

山桐子鲜果中油脂的提取工艺优化及品质分析

张晨¹, 孙晓娜²

(1. 邯郸学院 生命科学与工程学院, 河北 邯郸 056005; 2. 邯郸学院 信息工程学院, 河北 邯郸 056005)

摘要:为实现山桐子油的高效生产,采用高速万能研磨机将新鲜山桐子果实打浆后,利用75%乙醇直接提取山桐子油,以料液比、提取温度、提取时间、pH为考察因素,运用单因素试验和正交试验优化山桐子油的提取工艺,并对其品质进行分析。结果表明:山桐子油的最佳提取工艺条件为料液比10:3、提取温度90℃、提取时间2.0 h、pH 3.0,在此条件下的提油率可达88.3%;山桐子油中维生素E、总甾醇、总多酚和角鲨烯含量分别为367.2、3 100、148.7 mg/kg和258.7 mg/kg,且其气味、滋味、色泽、酸值、水分及挥发物含量等理化指标均符合LS/T 3258—2018《山桐子油》成品油要求。采用优化的工艺提取山桐子油高效可靠,且所得产品品质较好。

关键词:山桐子油;山桐子鲜果;工艺优化;品质分析

中图分类号:TS225.1;TS224 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2024)03-0016-05

Optimization of extraction process and quality analysis of oil from fresh fruit of *Idesia polycarpa*

ZHANG Chen¹, SUN Xiaona²

(1. School of Life Science and Engineering, Handan University, Handan 056005, Hebei, China;

2. Information Engineering Institute, Handan University, Handan 056005, Hebei, China)

Abstract: In order to achieve high efficiency production of *Idesia polycarpa* oil, the *Idesia polycarpa* oil was extracted directly by 75% ethanol after beating fresh fruit of *Idesia polycarpa* by high speed universal grinder. The extraction process of *Idesia polycarpa* oil was optimized by single factor experiment and orthogonal experiment with the ratio of solid to liquid, extraction temperature, extraction time and pH as factors, and its quality was analyzed. The results showed that the optimal extraction process conditions of *Idesia polycarpa* oil were obtained as follows: ratio of solid to liquid 10:3, extraction temperature 90℃, extraction time 2.0 h, and pH 3.0. Under these conditions, the oil extraction rate of *Idesia polycarpa* could reach 88.3%. The contents of vitamin E, total sterol, total polyphenol and squalene in *Idesia polycarpa* oil were 367.2, 3 100, 148.7 mg/kg and 258.7 mg/kg, respectively, and its odour, taste, colour, acid value, moisture and volatile matter content met the requirements of product oil in LS/T 3258-2018 *Idesia polycarpa* oil. The optimal process of extracting oil from *Idesia polycarpa* is efficient and reliable, and the product has good quality.

Key words: *Idesia polycarpa* oil; fresh fruit of *Idesia polycarpa*; process optimization; quality analysis

山桐子属落叶乔木,别名水冬桐、油葡萄等,生长于海拔300~3 000 m的低山区山坡、山洼等针阔

叶混交林和落叶阔叶林^[1-2],广泛分布于亚热带和暖温带地区^[2],主产于我国云贵川平原、陕西南部、甘肃南部、湖北、湖南、江西、浙江、福建和台湾地区^[3-4],在日本、朝鲜与俄罗斯远东地区也有一定分布^[5]。山桐子适应性极强,生长速度非常快,栽后3~5年就可试花试果,盛产期达30~40年,长的可达百年^[6]。

收稿日期:2022-08-19;修回日期:2023-09-28

基金项目:邯郸市科学技术研究与发展计划项目(22422083125ZC)

作者简介:张晨(1991),男,讲师,硕士,研究方向为食品加工工艺(E-mail)zhangchendream@163.com。

通信作者:孙晓娜,讲师(E-mail)sxnxingong@163.com。

山桐子是一种优质高产的木本食用油料树种,树产果量大,果实含油率高,被誉为“树上油库”,其果肉占果实总质量的62.3%,种子占37.6%,整果干果含油率高达35.0%~39.36%,平均含油率为36.71%^[7-9]。山桐子油不饱和脂肪酸含量较高,主要为亚油酸^[10-12]。亚油酸不仅具有降血脂、降血压、软化血管等保健作用,还具有抗氧化能力和增强免疫能力^[6]。山桐子油中富含天然活性营养成分,主要是甾醇和生育酚,是一种优质的木本食用油^[13]。山桐子油还可作为工业用油^[14],在生物环保^[15]、医药、保健品^[16]、化妆品^[17]等行业均有涉及,应用领域十分广泛,具有良好的市场前景。

近年来,国内外对山桐子油提取工艺研究越来越深入,山桐子油的主要提取方法包括低温压榨法^[18]、超临界CO₂萃取法^[10]、水酶法^[19-20]、浸润干燥辅助水代法^[21]等,但低温压榨法、浸润干燥辅助水代法出油率较低,超临界CO₂萃取法、水酶法成本过高,均限制其产业化发展。另外,现有的山桐子油提取工艺均以山桐子干果或干籽为原料,须将山桐子鲜果自然晾晒或烘干至一定的水分含量,大大增加了时间成本和原料处理场地成本,增加了企业的投入。

本研究以山桐子鲜果为原料,利用高速万能研磨机将鲜果处理成浆液后,加入提取液直接提取山桐子油,通过单因素试验和正交试验对提取工艺条件进行优化,对最优条件下制取的山桐子油品质进行分析,以探究山桐子鲜果直接提油的可行性,为山桐子油的高效生产加工提供一定的参考。

1 材料与方法

1.1 试验材料

新鲜山桐子果实:2021年10月29日采摘于河北省邯郸市曲周县某公司山桐子种植基地,密封保存,于冰箱4℃冷藏保鲜,备用。

维生素E标准品(HPLC,≥98%),上海阿拉丁生化科技股份有限公司;37种脂肪酸甲酯混标、没食子酸(HPLC,≥98%)、角鲨烯(GC,≥98%)、胆固醇、菜籽甾醇、菜油甾醇、豆甾醇、β-谷甾醇、豆甾醇、麦角甾醇、菜油甾醇(GC,≥95%),上海源叶生物科技有限公司;乙醇溶液(75%),食品级,深圳市新益嘉生物科技有限公司;其他试剂均为分析纯;蒸馏水。

E2695高效液相色谱仪,美国沃特世科技有限公司;85-2B数显恒温磁力搅拌器,苏州威尔实验用品有限公司;JTM-F65高速万能研磨机,深圳市

南山区迈丁哥机械厂;Practum 224-1CN分析天平;DD-5000立式低速大容量离心机,四川蜀科仪器有限公司;7890B气相色谱仪,美国安捷伦科技有限公司;DHG-9240A鼓风干燥箱,上海一恒科学仪器有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 山桐子鲜果主要成分含量测定

水分及挥发物的测定参照GB/T 14489.1—2008《油料水分及挥发物含量测定》;蛋白质的测定参照GB 5009.5—2016《食品安全国家标准食品中蛋白质的测定》第一法;淀粉的测定参照GB 5009.9—2016《食品安全国家标准食品中淀粉的测定》第二法;脂肪的测定参照GB 5009.6—2016《食品安全国家标准食品中脂肪的测定》第二法;果胶的测定参照NY/T 2016—2011《水果及其制品中果胶含量的测定分光光度法》。

1.2.2 山桐子油的提取

利用高速万能研磨机将山桐子鲜果研磨3次后得到新鲜的山桐子浆液,准确称取300.0g山桐子浆液,按一定料液比加入75%乙醇提取液,加入浓磷酸调节pH到一定值,在一定温度下搅拌提取一定时间后,在5000r/min下离心20min,收集上层清油,称质量,按式(1)计算山桐子鲜果的提油率。

$$y = \frac{m_1}{m_2 \times C} \times 100\% \quad (1)$$

式中:y为提油率; m_1 为清油质量,g; m_2 为山桐子鲜果质量,g; C 为山桐子鲜果脂肪含量。

1.2.3 山桐子油基本理化指标及脂肪酸组成测定

色泽的测定参照GB/T 5009.37—2003《食用植物油卫生标准的分析方法》;气味、滋味的测定参照GB/T 5525—2008《植物油脂透明度、气味、滋味鉴定法》;水分及挥发物的测定参照GB 5009.236—2016《食品安全国家标准动植物油脂水分及挥发物的测定》第二法;酸值的测定参照GB 5009.229—2016《食品安全国家标准食品中酸价的测定》第一法;不溶性杂质的测定参照GB/T 15688—2008《动植物油脂不溶性杂质含量的测定》;碘值的测定参照GB/T 5532—2022《动植物油脂碘值的测定》;皂化值的测定参照GB/T 5534—2008《动植物油脂皂化值的测定》;脂肪酸的测定参照GB 5009.168—2016《食品安全国家标准食品中脂肪酸的测定》第三法。

1.2.4 山桐子油营养成分测定

维生素E的测定参照GB 5009.82—2016《食品安全国家标准食品中维生素A、D、E的测定》第二

法;总甾醇的测定参照 GB/T 25223—2010《动植物油 甾醇组成和甾醇总量的测定 气相色谱法》;总多酚的测定参照 LS/T 6119—2017《粮油检验 植物油中多酚的测定 分光光度法》;角鲨烯的测定参照 LS/T 6120—2017《粮油检验 植物油中角鲨烯的测定 气相色谱法》。

1.2.5 数据处理

采用正交设计助手 II 和 Excel 2016 进行数据处理。

表 1 山桐子鲜果主要成分含量

脂肪	蛋白质	果胶	水分及挥发物	淀粉
14.77 ± 0.26	9.78 ± 0.31	0.58 ± 0.06	56.68 ± 0.28	16.13 ± 0.43

2.2 山桐子油提取的单因素试验

2.2.1 料液比对山桐子鲜果提油率的影响

在提取温度 80 °C、提取时间 2.0 h、pH 3.0 的条件下,考察料液比为 10:1、10:2、10:3、10:4 和 10:5 时对山桐子鲜果提油率的影响,结果如图 1 所示。

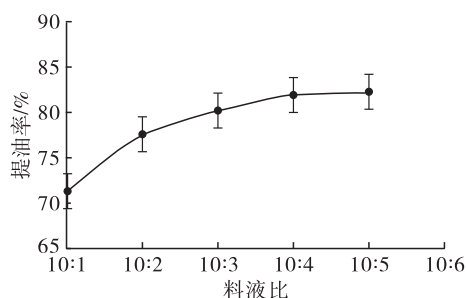


图 1 料液比对提油率的影响

由图 1 可知,随着 75% 乙醇提取液的增加,提油率快速增加,当料液比达到 10:4 后,提油率趋于稳定。料液比较低时,溶液体系过于黏稠,浆液不能与提取液充分接触,油脂不能完全游离出来^[22];当料液比达到 10:4 后,浆液与提取液充分接触,提取率递增速率趋于稳定。考虑到生产成本,选择 10:4 为山桐子油提取的最佳料液比。

2.2.2 提取温度对山桐子鲜果提油率的影响

在料液比 10:4、提取时间 2.0 h、pH 3.0 的条件下,考察提取温度为 30、40、50、60、70、80 °C 和 90 °C 时对山桐子鲜果提油率的影响,结果如图 2 所示。

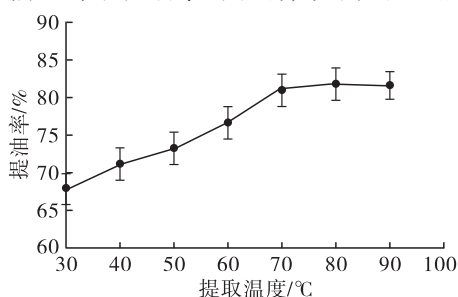


图 2 提取温度对提油率的影响

处理。

2 结果与分析

2.1 山桐子鲜果主要成分含量

山桐子鲜果主要成分含量的测定结果见表 1。由表 1 可知,山桐子鲜果中水分及挥发物含量最高,为 56.68%,淀粉、脂肪、蛋白质含量分别为 16.13%、14.77% 和 9.78%。

由图 2 可知,随着提取温度的上升,山桐子鲜果提油率先呈显著上升趋势,当提取温度超过 70 °C 后缓慢增长。这是因为随着温度上升,油脂分子运动加快,细胞中的油脂更容易分散到提取液中,从而促进山桐子油的提取^[23];但是当温度达到一定值后,山桐子细胞热效应充分,油脂得到充分释放,继续升高温度不再能显著提高山桐子油提取率,同时温度过高,会造成体系中天然活性物质结构遭到破坏,从而导致油脂品质下降。因此,选择 80 °C 为山桐子油最佳提取温度。

2.2.3 提取时间对山桐子鲜果提油率的影响

在料液比 10:4、提取温度 80 °C、pH 3.0 的条件下,考察提取时间为 0.5、1.0、1.5、2.0 h 和 2.5 h 时对山桐子鲜果提油率的影响,结果如图 3 所示。

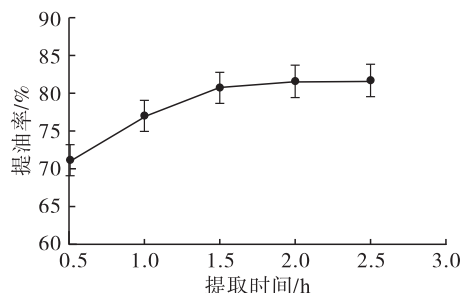


图 3 提取时间对提油率的影响

由图 3 可知,随着提取时间的延长,山桐子鲜果提油率先显著增加,随后缓慢增加,最终趋于平衡,提油率从 71.34% 上升到 82.16%。山桐子油提取过程为提取液与山桐子浆液混合,提取液不断向山桐子浆液体系内部扩散,油脂慢慢从细胞中扩散出来,溶解于提取液中,当提取时间不足时,山桐子油提取不完全。考虑到工业生产的时间因素,选择 2.0 h 为山桐子油的最佳提取时间。

2.2.4 pH 对山桐子鲜果提油率的影响

新鲜山桐子浆液中含有一定量的蛋白质和果胶,其可维持浆液乳化体系的稳定性,从而影响山桐

子油从浆液中游离出来,通过调节体系的 pH 来改变乳化体系的稳定度,从而提高山桐子鲜果提油率。在料液比 10:4、提取温度 80℃、提取时间 2.0 h 的条件下,考察 pH 为 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 和 6.0 时对山桐子鲜果提油率的影响,结果如图 4 所示。

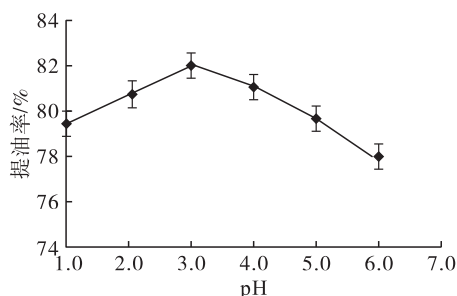


图4 pH对提油率的影响

由图4可知:在 pH 1.0~3.0 范围内,随着 pH 的升高,提油率增加,当 pH 达到 3.0 时提油率最高;随后随着 pH 的继续升高,提油率逐渐降低。pH 等于 3.0 时,蛋白质在等电点附近而沉淀,此时果胶的溶解性也最低^[24-25],体系的乳化稳定性最差,提油率最大;pH 偏离 3.0 时,蛋白质和果胶又重新溶解,有利于体系的稳定,提油率降低。因此,选择 3.0 为山桐子油提取的最佳 pH。

2.3 山桐子油提取的正交试验

在单因素试验的基础上,以料液比、提取温度、提取时间、pH 为考察因素,以提油率为考察指标,设计四因素三水平正交试验,对山桐子油的提取工艺条件进行优化。正交试验因素与水平如表 2 所示,正交试验方案与结果如表 3 所示。

表2 正交试验因素与水平

水平	A 料液比	B 提取温度/℃	C 提取时间/h	D pH
1	10:2	70	1.5	2.0
2	10:3	80	2.0	3.0
3	10:4	90	2.5	4.0

由表 3 可知,各因素对提油率的影响程度依次为 pH > 提取温度 > 料液比 > 提取时间,山桐子油的最佳提取工艺条件为 A₂B₃C₂D₂,即液料比 10:3、提取温度 90℃、提取时间 2.0 h、pH 3.0,在此条件下提油率可达 88.3%。

表3 正交试验方案与结果

试验号	A	B	C	D	提油率/%
1	1	1	1	1	79.78
2	1	2	2	2	83.28
3	1	3	3	3	81.06
4	2	1	2	3	79.32

续表3

试验号	A	B	C	D	提油率/%
5	2	2	3	1	82.11
6	2	3	1	2	82.89
7	3	1	3	2	80.21
8	3	2	1	3	79.43
9	3	3	2	1	80.98
k_1	81.37	79.77	80.70	80.96	
k_2	81.44	81.61	81.19	82.13	
k_3	80.21	81.64	81.13	79.94	
R	1.23	1.87	0.49	2.19	

2.4 山桐子油的品质

对最佳工艺条件下提取的山桐子油的理化指标及主要营养成分含量进行测定,结果见表 4。

表4 山桐子油理化指标及营养成分含量

项目	LS/T 3258—2018 成品山桐子油	本研究提取的山桐子油
气味、滋味	具有山桐子油固有的气味和滋味,无异味	气味清香、无异味
色泽	棕红色	棕红色
酸值(KOH)/(mg/g)	≤3.0	1.1
水分及挥发物/%	≤0.10	0.10
不溶性杂质/%	≤0.05	0.03
皂化值(KOH)/(mg/g)	190~205	196
碘值/(g/100g)	125~146	135
维生素 E/(mg/kg)		367.2
总甾醇/(mg/kg)		3 100
总多酚/(mg/kg)		148.7
角鲨烯/(mg/kg)		258.7
主要脂肪酸		
棕榈酸(C16:0)/%	12.0~21.0	16.67
棕榈一烯酸(C16:1)/%	3.0~11.0	6.48
油酸(C18:1)/%	2.0~11.0	6.71
亚油酸(C18:2)/%	64.0~75.0	67.56

由表 4 可知,山桐子油的气味、滋味、色泽、酸值、水分及挥发物等理化指标均符合 LS/T 3258—2018《山桐子油》成品油要求。山桐子油不饱和脂肪酸含量超过 80%,亚油酸含量达到 67.56%,维生素 E、总甾醇、总多酚和角鲨烯含量分别为 367.2、3 100、148.7 mg/kg 和 258.7 mg/kg,是一种优质的木本食用油。

3 结论

通过单因素试验和正交试验优化得到山桐子油的最佳提取工艺条件为料液比 10:3、提取温度 90℃、提取时间 2.0 h、pH 3.0,在此条件下山桐子鲜果提油率可达 88.3%。山桐子油中维生素 E、总甾醇、总多酚和角鲨烯含量分别为 367.2、3 100、

148.7 mg/kg 和 258.7 mg/kg,且其气味、滋味、色泽、酸值、水分及挥发物含量等理化指标均符合 LS/T 3258—2018《山桐子油》成品油要求,说明该工艺高效可靠,具有一定的实用价值,可为山桐子油加工提供一定的指导。

参考文献:

- [1] 张维谦. 发展木本油料毛叶山桐子前景广阔[J]. 云南林业, 2017, 38(3): 58-59.
- [2] 薛晓焱, 刘震, 王艳梅, 等. 河南省山桐子产业发展优势及对策分析[J]. 湖北农业科学, 2022, 61(4): 115-120.
- [3] 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志: 第五十二卷 第一分册[M]. 北京: 科学出版社, 1999.
- [4] 刘芙蓉, 罗建勋, 杨马进. 山桐子的地理分布及其潜在适宜栽培区区划[J]. 林业科学研究, 2017, 30(6): 1028-1033.
- [5] 黄心敏, 仇兆倩, 王俊杰, 等. 山桐子油的研究进展[J]. 粮食与油脂, 2017, 30(4): 11-13.
- [6] 王刚, 王生, 邹黎曙, 等. 木本油料树种山桐子的开发与利用[J]. 湖北林业科技, 2017, 46(2): 29-31.
- [7] 李影. 木本油料“新秀”山桐子产业大有可为[J]. 中国林业产业, 2017(Z2): 98-100.
- [8] 吴志文, 谢双喜, 刘青, 等. 山桐子的研究进展及应用前景[J]. 贵州农业科学, 2010, 38(1): 161-164.
- [9] 王玉琴, 双全. 山桐子油水酶法提取工艺优化及品质分析[J]. 食品与机械, 2018, 34(11): 156-160.
- [10] 旷春桃, 吴斌, 唐宏伟, 等. 山桐子油的超临界 CO₂ 萃取工艺优化及脂肪酸组成分析[J]. 食品与机械, 2016, 32(11): 154-157, 228.
- [11] 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.
- [12] 包杰, 陈凤香. 不同产地山桐子果含油率和脂肪酸组成分析[J]. 粮食与油脂, 2016, 29(5): 35-36.
- [13] 刘一静, 张驰松, 涂彩虹, 等. 毛叶山桐子油营养价值及精炼工艺的研究进展[J]. 农产品加工, 2020(7): 73-74, 78.
- [14] WANG Q Y, WANG Y, YAO S, et al. Biodegradable lubricant from *Idesia polycarpa* Maxim. var. *vestita* Diels oil[J]. Adv Mater Res, 2012, 1790 (512/513/514/515): 506-509.
- [15] 蒋海艳, 庞贵尹, 康泰然. 山桐子油中亚油酸的纯化工工艺及体外抗氧化性研究[J]. 粮食与油脂, 2022, 35(2): 59-64, 78.
- [16] 田潇潇, 方学智, 杜孟浩. 山桐子果不同部位油脂营养品质及抗氧化能力的研究[J]. 中国粮油学报, 2020, 35(9): 91-95.
- [17] 段齐泰. 山桐子油在化妆品中的适宜性研究[D]. 武汉: 湖北大学, 2019.
- [18] 吴发旺, 刘春雷. 响应面优化冷榨法制取山桐子油工艺的研究[J]. 食品工业科技, 2012, 33(11): 278-282.
- [19] 刘春雷, 江连洲, 于殿宇, 等. 山桐子油提取工艺的研究及脂肪酸组成分析[J]. 食品科技, 2012, 37(2): 192-195.
- [20] HOU K X, YANG X B, BAO M L, et al. Composition, characteristics and antioxidant activities of fruit oils from *Idesia polycarpa* using homogenate-circulating ultrasound-assisted aqueous enzymatic extraction[J]. Ind Crops Prod, 2018, 117: 205-215.
- [21] 狄飞达, 吴文梅, 刘运科, 等. 响应面优化酸性浸润干燥辅助水代法提取山桐子果油工艺及其品质分析[J]. 粮食与油脂, 2022, 35(3): 89-93.
- [22] 宋媛媛. 乙醇辅助水酶法提取牡丹籽油工艺研究[D]. 江苏 无锡: 江南大学, 2018.
- [23] 谭传波, 赖琼玮, 杨耀学, 等. 鲜榨油茶籽油提取工艺研究[J]. 中国油脂, 2018, 43(8): 12-14.
- [24] 姜涵骞, 王撼辰, 王海龙, 等. pH 值对苹果果胶-多酚复配物体系流变性和凝胶性的影响[J]. 中国果菜, 2022, 42(4): 34-38.
- [25] 庄远红, 曾培. 酸水解-乙醇沉淀法中 pH 调节对柚皮果胶品质的影响[J]. 福建农林大学学报(自然科学版), 2020, 49(2): 266-271.