

油料资源

# 乳木果油的超声波辅助提取工艺优化 及脂肪酸组成分析

杨 耿<sup>1</sup>, 张 勋<sup>2</sup>, 陈亦豪<sup>2</sup>, 梁宇柱<sup>1</sup>, 刘 凯<sup>1</sup>, 张存劳<sup>2</sup>, 陈 程<sup>2</sup>

(1. 西安中粮工程研究设计院有限公司, 西安 710082; 2. 西安医学院 药学院, 西安 710021)

**摘要:**以乳木果核为原料对其所含油脂进行超声波辅助溶剂(正己烷)提取工艺优化及脂肪酸组成分析。在单因素试验的基础上,采用 Plackett - Burman (PB) 设计对影响乳木果油提取的 5 个因素(液料比、超声温度、超声时间、粒度、超声功率)进行筛选,根据 PB 试验优选结果,再以液料比和超声时间为考察因素,运用 Central Composite 响应面法对乳木果油的超声波辅助溶剂提取工艺进一步优化。结果表明:乳木果油的最佳提取工艺条件为液料比 25.7:1、超声温度 50℃、超声时间 52 min、粒度 20 目、超声功率 320 W,在此条件下乳木果油得率为 42.36%。经分析测定乳木果油由 8 种脂肪酸(棕榈酸、棕榈一烯酸、硬脂酸、油酸、亚油酸、亚麻酸、花生酸、花生一烯酸)组成,其中以硬脂酸和油酸为主。乳木果油皂化值(KOH)为 178 mg/g,不皂化物含量为 11%。

**关键词:**乳木果;乳木果油;提取工艺;脂肪酸组成

中图分类号:TS224;TQ646

文献标识码:A

文章编号:1003-7969(2018)11-0089-05

## Optimization of ultrasound - assisted extraction process of Shea butter and its fatty acid composition

YANG Geng<sup>1</sup>, ZHANG Xun<sup>2</sup>, CHEN Yihao<sup>2</sup>, LIANG Yuzhu<sup>1</sup>,  
LIU Kai<sup>1</sup>, ZHANG Cunlao<sup>2</sup>, CHEN Cheng<sup>2</sup>

(1. Xi'an COFCO Engineering Research and Design Institute Co., Ltd., Xi'an 710082, China;

2. Pharmaceutical Institute, Xi'an Medical University, Xi'an 710021, China)

**Abstract:** The ultrasound - assisted solvent (*n* - hexane) extraction of oil from Shea kernel was optimized and the fatty acid composition of Shea butter was analyzed. On the basis of single factor experiment, five factors (liquid to material ratio, ultrasonic temperature, ultrasonic time, particle size and ultrasonic power) influencing Shea butter extraction were studied by Plackett - Burman (PB) test. According to the results of PB test, with liquid to material ratio and ultrasonic time as the investigation factors, the ultrasound - assisted solvent extraction process of Shea butter was further optimized by central composite response surface methodology. The results showed that the optimal extraction conditions of the Shea butter were obtained as follows: liquid to material ratio 25.7:1, ultrasonic temperature 50℃, ultrasonic time 52 min, particle size 20 meshes and ultrasonic power 320 W. Under the optimal conditions, the yield of Shea butter was 42.36%. The Shea butter consisted of eight kinds of fatty acids (palmitoleic acid, palmitic acid, stearic acid, oleic acid, linoleic acid, linolenic acid, arachidic acid, eicosenoic acid), in which stearic acid and oleic acid were the main fatty acid. The saponification value and content of unsaponifiable matter were 178 mgKOH/g and 11%, respectively.

**Key words:** Shea nut; Shea butter; extraction process; fatty acid composition

收稿日期:2018-06-20;修回日期:2018-08-09

作者简介:杨 耿(1969),男,助理工程师,主要从事油脂工程设计和新产品研发工作(E-mail)852222782@qq.com。

乳木果油(Shea butter)也称牛油树脂,是从非洲西部和中部特有的乳油木(或称酪脂树、乳木果

树)果实——乳木果(Shea nut)中提取的一种热带木本油脂,属于典型的不干性油,主要成分为甘油三酯和不皂化物<sup>[1]</sup>。乳木果油中最有价值的就是不皂化物部分,植物油中一般含有不到1%的不皂化物,而乳木果油中不皂化物的含量高达7%~11%,主要为植物甾醇和生育酚。乳木果油中不皂化物含量高,具有高油性,且安全无毒<sup>[2]</sup>,鉴于其特有的食用、化妆保养及医疗等价值<sup>[3]</sup>,添加乳木果油的护肤品<sup>[4]</sup>及护发素<sup>[5]</sup>可显著提高皮肤的水分和增加头发的营养。乳木果油被称为“植物油中的翡翠”<sup>[6]</sup>,常用于护肤和防止皮肤干裂、脱水<sup>[7]</sup>。乳木果油在国内市场还处于待开发和培育阶段<sup>[8]</sup>,主要用于化妆品领域。2017年6月,乳木果油被国家卫生计生委批准为新食品原料。

常见的油脂提取方法有水代法、压榨法<sup>[9]</sup>、水酶法、超临界CO<sub>2</sub>萃取法<sup>[10]</sup>、微波提取法、反胶束萃取法等。超声波辅助提取法具有提取时间短、提取率效率高、操作简单易行等特点,应用前景十分广阔。因此,本试验选取超声波辅助溶剂进行乳木果油的提取,在单因素试验的基础上采用Plackett-Burman(PB)设计对影响乳木果油得率的因素进行显著性分析,进而通过Central Composite 响应面法优化工艺参数<sup>[11-12]</sup>,并对乳木果油进行脂肪酸组成分析及不皂化物测定<sup>[13-14]</sup>。对乳木果油的提取工艺的研究,有利于提高乳木果油得率、增加油脂产量;对乳木果油的成分分析,有助于其广泛应用于食品加工领域。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

乳木果核,辽宁大连铭富贸易有限公司提供。正己烷、无水硫酸钠、甲醇均为分析纯。

DZKW-D-2 电热恒温水浴锅, KH7200DB 型数控超声波清洗器, GZ9147 电热鼓风干燥箱, 破碎机, QUINTIX124-1CN 电子分析天平, GC-2010 气相色谱仪, 旋转蒸发器。

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 乳木果油提取

将乳木果核进行清选、干燥后,进行粉碎,过筛。称取一定量的乳木果粉于烧杯中,加入正己烷,在设定液料比、超声温度、超声时间和超声功率下处理,然后将处理好的样品抽滤得到滤液,经旋转蒸发器回收溶剂,得到乳木果油。按下式计算乳木果油得率。

$$\text{得率} = \frac{\text{提取的乳木果油质量}}{\text{原料质量}} \times 100\%$$

#### 1.2.2 脂肪酸组成分析

##### 1.2.2.1 甲酯化

称取约100 mg 乳木果油,加入10 mL 正己烷充分溶解,再加入10 mL 0.2 mol/L 的KOH-CH<sub>3</sub>OH 溶液,摇匀,于65℃水浴10 min。冷却至室温后,加入5 mL 16%的BF<sub>3</sub>-CH<sub>3</sub>OH 溶液,摇匀,65℃水浴5 min。冷却至室温后,加入10 mL 无水Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>,振荡1 min 后离心分层<sup>[15]</sup>。取上层(正己烷层),稀释后供GC 分析。

##### 1.2.2.2 GC 分析条件

Stabilwax 石英毛细管柱(30 m × 0.53 mm × 0.25 μm, 聚乙二醇);柱箱温度170℃;进样口温度220℃;程序升温,170℃保持2 min,以5℃/min 升温至200℃,保持2 min,再以2℃/min 升温至230℃,保持2 min;载气为高纯氦气;压力228.3 kPa;分流进样模式;载气流速3.0 mL/min;进样量1 μL。

##### 1.2.3 皂化值及不皂化物含量的测定

分别采用GB/T 5534—2008、GB/T 5535.1—2008 进行皂化值及不皂化物含量测定。

## 2 结果与分析

### 2.1 单因素试验

#### 2.1.1 液料比对乳木果油得率的影响

取乳木果粉五等份,正己烷为提取溶剂,粒度20目、超声功率200 W、超声温度40℃、超声时间30 min,考察液料比对乳木果油得率的影响,结果见图1。

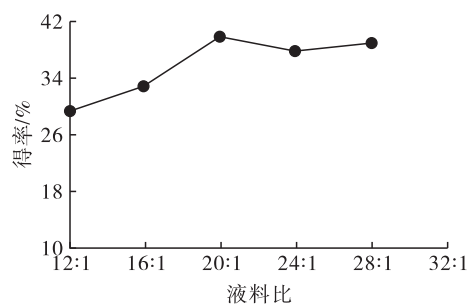


图1 液料比对乳木果油得率的影响

由图1可知,随着液料比的增大(溶剂用量增大),油脂得率呈先增大后减小的趋势,分析原因可能是随着液料比增大,溶剂用量增大,油脂溶解度增大,易被分离出来,当液料比继续增加超过20:1时,油脂基本被溶出。

#### 2.1.2 超声温度对乳木果油得率的影响

取乳木果粉五等份,正己烷为提取溶剂,粒度20目、液料比20:1、超声功率200 W、超声时间30 min,考察超声温度对乳木果油得率的影响,结果见图2。

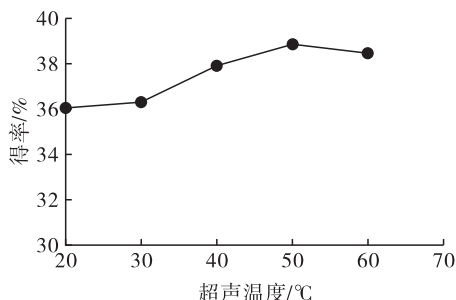


图2 超声温度对乳木果油得率的影响

由图2可知,随着超声温度升高,油脂得率呈先增加后减小的趋势,当超声温度为50℃时,油脂得率达到最大值。原因可能是随着超声温度升高,油脂黏度变小有利于油脂提取,当超声温度超过50℃时,溶剂挥发加剧,导致油脂得率减小。

### 2.1.3 超声时间对乳木果油得率的影响

取乳木果粉五等份,正己烷为提取溶剂,粒度20目、液料比20:1、超声功率200 W、超声温度50℃,考察超声时间对乳木果油得率的影响,结果见图3。

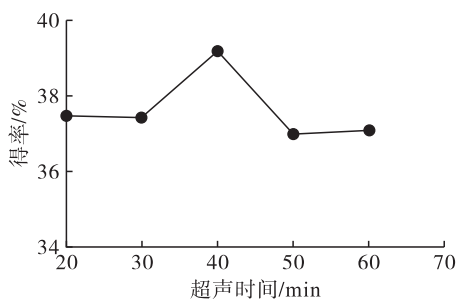


图3 超声时间对乳木果油得率的影响

由图3可知,随着超声时间延长,油脂得率呈先增大后减小的趋势,当超声时间为40 min时,油脂得率达到最大值。原因可能是随着超声时间延长,乳木果粉与溶剂相互作用时间延长,油脂提取率增大,当超声时间超过40 min时,溶剂挥发增加,导致油脂提取率减小。

### 2.1.4 粒度对乳木果油得率的影响

取乳木果粉五等份,正己烷为提取溶剂,液料比20:1、超声功率200 W、超声温度50℃、超声时间40 min,考察粒度(12、16、20、40、60目)对乳木果油得率的影响,结果见图4。

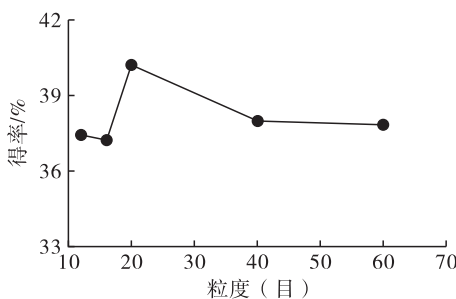


图4 粒度对乳木果油得率的影响

由图4可知,随着粒度的减小(目数增大),油脂得率逐渐增大,当粒度为20目时,油脂得率达到最大值,但随着粒度的继续减小,得率减小。分析原因可能是随着粒度变小,物料的比表面积增大,与溶剂接触增加,油脂得率增大,但粒度过小,提取出来的油脂黏附在乳木果粉表面,使浆汁黏度增大,不易过滤,导致得率减小。

### 2.1.5 超声功率对乳木果油得率的影响

取乳木果粉五等份,正己烷为提取溶剂,粒度20目、液料比20:1、超声温度50℃、超声时间50 min,考察超声功率对乳木果油得率的影响,结果见图5。

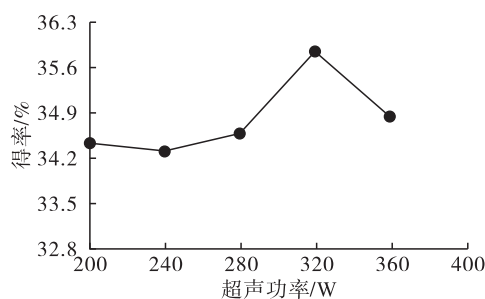


图5 超声功率对乳木果油得率的影响

由图5可知,随着超声功率增大,油脂得率呈先减小再增大后减小的趋势,当超声功率为320 W时,油脂得率达到最大值。原因可能是超声功率增大则强度增加,有利于油脂提取,但超声功率过高时,导致超声局部瞬时温度升高,部分乳木果油挥发或发生变化,造成油脂损耗增加。

## 2.2 Plackett - Burman 试验

在单因素试验结果的基础上,运用 Design Expert 8.0.6 软件设计12次的 Plackett - Burman 试验,对液料比( $X_1$ )、超声温度( $X_2$ )、超声时间( $X_3$ )、粒度( $X_4$ )、超声功率( $X_5$ )进行乳木果油得率( $Y$ )的显著性考察,每个因素设计高(1)、低(-1)两个水平。Plackett - Burman 试验因素水平见表1, Plackett - Burman 试验设计方案及结果见表2, Plackett - Burman 试验模型方差分析见表3。

由表3可以看出,模型 $P < 0.01$ 极显著,模型 $R^2 = 0.9365$ ,表明有93.65%试验数据的差异可用于该模型的解释。 $R^2_{Adj} = 0.8835$ ,与 $R^2$ 接近,能更好地看出模型的解释力。各因素对响应值的影响由 $P$ 值可以看出,液料比对油脂的提取影响极显著( $P < 0.01$ ),超声时间对油脂的提取影响显著( $P < 0.05$ ),故将此2个因素作为响应面法的考察因素。其他因素选取为:超声温度50℃,粒度20目,超声功率320 W。

表1 Plackett – Burman 试验因素水平

水平	$X_1$	$X_2/^\circ\text{C}$	$X_3/\text{min}$	$X_4(\text{目})$	$X_5/\text{W}$
-1	16:1	40	30	16	280
1	24:1	60	50	40	360

表2 Plackett – Burman 试验设计方案及结果

试验号	$X_1$	$X_2$	$X_3$	$X_4$	$X_5$	$Y/\%$
1	-1	-1	-1	-1	-1	30.31
2	1	1	-1	1	1	40.68
3	1	1	1	-1	-1	36.76
4	1	-1	-1	-1	1	41.14
5	1	1	-1	-1	-1	39.88
6	-1	1	-1	1	1	31.47
7	-1	1	1	1	-1	29.64
8	1	-1	1	1	-1	36.77
9	-1	-1	-1	1	-1	33.41
10	-1	-1	1	-1	1	31.24
11	-1	1	1	-1	1	32.10
12	1	-1	1	1	1	36.51

表3 Plackett – Burman 试验模型方差分析

项目	平方和	自由度	均方	$F$	$P$
模型	178.44	5	35.69	17.69	0.001 6**
$X_1$	158.20	1	158.20	78.41	0.000 1**
$X_2$	0.11	1	0.11	0.055	0.823 0
$X_3$	16.03	1	16.03	7.95	0.030 4*
$X_4$	0.73	1	0.73	0.36	0.570 7
$X_5$	3.38	1	3.38	1.68	0.243 0
残差	12.10	6	2.02		
总离差	190.55	11			

注: \*表示  $P < 0.05$ , 显著; \*\*表示  $P < 0.01$ , 极显著。下同。 $R^2 = 0.936 5, R^2_{\text{Adj}} = 0.883 5$ 。

2.3 Central Composite 响应面试验

综合单因素试验和 Plackett – Burman 试验结果,选取对乳木果油得率影响较大的两个因素:液料比( $X_1$ )、超声时间( $X_3$ )为响应面模型设计的考察变量,以乳木果油得率( $Y$ )为指标进行响应面分析。运用 Design – Expert 8.0.6 软件, Central Composite 试验因素水平见表4, Central Composite 试验方案设计及结果见表5, Central Composite 模型方差分析见表6。

表4 Central Composite 试验因素水平

水平	$X_1$ 液料比	$X_3$ 超声时间/min
-1.414	14.34:1	25.86
-1	16:1	30
0	20:1	40
1	24:1	50
1.414	25.66:1	54.14

表5 Central Composite 试验方案设计及结果

试验号	$X_1$	$X_3$	$Y/\%$
1	0	0	39.65
2	0	0	40.67
3	1.414	0	41.83
4	0	0	41.20
5	0	0	40.61
6	-1.414	0	38.49
7	-1	-1	38.02
8	0	-1.414	37.57
9	0	1.414	41.53
10	0	0	38.52
11	-1	1	39.24
12	1	1	41.72
13	1	-1	41.50

表6 Central Composite 模型方差分析

项目	平方和	自由度	均方	$F$	$P$
模型	21.15	5	4.23	4.24	0.042 9*
$X_1$	14.27	1	14.27	14.30	0.006 9**
$X_3$	6.20	1	6.20	6.21	0.041 5*
$X_1X_3$	0.25	1	0.25	0.25	0.632 0
$X_1^2$	0.046	1	0.046	0.046	0.836 2
$X_3^2$	0.35	1	0.35	0.35	0.573 2
残差	6.98	7	1.00		
失拟项	2.50	3	0.83	0.74	0.580 6
纯误差	4.49	4	1.12		
总和	28.13	12			

由表6可知,回归模型具有显著性( $P < 0.05$ ),对试验的拟合情况较好,说明该模型能较好反应考察因素与响应值之间的关系。失拟项不显著( $P > 0.05$ ),表明模型误差较小。从显著性检验可以看出, $X_1$ 、 $X_3$ 分别对响应值影响极显著、显著( $P < 0.01, P < 0.05$ )。通过 Design – Expert 8.0.6 软件对数据进一步分析得出最佳工艺条件为液料比 25.66:1、超声时间 51.77 min、超声温度 50 °C、粒度 20 目、超声功率 320 W,在此条件下乳木果油得率的最大理论预测值为 42.49%。

2.4 验证试验

为检验 Central Composite 响应面优化模型的可靠性,考虑到试验的可操作性,将工艺条件优化为液料比 25.7:1、超声时间 52 min、超声温度 50 °C、粒度 20 目、超声功率 320 W。在优化工艺条件下进行 3 次验证性试验,结果乳木果油得率平均值为 42.36% ( $RSD = 0.55\% < 2\%$ ),与理论预测值的相对误差为 0.31%,表明用 Central Composite 响应面法得到的提取条件可靠。

## 2.5 乳木果油的油品初步分析

### 2.5.1 乳木果油脂肪酸组成

按照 1.2.2 中的方法对乳木果油进行脂肪酸组成分析,结果见图 6、表 7。

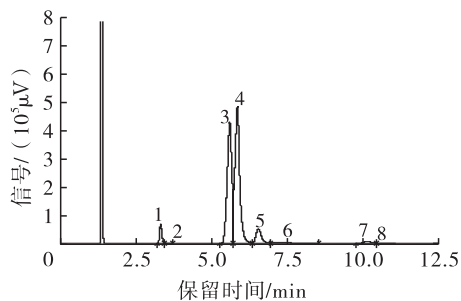


图 6 乳木果油气相色谱图

表 7 乳木果油脂肪酸组成及相对含量

峰号	脂肪酸	保留时间/min	相对含量/%
1	C16:0	3.316	3.16
2	C16:1	3.450	0.12
3	C18:0	5.606	40.35
4	C18:1	5.861	47.35
5	C18:2	6.551	5.83
6	C18:3	7.344	1.57
7	C20:0	10.140	1.31
8	C20:1	10.454	0.31

根据对图 6 的色谱各峰进行数据库检索及对表 7 的数据分析,可得乳木果油中共检出 8 种脂肪酸,对应到色谱图中为峰 1:棕榈酸(C16:0)、峰 2:棕榈一烯酸(C16:1)、峰 3:硬脂酸(C18:0)、峰 4:油酸(C18:1)、峰 5:亚油酸(C18:2)、峰 6:亚麻酸(C18:3)、峰 7:花生酸(C20:0)、峰 8:花生一烯酸(C20:1),且以硬脂酸和油酸为主。

### 2.5.2 乳木果油皂化值、不皂化物含量

对乳木果油中的皂化值及不皂化物含量进行测试,得到乳木果油的皂化值(KOH)为 178 mg/g,不皂化物含量为 11%。

## 3 结论

本试验以乳木果油得率为考察指标,采用超声波辅助溶剂(正己烷)提取乳木果油,在单因素试验基础上,通过 Plackett - Burman 试验对影响乳木果油得率的各因素进行显著性分析,再通过 Central Composite 响应面法优化提取工艺参数,并对油品进行了初步分析。结果表明,超声波辅助溶剂提取乳木果油的最佳工艺条件为:液料比 25.7:1,超声时

间 52 min,超声温度 50℃,粒度 20 目,超声功率 320 W。在最佳工艺条件下,乳木果油得率为 42.36%。通过对乳木果油初步分析,共检出 8 种脂肪酸,分别为棕榈酸、棕榈一烯酸、硬脂酸、油酸、亚油酸、亚麻酸、花生酸、花生一烯酸,乳木果油皂化值(KOH)为 178 mg/g,不皂化物含量为 11%。

### 参考文献:

- [1] 吴文澜,梁菊,董亚南,等. 乳木果油的油脂成分分析及其体外促渗作用[J]. 武汉大学学报(理学版),2012,58(4):313-316.
- [2] 吴海大. 化妆品及其原料的安全性[J]. 日用化学品科学,2002(2):18-19.
- [3] 黄贤校,邹彦平,高媛媛,等. 乳木果液油中生物活性物质提取工艺的研究[J]. 中国油脂,2015,40(4):69-73.
- [4] 陈培丰. 乳木果油在化妆品中的应用[J]. 福建轻纺,2003(12):1-4.
- [5] 陈培丰. 清洗型护发素研制探讨[J]. 福建轻纺,2007(4):1-4.
- [6] 凌夫. 乳木果油在化妆品中的应用[J]. 中国化妆品:专业版,2004(6):86-87.
- [7] 杜雨,李晓楠. 化妆品用天然植物油脂[J]. 日用化学品科学,2010,33(2):42-45.
- [8] 金俊,PEMBE Warda Mwinyi,郑立友,等. 5 种亟待开发的类可可脂木本油料脂肪[J]. 中国油脂,2017,42(4):1-7.
- [9] 李建林,魏冰,孟橘,等. 乳木果油制取工艺及设备探讨[J]. 粮食与食品工业,2015,22(6):22-26.
- [10] 贺绍琴,张君萍,阿布力米提·伊力,等. 苜蓿籽油的超临界 CO<sub>2</sub> 萃取工艺及其脂肪酸组成分析[J]. 中国油脂,2015,40(1):1-5.
- [11] 陈程,梁宇柱,张存劳,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.
- [12] 杜双奎,于修焯,王青林,等. 超声波辅助提取亚麻籽油的研究[J]. 中国粮油学报,2009,24(4):70-73.
- [13] 周琦,黄凤洪,杨湄,等. 番茄籽油的挥发性成分分析[J]. 中国油脂,2016,41(9):46-50.
- [14] 周梅梅,马锦琦,苗春雨,等. 牡丹籽油的理化指标和脂肪酸成分分析[J]. 中国油脂,2009,34(7):72-74.
- [15] 张亚萍,陈彦,王萌萌,等. 超声辅助提取西兰花种子油及其脂肪酸组成分析[J]. 中国油脂,2015,40(12):18-21.