

油脂加工

凤丹牡丹籽油的提取工艺优化及脂肪酸组成分析

董秀婷, 杨国恩, 王秋敏, 陈鹏, 李鹏云

(中南林业科技大学 材料科学与工程学院, 长沙 410004)

摘要:对常规正己烷提取法提取凤丹牡丹籽油的工艺进行了优化,并与超声辅助正己烷提取法进行了比较,采用气相色谱-质谱联用技术(GC-MS)确定了凤丹牡丹籽油的脂肪酸组成。结果表明:常规正己烷提取法提取凤丹牡丹籽油的最优条件为料液比1:6、提取时间8 h、提取温度65℃,在此条件下牡丹籽油得率为30.67%,提取率达93.5%;超声辅助正己烷提取法在超声功率350 W、超声时间20 min、提取温度50℃、料液比1:6条件下,牡丹籽油得率为30.63%,提取率达93.4%。凤丹牡丹籽油以亚麻酸、亚油酸、棕榈酸和硬脂酸为主,其不饱和脂肪酸及亚麻酸含量分别达85.47%和60.074%。与常规正己烷提取法相比,超声辅助正己烷提取凤丹牡丹籽油具有提取效率高、提取温度低等优势,有利于保证牡丹籽油品质。

关键词:超声;提取;凤丹;牡丹籽油;脂肪酸组成

中图分类号:TS225; TQ646

文献标识码:A

文章编号:1003-7969(2018)07-0006-04

Optimization of extraction process of *Paeonia suffruticosa*

Andr. (Fengdan) seed oil and its fatty acid composition

DONG Xiuting, YANG Guo'en, WANG Qiumin, CHEN Peng, LI Pengyun

(College of Materials Science and Engineering, Central South University of Forestry and Technology, Changsha 410004, China)

Abstract: The extraction process of *Paeonia suffruticosa* Andr. (Fengdan) seed oil by conventional hexane extraction method was optimized, and was compared with the ultrasound-assisted hexane extraction method. The fatty acid composition of *Paeonia suffruticosa* Andr. (Fengdan) seed oil was determined by GC-MS. The results showed that the optimal extraction conditions of *Paeonia suffruticosa* Andr. (Fengdan) seed oil by conventional hexane extraction method were obtained as follows: solid-liquid ratio 1:6, extraction time 8 h and extraction temperature 65℃. Under these conditions, the yield and extraction rate were 30.67% and 93.5%, respectively. Under the conditions of ultrasound power 350 W, ultrasonic time 20 min, extraction temperature 50℃ and solid-liquid ratio 1:6 by ultrasound-assisted hexane extraction method, the yield and extraction rate were 30.63% and 93.4%, respectively. The main fatty acids in *Paeonia suffruticosa* Andr. (Fengdan) seed oil were palmitic acid, linoleic acid, linolenic acid and stearic acid, and the contents of unsaturated fatty acid and linolenic acid were 85.47% and 60.074%, respectively. Compared with the conventional hexane extraction method, the ultrasound-assisted hexane extraction method had advantages of high extraction efficiency and low extraction temperature, etc.

Key words: ultrasound; extraction; Fengdan; *Paeonia suffruticosa* Andr. seed oil; fatty acid composition

收稿日期:2018-01-18;修回日期:2018-04-26

作者简介:董秀婷(1996),女,在读本科,专业为林产化工(E-mail)1621436722@qq.com。

通信作者:杨国恩,副教授,硕士生导师(E-mail)200203684@sina.com。

凤丹又名铜陵凤丹,主产于陕西、山东菏泽、河南洛阳等地,是油用牡丹的主要品种之一。因牡丹籽油中含有多达17种脂肪酸,且富含人体所需多不饱和脂肪酸如亚油酸和亚麻酸,2011年经国家卫生部批准将牡丹籽油列入食用油名

单^[1-3]。随着油用牡丹资源量的逐年增加,我国现阶段的牡丹籽油加工产业也逐步发展起来。目前,提取牡丹籽油的工艺主要有压榨法、超声辅助提取法、超临界 CO₂ 萃取法、微波辅助提取法和有机溶剂提取法^[4-6]。压榨法提油率和副产物利用率低,超临界 CO₂ 萃取法设备昂贵、经济性较差^[5]。有机溶剂提取法成本低廉、出油率高、易于工业化,超声辅助有机溶剂提取可节省提取时间和提高效率^[7-8]。易军鹏等^[4]利用超声辅助石油醚提取牡丹籽油,出油率达 24.52%。本文在此基础上开展凤丹牡丹籽油正己烷高效提取工艺研究,并在常规有机溶剂法优化基础上进行超声辅助有机溶剂法研究,以期为提高油用牡丹资源利用率、高品质牡丹籽油开发、拓宽牡丹籽油的利用途径提供理论依据和技术基础。

1 材料与方法

1.1 实验材料

凤丹牡丹籽产自山东菏泽,脱壳后取籽仁,45℃干燥 8 h,粉碎,筛分,取 60~100 目粉末贮于干燥器中,备用。

正己烷、甲醇、浓硫酸,均为分析纯;蒸馏水为实验室自制。

GC-2010 气质联用仪(上海岛津国际贸易有限公司),KQ-5200E 超声清洗机,RE-52A 旋转蒸发仪,DHG9140B 电热鼓风干燥箱,QJ32W1000A 型高性能中药粉碎机。

1.2 实验方法

1.2.1 牡丹籽油的提取

称取 20.00 g 牡丹籽仁粉末于三口烧瓶中,按既定料液比加入正己烷,置于恒温水浴(或一定功率的超声清洗机)中提取一定时间。抽滤,减压蒸除滤液中溶剂,60℃下干燥剩余物至恒重,准确称重,按下式计算牡丹籽油得率。

$$\text{牡丹籽油得率} = \frac{m_1}{m_2} \times 100\%$$

式中: m_1 为牡丹籽油质量,g; m_2 为牡丹籽仁粉末质量,g。

1.2.2 牡丹籽含油量的测定

牡丹籽含油量按 GB/T 14488.1—2008《植物油料含油量测定》方法测定。

1.2.3 牡丹籽油脂脂肪酸组成的 GC-MS 分析

甲酯化:称取 1.000 0 g 牡丹籽油于具塞锥形瓶中,加入 10 mL 硫酸-甲醇(体积比 1:10),于 70℃超声 1 h,用等体积正己烷萃取,萃余物用等体积正己烷复萃,合并两次萃取物,用蒸馏水洗涤多次至分

层良好。用无水硫酸钠干燥萃取物,过滤,离心沉降滤液(5 000 r/min,10 min),取上清液用作 GC-MS 分析样品^[9]。

GC 条件^[10]:HP-5MS 石英毛细管柱(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm);升温程序为 80℃保留 5 min,以 20℃/min 升至 200℃,保留 10 min,再以 1℃/min 升至 250℃,保留 10 min;汽化室温度 250℃;载气为高纯 N₂(99.999%),流量 1.0 mL/min;进样量 1 μL;分流比 30:1。

MS 条件:EI 离子源,电离电压 70 eV,离子源温度 230℃;四极杆温度 150℃,扫描范围 40~500,扫描周期 1 s。

2 结果与分析

2.1 牡丹籽的含油量

采用 1.2.1 方法进行 3 次平行提取实验,获得清亮的淡黄色牡丹籽油,平均含油量为 32.80%。

2.2 常规正己烷提取法提取牡丹籽油

2.2.1 单因素实验

2.2.1.1 提取时间对牡丹籽油提取的影响

按料液比 1:6 加入正己烷,在 50℃下分别提取 6、7、8、9、10 h,考察提取时间对牡丹籽油提取的影响,结果见图 1。

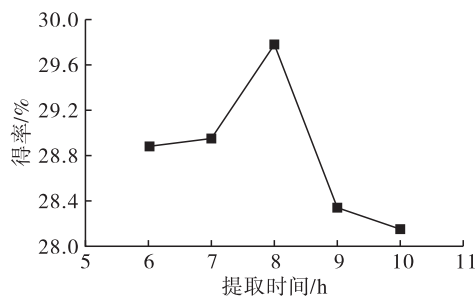


图 1 提取时间对牡丹籽油提取的影响

由图 1 可知,随着提取时间延长,牡丹籽油得率先增后减,8 h 时牡丹籽油得率最大。这是由于在 8 h 内,原料颗粒内外部之间存在较大的目标物质浓度差(即扩散推动力),利于目标物质的溶出。提取至 8 h,目标物质在原料颗粒内外部之间的双向扩散达到动态平衡,牡丹籽油得率达到最大值。提取时间超过 8 h,油品长时间受热会产生部分挥发损失,致使牡丹籽油得率下降。

2.2.1.2 提取温度对牡丹籽油提取的影响

按料液比 1:6 加入正己烷,分别在 40、50、60、65、70、75℃下提取 8 h,考察提取温度对牡丹籽油提取的影响,结果见图 2。

由图 2 可知,提取温度升高,原料颗粒内部的目

标物质向溶剂中的扩散速率加快,因此在提取温度40~65℃之间,牡丹籽油得率逐渐增大。提取温度超过65℃,牡丹籽油得率降低是高温导致油品中的低沸点成分挥发所致。

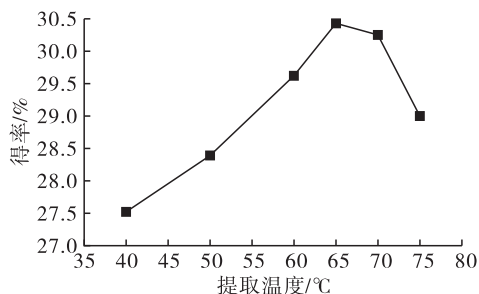


图2 提取温度对牡丹籽油提取的影响

2.2.1.3 料液比对牡丹籽油提取的影响

分别按料液比1:4、1:5、1:6、1:7、1:8和1:9加入正己烷,在65℃下提取8h,考察料液比对牡丹籽油提取的影响,结果见图3。

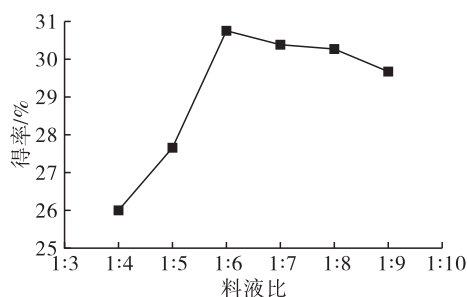


图3 料液比对牡丹籽油提取的影响

由图3可知,溶剂用量小,溶剂中目标物质在短时间内即可达到较大浓度,致使原料颗粒内部目标物质向外扩散的推动力变小,牡丹籽油得率低。溶剂太多时,粉末容易浮于液面,固液混合效果、浸润效果差导致牡丹籽油的提取不充分^[11]。兼顾提取效果和溶剂成本,料液比1:6左右较为适宜。

2.2.2 正交实验

在单因素实验基础上,选择料液比、提取温度和提取时间3个因素,设计 $L_9(3^3)$ 正交实验,优化常规正己烷提取法提取凤丹牡丹籽油的工艺,结果见表1。

由表1可知,常规正己烷提取法提取凤丹牡丹籽油的最优工艺条件为 $A_2B_2C_2$,即提取时间8h、提取温度65℃、料液比1:6,其中提取时间对牡丹籽油得率影响最大。

在最优工艺条件下进行了4次验证实验,牡丹籽油得率分别为30.60%、30.98%、30.33%和30.78%,平均得率为30.67%,提取率达93.5%,证明正交实验所得优化工艺是稳定的,具有可重复性。

表1 正交实验设计及结果

实验号	提取时间/h	提取温度/°C	料液比	得率/%
1	7	60	1:5	27.51
2	7	65	1:6	28.31
3	7	70	1:7	26.29
4	8	60	1:6	30.30
5	8	65	1:7	30.55
6	8	70	1:5	28.50
7	9	60	1:7	28.84
8	9	65	1:5	28.76
9	9	70	1:6	28.61
k_1	27.37	28.88	28.26	
k_2	29.78	29.21	29.07	
k_3	28.74	27.80	28.56	
R	2.41	1.41	0.81	

2.3 超声辅助正己烷提取法提取牡丹籽油

根据易军鹏等^[4]报道,超声辅助提取牡丹籽油的最优超声功率为350W。因此,本实验在此基础上,按料液比1:6加入正己烷,设定超声功率350W,在50℃下分别提取10、15、20、40、60min,考察超声时间对牡丹籽油提取的影响,结果见图4。

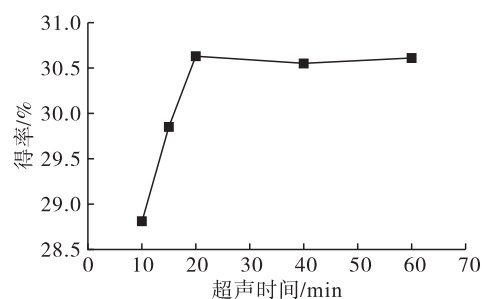


图4 超声时间对牡丹籽油提取的影响

超声波能显著增大溶剂分子的运动速度和穿透力^[12]。由图4可知,在350W超声辅助作用下,20min已完成牡丹籽油的提取,牡丹籽油得率达30.63%,提取率达93.4%,与常规正己烷提取法在65℃下、提取8h的效果持平。因此,超声波对于正己烷提取凤丹牡丹籽油的过程具有突出的强化效果,既提高了提取效率,又能因受热时间短而最大限度地保证牡丹籽油品质。

2.4 牡丹籽油的脂肪酸组成

利用GC-MS检测了超声辅助正己烷提取法所得牡丹籽油的脂肪酸组成。通过检索标准质谱图库,并参阅有关文献^[13],鉴定了凤丹牡丹籽油主要脂肪酸的化学结构,采用峰面积归一化法确定了各主要脂肪酸的相对含量,结果见图5和表2。

由图5及表2可知,超声辅助正己烷提取法所

得凤丹牡丹籽油主要脂肪酸包括棕榈酸、亚油酸、亚麻酸和硬脂酸,不饱和脂肪酸(亚油酸和亚麻酸)含量达85.47%,其中亚麻酸含量达60.074%。

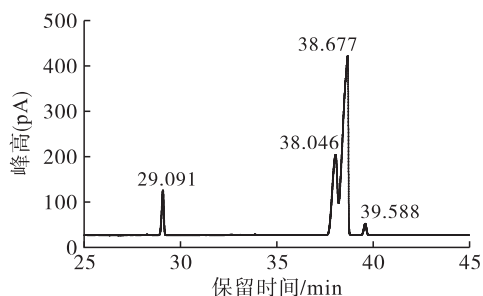


图5 甲酯化凤丹牡丹籽油的GC-MS总离子流色谱图

表2 凤丹牡丹籽油的主要脂肪酸组成及含量

保留时间/min	脂肪酸	含量/%
29.091	棕榈酸	5.952
38.046	亚油酸	25.396
38.677	亚麻酸	60.074
39.588	硬脂酸	1.891

3 结论

以正己烷为溶剂的有机溶剂法是提取凤丹牡丹籽油的适宜方法,在单因素实验的基础上,通过正交实验得到的最优条件为料液比1:6、提取时间8 h、提取温度65℃,在此条件下,牡丹籽油得率为30.67%,提取率达93.5%。基于常规溶剂法正交优化研究后进行超声辅助正己烷提取牡丹籽油工艺研究,发现在超声功率350 W、超声时间20 min、提取温度50℃、料液比1:6条件下,牡丹籽油得率为30.63%,提取率达93.4%。凤丹牡丹籽油中不饱和脂肪酸含量较高(85.47%),其中亚麻酸含量达60.074%。超声波具有突出的强化效果,既能大幅度缩短提取时间,又能显著降低提取温度,提取效率高,油的品质有保证。

参考文献:

- [1] 王瑞元. 2014年中国油脂油料的市场现状[J]. 粮食与食品工业, 2015, 22(3):1-5.
- [2] 威军超,周海梅,马锦琦,等. 牡丹籽油化学成分GC-MS分析[J]. 粮食与油脂, 2005(11):22-23.
- [3] 韩晨静,孟庆华,陈雪梅,等. 我国油用牡丹研究利用现状与产业发展对策[J]. 山东农业科学, 2015(10):125-132.
- [4] 易军鹏,朱文学,马海乐,等. 牡丹籽油超声波辅助提取工艺的响应面法优化[J]. 农业机械学报, 2009, 40(6):103-110.
- [5] 姚茂君,李静. 牡丹籽油亚临界流体萃取工艺优化[J]. 食品科学, 2014, 35(14):53-57.
- [6] 史瑞雨,任力民. 牡丹籽油提取技术研究进展[J]. 内蒙古科技与经济, 2017(5):73-76.
- [7] 白喜婷,朱文学,罗磊,等. 牡丹籽油的精炼及理化特性变化分析[J]. 食品科学, 2008, 29(8):351-354.
- [8] 李莉莉,唐红,魏晋梅,等. 紫斑牡丹籽油提取工艺的优化及脂肪酸组成的研究[J]. 食品工业科技, 2015, 36(24):68-72.
- [9] 连苹,唐红,李莉莉. 气相色谱-质谱联用技术分析紫斑牡丹籽油脂肪酸成分[J]. 北方园艺, 2016(13):125-127.
- [10] 吴丽雅,杨万根,黄群,等. 杜仲籽油中不饱和脂肪酸的分离及其 α -亚麻酸含量分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2013(5):23-27.
- [11] 王顺利,任秀霞,薛璟祺,等. 牡丹籽油成分、功效及加工工艺的研究进展[J]. 中国粮油学报, 2016, 97(3):139-146.
- [12] 张伟亮,刘晴,苗琪,等. 磁化技术提取牡丹籽油的工艺研究[J]. 煤炭与化工, 2015, 38(7):33-34, 40.
- [13] 陈景震,李培旺,张良波,等. 湖南油用牡丹籽油的理化性质及脂肪酸组分分析[J]. 经济林研究, 2015, 19(4):119-122.

告

读

者

为更好地服务于广大读者,《中国油脂》杂志社常年办理《中国油脂》逾期补订和过刊订阅业务;常年办理油脂专业书籍邮购业务,书目、代号、价格请查阅近期《中国油脂》杂志社专业书籍征订广告。

订阅、邮购地址:西安市劳动路118号,《中国油脂》杂志社读者服务部

邮编:710082 电话:029-88653162 联系人:潘亚萍