the optimal extraction conditions of ILSO were obtained as follows: extraction time 6 h, extraction temperature 70℃, and ratio of material to liquid 1:26. Under these conditions, the yield of ILSO reached 11.20%. The ILSO was yellow and transparent. The absorbance of the ILSO at 265 nm was 4.667, the

收稿日期:2019-10-22;修回日期:2020-04-20

基金项目:国家自然科学基金青年基金(81403051);青海省高端创新人才千人计划项目(2017年度);青海省自然科学基金面上项目(2019-ZJ-904);青海省科研基础条件创新平台专项项目(2020-ZJ-T05)

作者简介:栾真杰(1994),女,在读硕士,研究方向为中药资源化学(E-mail)luanwj@nwipb.cas.cn。

通信作者:孙菁,研究员,硕士生导师(E-mail) sunj@nwipb.cas.cn。

unsaponifiable matter content was 1.37%, the saponification value was 185.2 mgKOH/g, the acid value was 0.038 mgKOH/g, the iodine value was 113.7 gI/100 g, and the peroxide value was 5.159 mmol/kg. The GC-MS results showed that the content of unsaturated fatty acids in ILSO was 84.71%, and the fatty acids were mainly composed of linoleic acid (45.32%), oleic acid (38.42%), palmitic acid (6.88%) and stearic acid (2.38%). The total content of sterols in unsaponifiable matters was as high as 66.19%, in which β -sitosterol content was 725.87 mg/kg, stigmasterol content was 1 231.55 mg/kg, and campesterol content was 410.50 mg/kg. The ILSO also contained a high concentration of antioxidant stigmasterol-5,24(28)-diene-3 β -ol. ILSO had good antioxidant activity with the IC_{50} of scavenging rate on DPPH free radical 19.86 mg/mL and the total antioxidant capacity determined by FRAP method 0.202 4 mmol/L (mass concentration of ILSO 280 mg/mL).

Key words: *Iris lactea* seed oil; extraction process; response surface methodology; GC-MS; fatty acid composition; unsaponifiable matter; antioxidant activity

马蔺 (*Iris lactea* Pall. var. *chinensis* (Fisch.) Koidz.) 又名马莲、马兰花, 为鸢尾科鸢尾属植物, 常作为观赏植物用于城市绿化^[1]。马蔺籽, 又名蠡实, 收录于《本草纲目》草部, 主治寒疝诸疾、喉痹等症。蒙藏医理论认为, 马蔺籽主治胃痉挛、烫伤、内外虫疾、阑尾炎、身目发黄等症^[2-3]。自马蔺籽种皮中提取的马蔺子素及其相关制剂马蔺子素胶囊已刊载于我国新药转正标准, 而对马蔺籽种仁部分的研究则相对较少。

通过对马蔺籽的显微特征研究发现, 马蔺籽种仁部分含有大量油细胞^[4], 其含油量在 3%~12%。药理实验证明马蔺籽油对小鼠无毒, 主要含有亚油酸及油酸^[5-6], 这些脂肪酸具有抗菌, 降低血清胆固醇, 预防和治疗高血压及动脉粥样硬化症、冠心病等作用^[7-9]。但是关于马蔺籽油的提取方法、化学成分组成及生物活性方面的研究较少。因此, 本研究以石油醚为提取溶剂, 在单因素实验的基础上采用响应面法优化马蔺籽油索氏法提取工艺, 用 GC-MS 分析马蔺籽油的脂肪酸组成及不皂化物组成, 并测定其体外抗氧化活性, 以期马蔺籽资源的进一步开发利用提供参考。

1 材料与方法

1.1 实验材料

1.1.1 原料与试剂

马蔺籽, 购自药材市场, 经中国科学院西北高原研究所卢学峰研究员鉴定为鸢尾科鸢尾属植物马蔺 (*Iris lactea* Pall. var. *chinensis* (Fisch.) Koidz.) 的干燥成熟果实, 所购种子颗粒饱满、无霉变, 存放于中国科学院西北高原生物研究所。石油醚 (沸程 60~90℃)、氢氧化钾、甲醇、正己烷、三氟化硼均为分析纯; 标准品菜油甾醇 (纯度 >98%)、 β -谷甾

醇 (纯度 >98%)、豆甾醇 (纯度 >95%), 北京世纪奥科生物技术有限公司; 1,1-二苯基-2-三硝基苯肼 (DPPH, 纯度 >98%), APEX-BIO 公司; 总抗氧化能力 (T-AOC) 测试盒 (A015-3 FRAP 法 100T), 南京建成生物工程研究所; 抗坏血酸, 成都普菲德生物技术有限公司。

1.1.2 仪器与设备

Thermo 1300/8000Evo 气相色谱-质谱联用仪, Epoch2 微孔板分光光度计 (美国伯腾仪器有限公司), HH-6 型数显恒温水浴锅, YB-700 多功能粉碎机, ZFJ-200 中草药粉碎机, N-1100 旋转蒸发器, 电热鼓风干燥箱, SHB-III 循环水真空泵。

1.2 实验方法

1.2.1 样品预处理

筛除马蔺籽中的碎壳、残叶等杂质, 然后将马蔺籽置于 50℃ 烘箱中烘干至恒重。用多功能粉碎机碎皮后过 20 目筛, 除去马蔺籽种皮, 得到马蔺籽种仁。将种仁用粉碎机粉碎后过 40 目筛, 装于自封袋中 4℃ 冷藏备用。

1.2.2 马蔺籽油的提取

精密称取 10.00 g 马蔺籽种仁粉, 以石油醚为溶剂, 用索氏提取器提取一定时间, 得到石油醚提取液, 40℃ 旋蒸除尽溶剂, 置于烘箱中干燥至恒重, 得马蔺籽油。按下式计算马蔺籽油得率^[10]。

马蔺籽油得率 = 马蔺籽油质量 / 原料质量 × 100%

1.2.3 马蔺籽油理化性质分析

分别参照 GB/T 22500—2008、GB/T 5532—2008、GB/T 5530—2005、GB/T 5534—2008、GB/T 5538—2005、GB/T 5535.2—2008 测定紫外吸光度、碘值、酸价、皂化值、过氧化值和不皂化物含量。

1.2.4 马蔺籽油脂肪酸组成分析

1.2.4.1 马蔺籽油的甲酯化

参照 GB 5009.168—2016 的方法,称取马蔺籽油 0.1 g 于 100 mL 平底烧瓶中,加入 8 mL 2% 氢氧化钾-甲醇溶液,在 80 °C 水浴上回流直至油滴消失,从回流冷凝器上端加入 7 mL 15% 三氟化硼-甲醇溶液,继续回流 2 min,冷却至室温,准确加入 10 mL 正庚烷振摇 2 min,再加入饱和氯化钠溶液振摇静置分层,吸取上层正庚烷提取液 5 mL 于试管中,加入 3~5 g 无水硫酸钠,振摇 1 min,静置 5 min,吸取上层溶液到进样瓶中待 GC-MS 分析。

1.2.4.2 GC-MS 分析

用 GC-MS 对马蔺籽油脂肪酸组成进行分析,通过检索 NIST14 标准谱库和人工解谱的方法,分析图谱中的主要成分,并采用面积归一法定量。

GC-MS 分析条件:安捷伦 DB-FFPA 毛细管色谱柱(100 m × 0.25 mm, 0.25 μm);进样口温度 280 °C;载气为氦气;进样量 1 μL;分流比 20:1;程序升温为 50 °C 保持 1 min,以 25 °C/min 升温至 175 °C,再以 4 °C/min 升温至 230 °C,保持 5 min;电离方式为电子轰击离子源(EI);柱头压力 230 kPa;传输线温度 280 °C。

1.2.5 马蔺籽油不皂化物的组成分析

分别称取 7.70 mg 菜油甾醇、11.12 mg 豆甾醇和 10.28 mg β-谷甾醇于 3 个 10 mL 容量瓶中,用正己烷溶解并定容,配成甾醇标准溶液。从上述 3 种标准溶液中分别准确移取 0.4 mL 于 2 mL 离心管中,混匀,获得 3 种甾醇混标溶液进行 GC-MS 分析。以甾醇质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标绘制标准曲线,得到菜油甾醇标准曲线回归方程 $y_1 = 1.91442E7x + 8.49544E7$ ($r = 0.99918$),豆甾醇标准曲线回归方程 $y_2 = 2.50625E7x - 1.45465E7$ ($r = 0.99978$),β-谷甾醇标准曲线回归方程 $y_3 = 1.47498E7x + 4.05537E7$ ($r = 0.99411$)。

将按照 GB/T 5535.2—2008 制得的马蔺籽油不皂化物溶于 5 mL 正己烷中进行 GC-MS 分析,各色谱峰相应的质谱图采用 NIST14 标准谱库进行检索,并逐个解析各峰相应的质谱图,确定化合物,采用面积归一化法计算各化合物的相对含量。根据 3 种甾醇标准品的回归方程计算马蔺籽油中菜油甾醇、豆甾醇、β-谷甾醇的含量。

GC-MS 分析条件:J&W DB-5MS UI 毛细管色谱柱(30 m × 0.25 mm, 0.25 μm);进样口温度 275 °C;进样量 1.0 μL;分流比 10:1;载气为高纯氦气,流速 1.0 mL/min;程序升温为初始温度 180 °C,

以 15 °C/min 的升温速率升至 280 °C,保持 25 min;EI 离子源,电子能量 70 eV;离子源温度 230 °C;四极杆温度 150 °C;传输线温度 280 °C;质量范围 35~650,全扫描方式;溶剂延迟时间 2 min。

1.2.6 马蔺籽油抗氧化能力测定

1.2.6.1 DPPH 自由基清除率的测定

参考 Ardestani 等^[11]的方法,分别取不同质量浓度(0.875、1.750、3.500、7.000、14.000、28.000、56.000 mg/mL)的马蔺籽油溶液 2 mL,各加入 0.2 mmol/mL 的 DPPH-乙醇溶液 2 mL,混合均匀,于常温下避光反应 30 min,517 nm 波长处测吸光度(A_s),以无水乙醇为空白对照(A_b),以 V_c 为阳性对照,按下式计算 DPPH 自由基清除率。

$$\text{DPPH 自由基清除率} = \left(1 - \frac{A_s}{A_b}\right) \times 100\%$$

1.2.6.2 总抗氧化能力的测定

采用 FRAP 法^[12]测定马蔺籽油的总抗氧化能力。按照总抗氧化能力测试盒说明制备工作液,37 °C 水浴 30 min,依次加入空白对照(水)和不同质量浓度(7、14、28、56、112、168、224、280 mg/mL)的马蔺籽油溶液,室温反应 6 min,测定反应液在 593 nm 处的吸光度,每个样品重复 3 次。以 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 为标准物质,分别配制浓度为 0.15、0.30、0.60、0.90、1.20、1.50 mmol/L 的 FeSO_4 溶液,按照上述方法反应后,测定在 593 nm 处的吸光度,以吸光度为横坐标,对应的标准品浓度为纵坐标,绘制标准曲线(回归方程为 $y = 3.1622x - 0.3655$, $r = 0.9970$)。将样品的吸光度代入标准曲线回归方程,计算得到 FeSO_4 的浓度表示样品的总抗氧化能力。

2 结果与讨论

2.1 单因素实验

2.1.1 提取时间对马蔺籽油得率的影响

在料液比 1:15、提取温度 80 °C 的条件下,考察提取时间对马蔺籽油得率的影响,结果如图 1 所示。

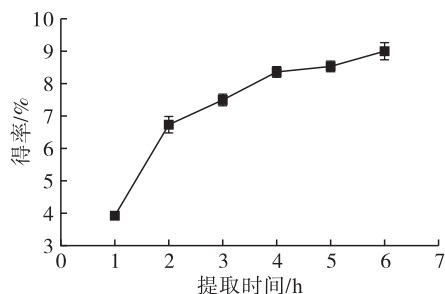


图 1 提取时间对马蔺籽油得率的影响

由图 1 可以看出,在 1~4 h 时,马蔺籽油得率随提取时间的延长不断提高,且增长速度很快,而在

4~6 h 时,马蔺籽油得率增长缓慢。可能在 4 h 时马蔺籽油提取已经基本完全,继续延长提取时间马蔺籽油得率趋于稳定。因此,选择提取时间 2~6 h 进行响应面实验。

2.1.2 提取温度对马蔺籽油得率的影响

在料液比 1:15、提取时间 4 h 的条件下,考察提取温度对马蔺籽油得率的影响,结果如图 2 所示。

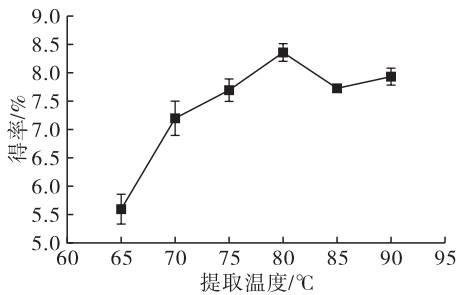


图 2 提取温度对马蔺籽油得率的影响

由图 2 可以看出,当提取温度在 65~80 °C 时,马蔺籽油得率随着提取温度的升高迅速增大,可能是温度的升高增加了溶剂分子和油脂分子的动能而有利于油脂分子的扩散。当提取温度在 80~90 °C 时,马蔺籽油得率有所下降,可能是因为当温度接近石油醚沸程顶端时,石油醚回流速度过快,其在提取管中时间过短,难以充分提取马蔺籽油,导致得率下降。因此,选择 70~90 °C 进行响应面实验。

2.1.3 料液比对马蔺籽油得率的影响

在提取温度 80 °C、提取时间 4 h 的条件下,考察料液比对马蔺籽油得率的影响,结果如图 3 所示。

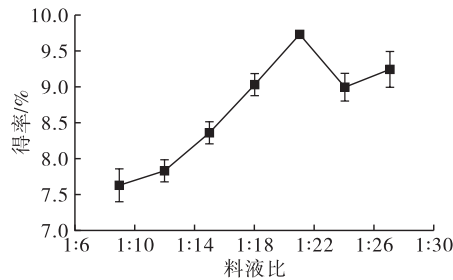


图 3 料液比对马蔺籽油得率的影响

由图 3 可以看出,在料液比为 1:(9~21) 时,马蔺籽油得率随料液比增加而逐渐增大,当料液比超过 1:21 时,马蔺籽油得率反而有所下降。其可能原因是当溶剂量已经满足虹吸并且能充分完成提取马蔺籽油的条件下,溶剂用量过多会造成整体溶剂中低沸点的溶剂含量较高,回流速度过快,得率略有下降。综合考虑,选择料液比 1:(15~27) 进行响应面实验。

2.2 响应面优化实验

在单因素实验的基础上,选择提取时间、提取温

度和料液比 3 个影响因素,以马蔺籽油得率(Y) 为响应值,采用 Box-Behnken 实验原理对马蔺籽油提取工艺进行优化。响应面实验因素水平见表 1,响应面实验设计及结果见表 2,回归模型方差分析见表 3。

表 1 响应面实验因素水平

水平	A 提取时间/h	B 提取温度/°C	C 料液比
-1	2	70	1:15
0	4	80	1:21
1	6	90	1:27

表 2 响应面实验设计及结果

实验号	A	B	C	Y/%
1	1	0	1	11.21
2	-1	0	-1	7.00
3	0	-1	-1	7.80
4	-1	-1	0	5.40
5	-1	0	1	8.60
6	0	0	0	7.87
7	1	0	-1	10.20
8	-1	1	0	8.20
9	0	0	0	7.95
10	1	1	0	10.40
11	0	0	0	8.30
12	0	-1	1	9.20
13	0	0	0	8.03
14	0	1	1	9.80
15	0	0	0	7.75
16	0	1	-1	8.00
17	1	-1	0	10.20

表 3 回归模型方差分析

方差来源	平方和	自由度	均方	F	P
模型	32.024	9	3.558	24.999	0.000 16
A	20.512	1	20.512	144.114	<0.000 10
B	1.805	1	1.805	12.682	0.009 21
C	4.220	1	4.220	29.646	0.000 96
AB	1.690	1	1.690	11.874	0.010 75
AC	0.087	1	0.087	0.611	0.459 88
BC	0.040	1	0.040	0.281	0.612 42
A ²	1.326	1	1.326	9.319	0.018 52
B ²	0.000 3	1	0.000 3	0.002	0.963 37
C ²	2.130	1	2.130	14.965	0.006 14
残差	0.996	7	0.142		
失拟项	0.826	3	0.275	6.444	0.051 85
纯误差	0.171	4	0.043		
总误差	33.020	16			

运用 Design-Expert 11 数据分析软件对表 2 中的实验结果进行回归拟合,得到拟合回归方程为

$Y = 7.98 + 1.6A + 0.46B + 0.73C - 0.65AB - 0.15AC + 0.1BC + 0.56A^2 + 0.0087B^2 + 0.71C^2$ 。由表3可知,该模型极显著($P = 0.00016 < 0.01$),且其失拟项不显著($P = 0.05185 > 0.05$),回归系数(R^2)为0.9698,表明模型相关度好,其校正决定系数(R_{Adj}^2)为0.9310,表明模型预测值与实测值能较好地吻合。 A 、 B 、 C 、 AB 、 A^2 、 C^2 对马蔺籽油得率有显著影响,3个因素对马蔺籽油得率的影响程度依次为提取时间 > 料液比 > 提取温度。

经响应面回归分析得到马蔺籽油最佳提取工艺条件为提取时间5.917 h、提取温度70.066℃、料液比1:26.213,在此条件下马蔺籽油得率的理论值达到11.23%。考虑到实际操作,将最佳工艺条件修正为提取时间6 h、提取温度70℃、料液比1:26。在最佳工艺条件下进行5次验证实验,马蔺籽油得率平均值为11.20%,与预测值相对误差为0.27%,说明响应面法得到的提取条件是可行的。

2.3 马蔺籽油的理化性质

用紫外全波长扫描的方法确定马蔺籽油的最大的

吸收波长为265 nm,在此波长下配制质量浓度为0.1241 g/100 mL的马蔺籽油溶液,测得紫外吸光度为4.667。马蔺籽油呈黄色透明状。经测定,马蔺籽油不皂化物含量1.37%,皂化值(KOH)185.2 mg/g,酸价(KOH)0.038 mg/g,碘值(I)113.7 g/100 g,过氧化值5.159 mmol/kg。油脂的碘值较高,表明其不饱和程度较高,容易氧化。

2.4 马蔺籽油的脂肪酸组成

马蔺籽油主要脂肪酸组成及相对含量见表4。由表4可知,马蔺籽油主要含有19种脂肪酸,其中饱和脂肪酸主要为棕榈酸(6.88%)及硬脂酸(2.38%),不饱和脂肪酸主要为亚油酸(45.32%)和油酸(38.42%),不饱和脂肪酸含量为84.71%。亚油酸是功能性多不饱和脂肪酸中被最早认识的一种,是必需脂肪酸,具有降低血清胆固醇水平作用,我国2015版药典将亚油酸乙酯丸剂、滴剂作为预防和治疗高血压及动脉粥样硬化症、冠心病的药物^[8]。此外,亚油酸还是 $\omega-6$ 长链多不饱和脂肪酸,尤其是 γ -亚麻酸和花生四烯酸的前体^[9]。

表4 马蔺籽油主要脂肪酸组成及相对含量

脂肪酸	相对含量	脂肪酸	相对含量	脂肪酸	相对含量
癸酸	0.01	硬脂酸	2.38	二十碳二烯酸	0.04
月桂酸	0.05	油酸	38.42	二十二烷酸	0.26
肉豆蔻酸	0.07	亚油酸	45.32	二十三烷酸	0.10
棕榈酸	6.88	花生酸	1.03	二十碳五烯酸	0.07
棕榈油酸	0.09	α -亚麻酸	0.26	二十四烷酸	0.19
十七烷酸	0.09	11-二十碳一烯酸	0.41		
十七碳一烯酸	0.10	二十一烷酸	0.04		

2.5 马蔺籽油不皂化物的组成

马蔺籽油不皂化物的组成及相对含量见表5。

由表5可见,对马蔺籽油不皂化物共鉴定出36种成分,其中甾醇类化合物9种,分别为 β -谷甾醇(19.51%)、豆甾醇(11.80%)、豆甾-5,24(28)-二烯-3 β -醇(11.64%)、菜油甾醇(9.04%)、 α 1-谷甾醇(4.98%)、9,19-环羊毛甾-24-烯-3 β -醇(3.71%)、24-亚甲基-9,19-环羊毛甾烯-3 β -醇(3.02%)、蒲公英甾醇(1.90%)、 γ -扶桑甾醇氧化物(0.59%),总含量高达66.19%。含量在5%以上的甾醇有 β -谷甾醇、豆甾醇、豆甾-5,24(28)-二烯-3 β -醇和菜油甾醇。 β -谷甾醇具有包括抗炎、抗癌和免疫调节特性在内的多种药理活性^[13],豆甾醇及菜油甾醇与低胆固醇油联用可以预防高脂饮食诱导的增重、肝损伤和高脂血症^[14]。为此,采用标准品对马蔺籽油中这3种甾醇含量进行

了测定,结果表明 β -谷甾醇含量为725.87 mg/kg,豆甾醇含量为1231.55 mg/kg,菜油甾醇含量为410.50 mg/kg。其中豆甾醇含量比其他13种常见的植物油(米糠油1060.44 mg/kg,大豆油248.42 mg/kg,玉米油238.71 mg/kg,芝麻油226.40 mg/kg,花生油181.58 mg/kg,棕榈仁油134.46 mg/kg,葵花籽油114.93 mg/kg,茶籽油78.70 mg/kg,椰子油78.37 mg/kg,小麦胚芽油75.62 mg/kg,棕榈油55.23 mg/kg,菜籽油30.21 mg/kg,橄榄油11.66 mg/kg)^[15]含量高。马蔺籽油不皂化物中的豆甾-5,24(28)-二烯-3 β -醇,因其侧链中亚乙基基团的结构,在煎炸油中起着抗氧化剂和抗聚合剂的作用,在煎炸过程中对其他抗氧化剂也具有协同作用。高含量的豆甾-5,24(28)-二烯-3 β -醇可以保证食品加工过程中更高的热稳定性^[16]。

表5 马蔺籽油不皂化物的组成及相对含量

序号	化合物	相对含量	序号	化合物	相对含量
1	4-甲基-辛烷	0.38	20	二十五烷	0.55
2	4-甲基-癸烷	0.75	21	二十六烷	0.34
3	十二烷	1.32	22	二十七烷	0.38
4	2,4-二甲基-癸烷	0.56	23	二十八烷	0.53
5	4,7-二甲基-十一烷	0.62	24	13-二十二烷酰胺	0.96
6	十五烷	1.31	25	角鲨烯	3.85
7	5-乙基-5-甲基-癸烷	1.57	26	2,6,10,15,19,23-六甲基-1,6,10,14,18,22-二十四碳六烯-3-醇	1.84
8	十六烷	1.86	27	菜油甾醇	9.04
9	6,9-二甲基-十四烷	1.73	28	豆甾醇	11.80
10	十七烷	3.73	29	2,4-二(1,1-二甲基乙基)-亚磷酸-苯酚	2.77
11	十八烷	0.93	30	β -谷甾醇	19.51
12	顺-9-十六烯醛	0.46	31	豆甾-5,24(28)-二烯-3 β -醇	11.64
13	二十二烷	1.29	32	9,19-环羊毛甾-24-烯-3 β -醇	3.71
14	植醇	0.98	33	24-亚甲基-9,19-环羊毛甾烯-3 β -醇	3.02
15	二十三烷	0.89	34	α 1-谷甾醇	4.98
16	油酸	2.12	35	蒲公英甾醇	1.90
17	亚油酸	1.06	36	γ -扶桑甾醇氧化物	0.59
18	3-甲基-二十三烷	0.56			
19	二十四烷	0.47			

2.6 马蔺籽油的抗氧化能力

2.6.1 马蔺籽油 DPPH 自由基清除能力(见图4)

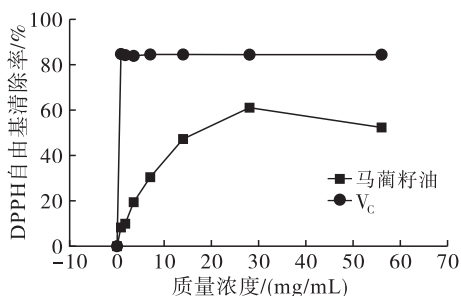


图4 马蔺籽油对 DPPH 自由基的清除能力

由图4可知,阳性对照V_c的DPPH自由基清除率最高可达84.94%,说明该方法可行有效。马蔺籽油的DPPH自由基清除率随其质量浓度的增加而增大,在一定质量浓度范围内呈现较好的量效关系。在马蔺籽油质量浓度为28.000 mg/mL时,DPPH自由基清除率达61.15%。经计算,马蔺籽油DPPH自由基清除率的IC₅₀(DPPH自由基清除率达50%时马蔺籽油的质量浓度)为19.860 mg/mL。

2.6.2 马蔺籽油的总抗氧化能力(见图5)

FRAP法反映了被测物对Fe³⁺的还原能力^[12]。由图5可知,不同质量浓度的马蔺籽油对Fe³⁺均具有一定的还原能力,且随着质量浓度的升高,还原能力呈现上升趋势。当马蔺籽油质量浓度为280 mg/mL时,总抗氧化能力达0.2024 mmol/L。

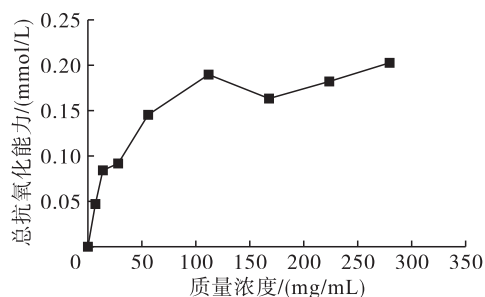


图5 不同质量浓度马蔺籽油的总抗氧化能力

3 结论

以石油醚为提取溶剂,通过单因素实验和响应面实验优化马蔺籽油的提取工艺条件,得到最佳工艺条件为提取时间6 h、提取温度70℃、料液比1:26,在此条件下马蔺籽油得率为11.20%。马蔺籽油在265 nm处的吸光度为4.667,呈现黄色透明状,皂化值(KOH)185.2 mg/g,酸价(KOH)0.038 mg/g,碘值(I)113.7 g/100 g,过氧化值5.159 mmol/kg。马蔺籽油不饱和脂肪酸含量为84.71%,主要为亚油酸(45.32%)及油酸(38.42%);不皂化物中甾醇类化合物总含量高达66.19%,主要为 β -谷甾醇(19.51%)、豆甾醇(11.80%)、豆甾-5,24(28)-二烯-3 β -醇(11.64%)和菜油甾醇(9.04%)。马蔺籽油DPPH自由基清除率的IC₅₀值为19.860 mg/mL,FRAP法测定其在质量浓度280 mg/mL时总抗氧化能力为0.2024 mmol/L。

参考文献:

- [1] 李彬彬. 马蔺草在城市绿化美化和生态建设上的应用[J]. 防护林科技, 2016(2):72-73.
- [2] 张传领. 《蒙药正典》中的药用植物多样性研究[J]. 河北中医, 2014(10):1551-1552.
- [3] 净晶. 藏药长花党参化学成分的研究及花椒麻味物质的制备[D]. 成都:西南交通大学, 2013.
- [4] 李颖, 杨光, 池秀莲, 等. 鸢尾科3种药用植物种子的形态学及显微结构[J]. 中国实验方剂学杂志, 2018(23):59-63.
- [5] GUVENC A, KURUCU S, KOYUNCU M, et al. Investigation on the seeds of *Iris spuria* L. subsp. *musulmanica* (Fomin) Takht. (Iridaceae)[J]. Turk J Pharm Sci, 2005, 2(3):124-136.
- [6] 臧静逸, 夏光成, 刘雪明. 马蔺子油的理化性质及其脂肪酸的鉴定[J]. 中草药, 1983(3):7-9.
- [7] GU C S, XU S, WANG Z Q, et al. De novo sequencing, assembly, and analysis of *Iris lactea* var. *chinensis* roots' transcriptome in response to salt stress[J]. Plant Physiol Biochem, 2018, 125:1-12.
- [8] 张春娥, 张惠, 刘楚怡, 等. 亚油酸的研究进展[J]. 粮油加工, 2010(5):18-21.
- [9] 柏云爱, 宋大海, 张富强, 等. 油茶籽油与橄榄油营养价值比较[J]. 中国油脂, 2008, 33(3):39-41.
- [10] 翟莹莹, 龚千锋, 于欢, 等. 响应面法优化酸枣仁油提取工艺研究[J]. 中国油脂, 2018, 43(9):21-23.
- [11] ARDESTANI A, YAZDANPARAST R. Antioxidant and free radical scavenging potential of *Achillea santolina* extracts[J]. Food Chem, 2007, 104(1):21-29.
- [12] 周振宇, 杨成, 蔡春辉. 油茶籽油不皂化物的提取与抗氧化性研究[J]. 日用化学工业, 2018(6):330-335.
- [13] KIM S J. The ameliorative effect of β -sitosterol on DNCB-induced atopic dermatitis in mice[J]. Biomed Sci Lett, 2017, 23(4):303-309.
- [14] ZHAO C H, ZHAO C, YE H Q, et al. Hypolipidemic activity of low-cholesterol ovum oil of *Rana chensinensis* and phytosterol (stigmasterol) in rats[J]. J Zhejiang Univ Sci B, 2019, 20(7):613-616.
- [15] 刘慧敏. 不同植物油微量成分与抗氧化能力的相关性研究[D]. 江苏 无锡:江南大学, 2015.
- [16] MATTAUS B, PIOFCZYK T, KATZ H, et al. Renewable resources from insects: exploitation, properties, and refining of fat obtained by cold-pressing from *Hermetia illucens* (black soldier fly) Larvae[J]. Eur J Lipid Sci Technol, 2019, 121(7):1-11.

· 广告 ·

《中国油脂》杂志社专业书籍目录

1007 崔洪斌主编《大豆生物活性物质的开发与应用》30.00	1033 卢行芳、卢荣编《天然磷脂产品的加工及利用》40.00
1012 何东平主编《浓香花生油制取技术》30.00	1035 油菜籽标准 12.00
1013 李里特等主编《功能性大豆食品》30.00	1036 刘珍主编《化验员读本:化学分析》(上册)第4版 30.00
1014 1998~2012年《中国油脂》合订本 200.00/年	1037 刘珍主编《化验员读本:仪器分析》(下册)第4版 40.00
1015 20世纪《中国油脂》CD光盘(1976~2002年)600.00	1038 王存文等编《生物柴油制备技术及实例》37.00
1017 李里特主编《大豆加工与利用》35.00	1039 黄凤洪主编《生物柴油制造技术》34.00
1021 陈洁主编《油脂化学》23.00	1040 倪培德等编《油料加工与操作技术问答》78.00
1022 刘玉兰主编《油脂工厂物料输送》45.00	1043 王兴国主编《食用油精准适度加工理论与实践》60.00
1024 8种食用油国标(大豆油、菜籽油、花生油、棉籽油等)65.00	1044 韩丽华主编《油脂工厂设计》35.00
1025 浸出油厂防火安全规范(全套)30.00	1045 王兴国主译《贝雷油脂化学与工艺学》第六版(6卷)720.00
1026 中国油脂工业发展史 45.00	1047 吴德荣主编《化工工艺设计手册》(上)210.00
1027 李桂华主编《油料油脂检验与分析》40.00	1048 吴德荣主编《化工工艺设计手册》(下)170.00
1028 何东平主编《油脂精炼与加工工艺学》(第2版)50.00	1049 王静等主编《粮油食品质量安全检测技术》45.00
1031 李全宏主编《植物油脂制品安全生产与品质控制》35.00	1050 何东平等主编《油脂工厂综合利用》52.00
1032 梁少华主编《植物油料资源综合利用》58.00	1051 刘大川等编《植物蛋白工艺学》60.00

邮购地址: 陕西省西安市劳动路118号

收款人: 《中国油脂》杂志社 潘亚萍

订购热线: 029-88631255

传 真: 029-88625310

邮 编: 710082