

## 油脂深加工

## 浸出芝麻油中芝麻木酚素提取工艺的研究

闫政<sup>1</sup>, 马宇翔<sup>1</sup>, 曾国展<sup>2</sup>, 张洪举<sup>2</sup>, 汪学德<sup>1</sup>

(1. 河南工业大学粮油食品学院, 郑州 450001; 2. 驻马店顶志食品有限公司, 河南 驻马店 463000)

**摘要:**以浸出芝麻毛油为原料,乙醇为提取剂,进行芝麻木酚素的提取。通过单因素试验和正交试验确定了最佳的芝麻素提取工艺条件,并利用高相液相色谱仪对得到的芝麻木酚素粗品进行芝麻素和芝麻林素含量测定。结果表明:芝麻素提取工艺的最佳条件为浸提次数3次、料液比1:4、提取温度60℃、乙醇体积分数95%、搅拌时间0.5 h、静置时间2 h、搅拌速度400 r/min,在此条件下芝麻素提取率为86.99%;得到的芝麻木酚素粗品中芝麻素含量为48.73%,芝麻林素含量为5.71%。

**关键词:**浸出芝麻油;芝麻素;芝麻林素;芝麻木酚素;提取

中图分类号:TS225.1;TS205 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2018)09-0107-05

## Extraction of sesame lignan from leaching sesame oil

YAN Zheng<sup>1</sup>, MA Yuxiang<sup>1</sup>, ZENG Guozhan<sup>2</sup>, ZHANG Hongju<sup>2</sup>, WANG Xuede<sup>1</sup>

(1. College of Food Science and Technology, Henan University of Technology, Zhengzhou 450001, China;

2. Zhumadian Dingzhi Foodstuff Co., Ltd., Zhumadian 463000, Henan, China)

**Abstract:** With leaching crude sesame oil as raw material and ethanol as extractant, sesame lignan was extracted. The optimal extraction conditions of sesamin were obtained by single factor experiment and orthogonal experiment. The contents of sesamin and sesamolin in crude sesame lignan were determined by HPLC. The results showed that the optimal extraction conditions were obtained as follows: leaching times three, solid-liquid ratio 1:4, extraction temperature 60℃, volume fraction of ethanol 95%, stirring time 0.5 h, standing time 2 h and stirring speed 400 r/min. Under these conditions, the extraction rate of sesamin was 86.99%, and the contents of sesamin and sesamolin in crude sesame lignan were 48.73% and 5.71% respectively.

**Key words:** leaching sesame oil; sesamin; sesamolin; sesame lignan; extraction

芝麻是我国的主要油料之一,除了含有丰富的油脂和蛋白质外,还含有多种营养成分,这些营养成分种类齐全、含量丰富,不仅能够满足人体营养需求,而且能够较好地为人所吸收。此外,随着人们对芝麻的深入研究,发现芝麻中含有一种特殊的活性成分木酚素(lignans,也称木脂素)类物质,该物质属于芝麻油皂化物,占芝麻油皂化物总量的

10%<sup>[1]</sup>。这类物质不但自身具有抗氧化能力<sup>[2]</sup>,而且还有着特殊的生理功能,近年来逐渐受到人们的关注。

芝麻木酚素在胡麻科芝麻中含量最多<sup>[3]</sup>,所占比例为0.5%~1.0%,分为脂溶性木酚素和水溶性木酚素两类物质。其中脂溶性木酚素类物质主要包括芝麻素、芝麻林素、芝麻酚、芝麻素酚和芝麻林素酚;水溶性木酚素类物质则是和1~3个葡萄糖相连形成的极性较强的糖苷<sup>[4]</sup>。水溶性木酚素易溶于水,在芝麻油中几乎没有,主要存在于芝麻饼粕中;芝麻油中脂溶性木酚素含量较为丰富,对芝麻木酚素的统计分析也以此为主。

芝麻木酚素类物质中含量最高的是芝麻素,占50%以上,其次是芝麻林素,其他几种木酚素类物质

收稿日期:2018-02-06;修回日期:2018-07-05

基金项目:现代农业产业技术体系建设项目(CARS15-1-10);公益(农业)行业专项(201303072-2)

作者简介:闫政(1992),男,硕士研究生,研究方向为粮食、油脂与植物蛋白(E-mail) dohy5508@163.com。

通信作者:汪学德,教授(E-mail) wangxuede@126.com。

含量甚微<sup>[5]</sup>。芝麻素通常是片状或粉末状的白色固体,经溶剂处理结晶后为白色针状晶体,在芝麻种子中的含量为0.2%~0.5%,在芝麻油中的含量为0.4%~0.8%<sup>[6]</sup>。临床研究发现,芝麻素具有降血压及抗心血管疾病、保肝、抗氧化、降低胆固醇、抗癌等功效<sup>[7]</sup>。

芝麻木酚素的提取分离方法主要有溶剂萃取法<sup>[8-10]</sup>、溶剂色谱法、溶剂重结晶法<sup>[11]</sup>以及超临界CO<sub>2</sub>法<sup>[12]</sup>。本实验采用溶剂萃取法,以乙醇为提取剂,浸出芝麻毛油为原料提取芝麻木酚素。同时,经过醇提后油脂酸值降低,色泽有所改善,油脂经加热后沉淀物减少<sup>[13]</sup>,因此乙醇作为一种提取剂不仅能够提取木酚素类物质,在某种程度上还可改善毛油的品质,其提取后的油脂还能继续经过精炼成为食用油,这也为提取木酚素提供了新的思路。

## 1 材料与方 法

### 1.1 试验材料

浸出芝麻毛油,驻马店顶志食品有限公司提供;芝麻素、芝麻林素标准品,购于Sigma公司;甲醇(色谱纯);乙醇(分析纯)。

BP211D 万分之一精密天平, Sartorius 公司; 524G 恒温加热磁力搅拌器; SHZ-D(Ⅲ)循环水式真空泵; BCD-575WYM 容声牌电冰箱; RE-52A 旋转蒸发器; Waters e2695 型高效液相色谱仪、Waters 2489 型紫外检测器, Waters 公司。

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 芝麻木酚素的提取

取一定量充分摇匀的浸出芝麻毛油,按一定料液比加入乙醇于圆底烧瓶中,然后加入转子置于恒温加热磁力搅拌器中,并连接冷凝回流装置,一定温度下搅拌一定时间后静置分层,收集上层乙醇溶液混合物并利用旋转蒸发仪回收乙醇,得到芝麻木酚素富集物,置于室温自然结晶下得到芝麻木酚素粗品。

#### 1.2.2 芝麻木酚素的检测

##### 1.2.2.1 标准曲线的绘制

HPLC 测定条件: Sunfire C18 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 柱温 30℃; 流动相为甲醇-水(体积比 70:30), 流速 0.8 mL/min; 检测波长 290 nm; 进样量 10 μL。

标准溶液的配制和标准曲线的绘制: 准确称取芝麻素标准品(98%) 7 mg, 用甲醇溶解、定容到 50 mL 容量瓶中, 稀释成 140 μg/mL 的标准溶液, 按稀释倍数 10、20、40、60、80 稀释相应的倍数然后精确吸取不同质量浓度的标准溶液 10 μL 进样绘制

标准曲线。根据不同质量浓度( $x$ )的芝麻素标样与相对的峰面积( $y$ )绘制标准曲线, 得到芝麻素的标准曲线方程为  $y = 17\ 586x - 108\ 386$ ,  $R^2 = 0.999\ 3$ ; 同样方法得到芝麻林素的标准曲线方程为  $y = 16\ 308x - 79\ 955$ ,  $R^2 = 0.999\ 2$ 。

##### 1.2.2.2 芝麻素和芝麻林素提取率的测定

将每次试验中的下层油样用旋转蒸发器蒸发至无乙醇状态, 摇匀后取 0.2 g 左右芝麻毛油, 加入 4 mL 甲醇(色谱级), 在涡旋振荡器中涡旋 5 min 后超声处理 10 min, 然后放入 -20℃ 冰箱中冷冻 10 min, 再离心 5 min, 将上清液转入 10 mL 容量瓶中; 再取 3 mL 甲醇加入剩余油样中, 重复上述步骤两次, 将两次得到的上清液转入容量瓶中定容。经 0.45 μm 微滤膜过滤后, 用高效液相色谱仪进行检测, 进样量 10 μL。计算剩余油样中芝麻木酚素的含量。同样方法测出原料中芝麻木酚素的含量, 计算提取率。

芝麻素提取率 = (原料中芝麻素的含量 - 剩余油样中芝麻素的含量) / 原料中芝麻素含量 × 100%, 同理得到芝麻林素的提取率。

##### 1.2.2.3 结晶物中芝麻素和芝麻林素含量测定<sup>[14]</sup>

取自然结晶的芝麻木酚素粗品 0.02 g, 置于 10 mL 的容量瓶中, 加入 8 mL 甲醇(色谱级), 利用超声波仪器破碎晶体使其溶解, 定容。利用 HPLC 测定芝麻素和芝麻林素含量。

## 2 结果与分析

### 2.1 芝麻毛油中木酚素含量

取 0.2 g 左右的浸出芝麻毛油按 1.2.2.2 的方法处理油样, 然后利用高相液相色谱仪测得芝麻毛油中芝麻素和芝麻林素的含量。多次检测的试验结果显示检测重复性良好, 芝麻素含量的平均值为 643.73 mg/100 g, 芝麻林素含量的平均值为 241.91 mg/100 g。

### 2.2 单因素试验

#### 2.2.1 浸提次数对提取率的影响

准确称取 50.0 g 芝麻毛油于 500 mL 圆底烧瓶中, 按料液比 1:5 加入 95% 乙醇, 设定温度 45℃, 转速 400 r/min 搅拌 2 h, 搅拌结束后静置 2 h 分层, 取上层溶液, 下层油样重复上述操作, 重复次数分别为 1、2、3、4 次。合并上层溶液, 进行后续试验, 考察浸提次数对提取率的影响, 结果如图 1 所示。

由图 1 可知, 随着浸提次数的增加, 芝麻素和芝麻林素的提取率逐渐上升, 在浸提 3 次和 4 次的时候提取率较高, 提取 4 次基本能够将芝麻油中的芝麻素和芝麻林素提取出来。但从经济效益角度来

看,浸取3次要比4次更加高效经济,所以综合考虑选择浸提次数为3次。

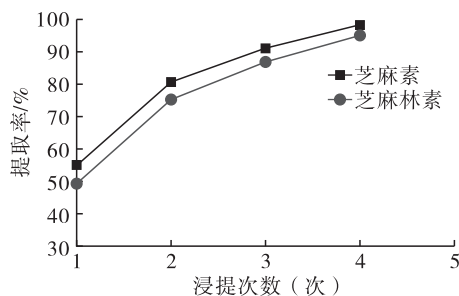


图1 浸提次数对提取率的影响

### 2.2.2 料液比对提取率的影响

准确称取 50.0 g 芝麻毛油于 500 mL 圆底烧瓶中,按不同的料液比 1:1、1:2、1:3、1:4、1:5、1:6 加入体积分数为 95% 乙醇,设定温度 45℃,转速 400 r/min,然后搅拌 2 h,反应结束后静置 2 h 使其分层,取上层溶液,下层油样重复上述操作,重复 3 次。合并上层溶液,进行后续试验,考察料液比对提取率的影响,结果如图 2 所示。

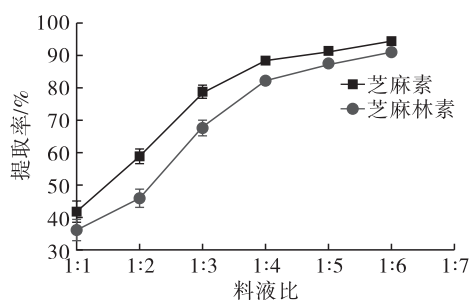


图2 料液比对提取率的影响

由图 2 可知,随着料液比的增大,芝麻素和芝麻林素的提取率逐渐提高,在料液比达到 1:4 时提取率较高,在料液比超过 1:4 之后提取率增势缓慢且幅度不大,料液比对提取率的影响减小,所以从试验结果和经济成本两个方面考虑选择料液比 1:4 较为合适。

### 2.2.3 乙醇体积分数对提取率的影响

准确称取 50.0 g 芝麻毛油于 500 mL 圆底烧瓶中,按料液比 1:4 加入不同体积分数的乙醇,乙醇体积分数梯度设为 80%、85%、90%、95%、99%。设定温度 45℃,转速 400 r/min 搅拌 2 h,反应结束后静置 2 h 使其分层,取上层溶液,下层油样重复上述操作,重复 3 次。合并上层溶液,进行后续试验,考察乙醇体积分数对提取率的影响,结果如图 3 所示。

由图 3 可知,随着乙醇体积分数的增加,芝麻素和芝麻林素的提取率呈先上升后下降趋势,乙醇体积分数达到 85% 以上时增长幅度减慢,在 95% 时有

最大的提取率,根据相似相容原理可能是在此体积分数下芝麻素和芝麻林素的极性与乙醇的极性更接近,而乙醇体积分数为 99% 时,其溶剂的极性与芝麻素和芝麻林素的极性差距较大导致提取率有所下降,另一方面用 99% 乙醇的极性跟油脂相接近,使用 99% 乙醇为溶剂会带出较多的油脂,不仅造成原料的浪费而且会给后期的分离造成一定的麻烦。所以,选择乙醇的体积分数为 95%。

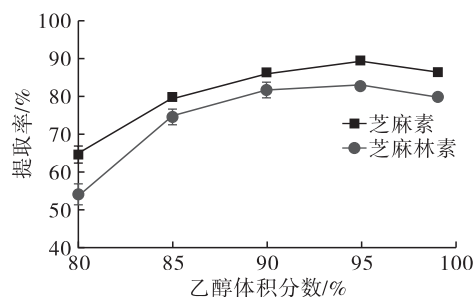


图3 乙醇体积分数对提取率的影响

### 2.2.4 搅拌时间对提取率的影响

准确称取 50.0 g 芝麻毛油于 500 mL 圆底烧瓶中,按料液比 1:4 加入 95% 乙醇,设置温度 45℃,转速 400 r/min,按设定的时间进行搅拌,搅拌时间梯度为 0.5、1、1.5、2、2.5、3 h,搅拌结束后静置 2 h 使其分层,取上层溶液,下层油样重复上述操作,重复 3 次。合并上层溶液,进行后续试验,考察搅拌时间对提取率的影响,结果如图 4 所示。

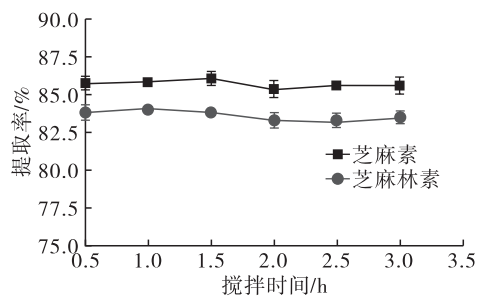


图4 搅拌时间对提取率的影响

由图 4 可知,在搅拌时间 0.5 ~ 3 h 范围内,提取率差距不大,说明搅拌时间对提取率的影响较小,可能是因为在此条件下溶剂与物料能够达到较好的融合,目标物质的浓度在两相中达到了平衡,为了节省时间和提高经济效益,选择搅拌时间为 0.5 h。

### 2.2.5 静置时间对提取率的影响

准确称取 50.0 g 芝麻毛油于 500 mL 的圆底烧瓶中,按料液比 1:4 加入 95% 乙醇,设置温度 45℃,转速 400 r/min 搅拌 0.5 h,搅拌结束后静置不同的时间,时间梯度设定为 0.5、1、1.5、2、2.5、3 h,使其分层,取上层溶液,下层油样重复上述操作,重复 3

次。合并上层溶液,进行后续试验,考察静置时间对提取率的影响,结果如图5所示。

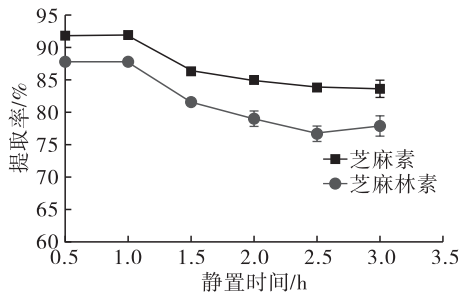


图5 静置时间对提取率的影响

由图5可知,静置时间在0.5~1 h之间芝麻素和芝麻林素有较高的提取率,随着静置时间的延长提取率呈逐渐下降的趋势,说明在搅拌之后溶剂中的芝麻素会重新解吸到油中。但根据实际情况来看,静置时间较短不利于油与乙醇的分离而会夹带出较多的油脂,这也会给后续的分离带来一些不便,所以根据提取率和油与乙醇的分离情况选择静置时间为2 h,因为此时提取率已经基本保持不变,溶剂与油两相也能较好地分离。

#### 2.2.6 搅拌速度对提取率的影响

准确称取50.0 g 芝麻毛油于500 mL的圆底烧瓶中,按料液比1:4加入95%乙醇,设定温度45℃,搅拌时间0.5 h,静置时间2 h,搅拌速度分别设置为400、450、500 r/min。取上清液,取下层重复上述操作,重复3次。合并上层溶液,进行后续试验,考察搅拌速度对提取率的影响,结果如图6所示。

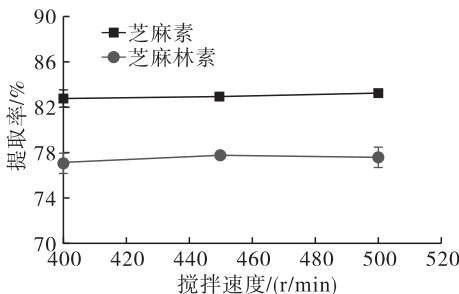


图6 搅拌速度对提取率的影响

由图6可知,在选取的范围内搅拌速度对芝麻素和芝麻林素的提取率影响不大,说明在此条件下溶剂与物料的融合程度基本饱和,因此选择搅拌速度为400 r/min,这样既能较好地混合物料,也不会造成转速过高影响装置的稳定性。

#### 2.2.7 提取温度对提取率的影响

准确称取50.0 g 芝麻油于500 mL的圆底烧瓶中,按料液比1:4加入95%乙醇,搅拌速度400 r/min,设定不同的提取温度(45、50、55、60、65℃),搅拌0.5 h,静置2 h,取上清液,取下层重复上述操作,重

复3次。合并上层溶液,进行后续试验,考察提取温度对提取率的影响,结果如图7所示。

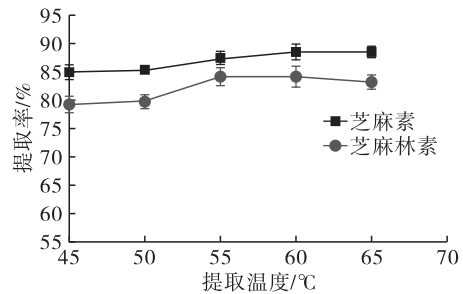


图7 提取温度对提取率的影响

由图7可知,随着提取温度的升高,提取率也逐渐增加,但增幅较小,在提取温度为60℃时芝麻素提取率最高,在提取温度为55℃时芝麻林素提取率最高,提取温度继续升高时提取率变化较小,而且根据低温减压沸腾<sup>[15]</sup>相关文献和试验情况来看,在没有达到沸腾状态时提取温度对提取率的影响较小。考虑到溶剂的蒸发等其他经济因素,选择提取温度60℃。

通过单因素试验的结果可以看出芝麻林素含量的变化趋势与芝麻素相同,因为芝麻素在木酚素类物质中的含量最多,占50%以上,所以在接下来的正交试验中以考察芝麻素的提取率为主。

#### 2.3 正交试验

在单因素试验的基础上,固定浸提次数3次、搅拌时间0.5 h、搅拌速度400 r/min,选择提取温度(A)、料液比(B)、乙醇体积分数(C)、静置时间(D)为考察因素,以芝麻素提取率为考察指标,采用 $L_9(3^4)$ 正交试验设计,进行四因素三水平正交优化试验,确定芝麻素浸提的最佳工艺条件。正交试验因素水平见表1,正交试验设计及结果见表2。

表1 正交试验因素水平

水平	A/°C	B	C/%	D/h
1	55	1:2	90	1.0
2	60	1:3	95	1.5
3	65	1:4	99	2.0

由表2可知,各因素对芝麻素提取率的影响顺序为 $B > D > C > A$ ,即料液比对提取率影响最大,其次是静置时间,然后是乙醇体积分数,最后是提取温度。在所选因素水平下,各因素水平的最佳组合为 $A_2B_3C_2D_3$ 。因此,芝麻素提取最佳条件为:料液比1:4,搅拌时间0.5 h,静置时间2 h,提取温度60℃,浸提次数3次,乙醇体积分数为95%,搅拌速度400 r/min。在最佳条件下进行验证试验,得到的芝麻素提取率为86.99%。

表2 正交试验设计及结果

试验号	A	B	C	D	提取率/%
1	1	1	1	1	64.48
2	1	2	2	2	81.34
3	1	3	3	3	87.62
4	2	1	2	3	70.93
5	2	2	3	1	81.19
6	2	3	1	2	86.64
7	3	1	3	2	66.73
8	3	2	1	3	83.25
9	3	3	2	1	87.86
$k_1$	77.81	67.38	78.12	77.84	
$k_2$	79.59	81.93	80.04	78.24	
$k_3$	79.28	87.37	78.51	80.60	
R	1.78	19.99	1.92	2.76	

#### 2.4 芝麻木酚素含量检测结果

高效液相色谱仪检测结果表明,自然结晶状态的芝麻木酚素粗品中芝麻素含量为48.73%,芝麻林素的含量为5.71%,表明该方法可获得的芝麻素可进一步进行纯化,这也为制备高纯度的芝麻素提供了较好的思路。

#### 3 结论

本研究通过单因素试验和正交试验确定了浸出芝麻毛油中芝麻素提取的最佳工艺条件,即料液比1:4、搅拌时间0.5 h、乙醇体积分数95%、提取温度60℃、浸提次数3次、静置时间2 h、搅拌速度400 r/min,在此条件下芝麻素提取率为86.99%。得到的芝麻木酚素粗品中芝麻素含量为48.73%,芝麻林素含量为5.71%。该试验探索出一种从芝麻油中提取芝麻素的有效方法,为生物活性物质芝麻素在食品、生物医药领域的开发和应用奠定了基础。

#### 参考文献:

[1] HEMALATHA S, GHAFORUNISSA. Lignans and tocopherols in Indian sesame cultivars[J]. J Am Oil Chem Soc, 2004, 81(5): 467-470.

- [2] SUJA K P, JAYALEKSHMY A, ARUMUGHAN C. Free radical scavenging behavior of antioxidant compounds of sesame (*Sesamum indicum* L.) in DPPH system[J]. J Agric Food Chem, 2004, 52(4): 912-915.
- [3] 许宗运, 刘利林, 李伟, 等. 七种植物提取物对猪油的抗氧化性研究[J]. 塔里木大学学报, 2003, 15(4): 1-6.
- [4] 任小娜, 曾俊. 芝麻中木酚素类物质的研究现状[J]. 食品工业科技, 2014, 35(18): 383-386.
- [5] 唐传核, 彭志英. 芝麻木酚素“芝麻素”研究概况[J]. 粮食与油脂, 2000(6): 37-39.
- [6] 冯志勇, 谷克仁. 芝麻中木脂素的组成、结构及其生理功能[J]. 中国油脂, 2004, 29(7): 56-59.
- [7] MEHRA K L. Sesame: its uses, botany, cytogenetics, and origin[J]. Econ Bot, 1970, 24(1): 20-31.
- [8] 刘元法, 王兴国, 金青哲. 芝麻油中芝麻素提取物的纯化与检测[J]. 中国油脂, 2004, 29(3): 48-50.
- [9] 刘立业, 何军. 芝麻油中芝麻素提取工艺研究[J]. 吉林化工学院学报, 2009, 26(4): 22-24.
- [10] 冯志勇. 芝麻油中抗氧化物质的提取、分离及其抗氧化性能的研究[D]. 郑州: 郑州工程学院, 2004.
- [11] 刘帅, 汪学德, 郭亚龙. 重结晶法分离芝麻素工艺的研究[J]. 粮食与油脂, 2016, 29(6): 25-28.
- [12] 谢春英, 袁雨婕, 宁德山, 等. 超临界CO<sub>2</sub>萃取芝麻油及芝麻素的工艺研究[J]. 中药材, 2007, 30(9): 1163-1165.
- [13] 刘玉兰, 汪学德, 马传国. 油脂制取与加工工艺学[M]. 北京: 科学出版社, 2009.
- [14] 李丹丹, 曾晓雄. 高效液相色谱法测定芝麻油中木酚素含量[J]. 湖北农业科学, 2011, 50(4): 1946-1951.
- [15] 谢普军, 黄立新, 张彩虹, 等. 低温减压沸腾提取橄榄枝苦苷的工艺研究[J]. 中国中药杂志, 2012, 37(13): 1946-1951.

欢迎投稿、刊登广告  
欢迎订阅2019年度《中国油脂》