

正交试验优化雪梨籽油提取工艺研究

李红平,常志华

鹤壁职业技术学院, 河南 鹤壁 458030

摘要: 本文采用超临界 CO₂ 萃取技术萃取雪梨籽油, 考察了压力、温度、时间和 CO₂ 流量对油脂得率的影响, 并对提取物进行 GC-MS 分析。结果表明: 最佳提取条件为压力 35 MPa、温度 35 °C、时间 130 min、CO₂ 流量 15 kg/h, 其油脂得率为 23.9%。油脂中主要含有 7 种脂肪酸成分。超临界 CO₂ 提取方法得率高、时间短, 是一种合适的提取雪梨籽油的方法。

关键词: 正交试验; 提取; 雪梨籽油

中图分类号: TS201.1

文献标识码: A

文章编号: 1000-2324(2015)04-0524-04

Study on the Extraction Process of Oil from Snow Pear Seeds with Orthogonal Test

LI Hong-ping, CHANG Zhi-hua

Hebi Polytechnic, Hebi 458030, China

Abstract: This paper studied on the effect of the extract conditions which was including pressure, temperature, time and flow rate of CO₂ on the yield of snow pear seed oil with supercritical CO₂ extraction process. The results showed that the yield of oil from snow pear was 23.9% at the optimal extraction conditions were pressure 35 MPa, temperature 35 °C, time 130 min and the flow rate 15 kg/h. There are 7 kinds of fatty acids in the oil with the analysis of GC-MS. Therefore supercritical CO₂ extraction is suitable for the extraction of oil from snow pear seeds with the advantages of the short time and high yield.

Keywords: Orthogonal test; extraction; oil from snow pear seeds

雪梨, 属于被子植物门双子叶植物纲蔷薇目蔷薇科苹果亚科梨属^[1]。落叶乔木或灌木, 果实形状圆形, 肉嫩白如雪, 故称雪梨^[2]。味甘性寒, 含苹果酸、柠檬酸、维生素 B₁、B₂、C、胡萝卜素等, 具生津润燥、清热化痰之功效, 特别适合秋天食用^[3]。《本草纲目》记载, 梨者, 利也, 其性下行流利。它药用能治风热、润肺、凉心、消痰、降火、解毒。现代医学研究证明, 雪梨确有润肺清燥、止咳化痰、养血生肌的作用, 对急性气管炎和上呼吸道感染的患者出现的咽喉干、痒、痛、音哑、痰稠、便秘、尿赤、祛痰均有良效^[4]。且又有降低血压和养阴清热的效果, 所以高血压、肝炎、肝硬化病人常吃梨有好处^[5]。雪梨除可供生食外, 还可被加工成饮料、酿酒、制梨膏、梨脯, 以及药用^[6]。在加工中产生大量雪梨籽, 雪梨籽中含有大量油脂, 为有效开发利用雪梨籽资源, 对雪梨籽中油脂进行提取非常有必要。

目前关于雪梨籽油的开发研究鲜有文献报道。本实验采用二氧化碳超临界流体萃取方法得到雪梨籽油, 并利用气相色谱-质谱联用技术对其脂肪酸组成进行了测定, 为开发天然雪梨籽油资源提供了理论依据。

1 材料与方法

1.1 试验仪器与材料

雪梨籽, 购自河南灵宝阿姆斯果汁有限公司, 使用前在烘箱中低温(50 °C)烘除大部分水分。二氧化碳, 河南源正科技发展有限公司生产, 纯度 99%。

HA420-40-200 型二氧化碳超临界萃取设备, 海安华安超临界设备有限公司; 7890A / 5975C 型气相色谱-质谱(GC-MS)联用仪, 美国安捷伦科技有限公司; WKF180 万能粉碎机, 青州市精诚医药装备制造有限公司。

1.2 试验方法

收稿日期: 2013-05-20

修回日期: 2013-05-29

基金项目: 2012 河南省科技攻关计划项目(122102110189)

作者简介: 李红平(1966-),男,硕士,副教授,从事数学建模的研究. E-mail:hbzyjsxy@163.com

1.2.1 二氧化碳超临界流体萃取 将雪梨籽粉碎,过 40 目筛,装入萃取釜中,通入 CO₂ 进行连续萃取,并按以下公式计算油的萃取率,研究萃取压力、萃取温度、萃取时间和 CO₂ 流量对油脂萃取的影响。

$$Y\%=(W_2/W_1)\times 100\%$$

Y%: 萃取率即提取得率(%); W₂: 超临界 CO₂ 流体萃取的雪梨籽油脂质量(g); W₁: 原料雪梨籽的质量(g)

1.2.2 脂肪酸组成 GC-MS 分析鉴定^[7] 甲酯化:精密称取雪梨籽油样 100 mg 置于 20 mL 具塞试管中,加入 10 mL 正己烷溶解,再加入 0.5 mL 氢氧化钠-甲醇溶液,摇匀,静置 30 min,使其分层,待澄清后,取上层液作 GC-MS 测定。

气相色谱条件:DB—WAX 色谱柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm);载气为氮气,柱流速 0.80 mL/min,恒定流动;进样方式为 260 °C 分流,流速为 32 mL/min。

质谱条件:电子轰击(EI)源,发射电流 200 μA;离子源温度 200 °C;电子能量 70 eV;GC/MS 接口温度 250 °C;检测器电压 350 V;升温方式:升温速率 3.0 °C/min,180 °C 升至 240 °C,至 240 °C 时维持 10 min。

结果采取与 NIST08 质谱图谱检索库检索比较鉴定,采用峰面积归一法进行定量。

2 结果与分析

2.1 雪梨籽油 CO₂ 超临界萃取单因素试验

2.1.1 萃取压力对雪梨籽油得率的影响 在萃取温度 30 °C、CO₂ 流量 14 kg/h 下采用不同压力萃取 120 min,萃取压力对雪梨籽油得率的影响结果见图 1。从图 1 可见,雪梨籽油的萃取得率随萃取压力的增加而增加,但当萃取压力达到 35 MPa 后,再增加压力,得率增加不明显,其趋势开始平缓。考虑到压力过大,对设备要求高,故选取 35 MPa 作为适宜的提取压力。

2.1.2 萃取温度对雪梨籽油得率的影响 在萃取压力 35 MPa、CO₂ 流量 14 kg/h 下采用不同的温度萃取 120 min,萃取温度对雪梨籽油得率的影响结果见图 2。

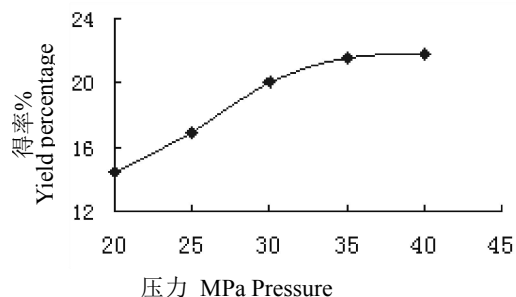


图 1 萃取压力对得率的影响

Fig.1 Effect of extraction pressure on yield

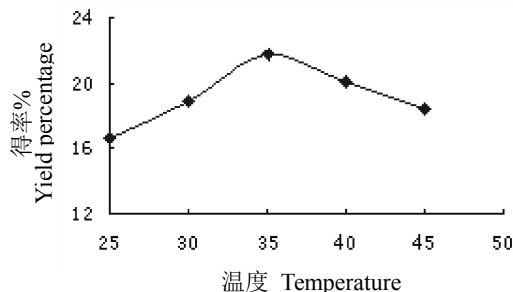


图 2 萃取温度对得率的影响

Fig.2 Effect of temperature on yield

从图 2 可见,当萃取温度 35 °C 以下时,萃取得率随着萃取温度升高而增大,但当温度高于 35 °C 后,随着温度升高,得率不再升高反而略有下降。萃取温度对提取效率的影响主要从 2 个方面起作用:一方面萃取温度越高,流体的密度越小,其对有机物的溶解能力越差;另一方面萃取温度越高则组分的挥发度越大,萃取温度越高则流体的传质速度越快。前者不利于提取,而后者则有利于提取。温度高于 35 °C 之后得率反而下降,这是由于升温引起萃取物扩散系数的增加不足以抵偿超临界 CO₂ 流体的溶解力下降,总的结果是导致萃取率下降。所以,萃取温度 35 °C 是比较理想的提取温度。

2.1.3 萃取时间对雪梨籽油得率的影响 在萃取压力 35 MPa、萃取温度 35 °C、CO₂ 流量 14 kg/h 下萃取不同时间,萃取时间对雪梨籽油得率的影响结果见图 3。

从图 3 可见,雪梨籽油萃取得率随着萃取时间的增加而增加,但当达到 120 min 后,得率增加缓慢,考虑到萃取时间与能耗及经济成本问题,提取时间选用 120 min。

2.1.4 CO₂ 流量对得率的影响 在萃取压力 35 MPa、萃取温度 35 °C、采用不同 CO₂ 流量萃取 120 min,CO₂ 流量对雪梨籽油得率的影响见图 4。

从图 4 可见,在 CO₂ 流量 14 kg/h 前,雪梨籽油萃取得率随 CO₂ 流量的增加而增加,但 CO₂ 流

量达到 14 kg/h 后, 随 CO₂ 流量的增加, 得率反而下降。因此, CO₂ 流量选用 14 kg/h 是比较理想的提取流量。

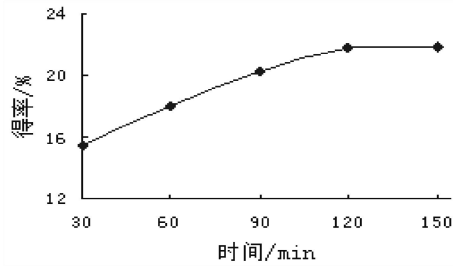


图 3 萃取时间对得率的影响
Fig.3 Effect of extraction time on yield

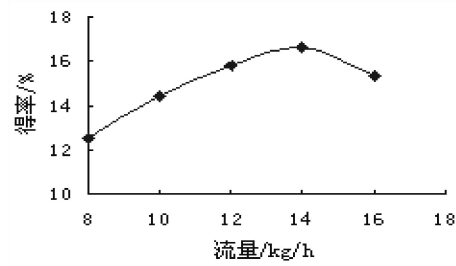


图 4 CO₂ 流量对得率的影响
Fig.4 Effect of CO₂ flow rate on yield

2.2 雪梨籽油 CO₂ 超临界萃取工艺条件优化

根据单因素试验结果, 对萃取压力、萃取温度、萃取时间和 CO₂ 流量进行四因素三水平正交试验 L₉ (3⁴), 因素水平表见表 1, 试验结果见表 2。

表 1 正交试验因素水平表
Table1 Factors and levels of orthogonal test

水平 Level	萃取压力 Extraction pressure (A) /MPa	萃取温度 Extraction temperature (B) /°C	萃取时间 Extraction time (C)/min	CO ₂ 流量 The flow rate of CO ₂ (D)/ kg/h
1	30	30	110	13
2	35	35	120	14
3	40	40	130	15

表 2 雪梨籽油正交试验结果和分析 L₉ (3⁴)
Table 2 The results and analysis of orthogonal test

水平 Level	萃取压力 Extraction pressure (B) /MPa	萃取温度 Extraction temperature (B) /°C	萃取时间 Extraction time (C)/min	CO ₂ 流量 The flow rate of CO ₂ (D)/ kg/h	提取得率 Yield percentage
1	1	1	1	1	16.0
2	1	2	2	2	16.3
3	1	3	3	3	16.6
4	2	2	3	1	23.4
5	2	3	1	2	19.8
6	2	1	2	3	22.3
7	3	3	2	1	20.9
8	3	1	3	2	20.2
9	3	2	1	3	21.6
指标之和	∑K ₁	∑K ₂	∑K ₃	∑K ₄	
	48.9	58.5	57.4	60.3	
	65.5	61.3	59.5	56.3	
	62.7	57.3	60.2	60.5	
平均值	k ₁	k ₂	k ₃	k ₄	
	16.3	19.5	19.1	20.1	
	21.8	20.4	19.8	18.8	
	20.9	19.1	20.1	20.2	
极差	R	1.3	1.0	1.4	

从表 2 可以看出, 比较极差 R 值的大小可看出, 因素主次顺序为 A>D>B>C, 即各因素对提取得率的影响顺序为萃取压力> CO₂ 流量>萃取温度>萃取时间。比较 k 值的大小可以看出, 优化萃取条件是 A₂B₂C₃D₃, 即萃取压力 35 MPa、萃取温度 35 °C、萃取时间 130 min、CO₂ 流量 15 kg/h。按照此工艺条件做放大实验, 雪梨籽油提取得率 23.9%。

2.3 雪梨籽油脂脂肪酸组成分析

雪梨籽油甲酯化处理后采用 GC-MS 测定, 经计算机化学工作站分析, 从油脂中检测到 7 种主要脂肪酸, 即亚油酸、亚麻酸、油酸、棕榈酸、硬脂酸、花生烯酸和十四烯酸, 经数据处理系统按峰面积归一法进行定量分析, 求得了各脂肪酸在油脂中相对百分含量。结果见表 3。

表3 雪梨籽油的脂肪酸组成
Table 3 Composition analysis of oil

脂肪酸组分 Fatty acid composition	亚油酸 Linoleic acid	亚麻酸 Linolenic acid	油酸 Oleic acid	棕榈酸 Palmitic acid	硬脂酸 Stearic acid	花生烯酸 Arachidonic acid	十四烯酸 Fourteen acid
相对含量/%	44.86	23.38	16.75	7.91	2.89	1.63	1.45

3 结论与讨论

(1) 从试验结果可以看出,采用超临界 CO₂ 萃取方法从雪梨籽中萃取油脂的最佳工艺条件为:萃取压力 35 MPa、萃取温度 35 °C、萃取时间 130 min、CO₂ 流量 15 kg/h。雪梨籽油得率可达 23.9%。其中,萃取压力对提取得率的影响较大,这是因为在超临界提取中,压力提高,CO₂ 密度增加,油脂溶解度提高,得率就会相应提高^[8]。

超临界 CO₂ 萃取法具有萃取时间短、操作温度低、有效成分不易破坏、提取收率高等优点^[9]。超临界提取雪梨籽油可避免破坏具有植物特征的有效成分,又可以提取较多的不饱和脂肪酸和热不稳定组分的成分,能更真实、全面地反映雪梨籽油脂肪酸的化学组分,这些成分的组成及含量对提高雪梨籽油的综合利用价值有重要的意义。

(2) 超临界 CO₂ 萃取的雪梨籽油中,不饱和脂肪酸含量高,以亚油酸、亚麻酸、油酸为主,尤其是亚油酸含量高,亚麻酸和油酸含量也较高。这些不饱和脂肪,易于人体消化吸收,对减少膳食脂肪和胆固醇摄入量有重要作用^[10]。亚麻酸、亚油酸是人体必须的脂肪酸,在合成磷脂,形成细胞中的膜结构时有很重要的意义^[11];可以改变血小板膜流动性,从而改变血小板对刺激的反应性及血小板表面受体的数目,有效防止血栓的形成^[12];对血脂代谢有温和的调节作用,能促进血浆低密度脂蛋白(LDL)向高密度脂蛋白(HDL)的转化,使低密度脂蛋白(LDL)降低,高密度脂蛋白(HDL)升高,从而达到降低血脂,防止动脉粥样硬化的目的^[13];可以扩张血管,增强血管弹性,起到降压作用^[14];可以直接减少致癌细胞生成数量,同时削弱血小板的凝集作用,抑制二烯前列腺素的生成,恢复及提高人体的免疫系统功能,有效地防止癌症形成以及抑制其转移^[15];也具有营养脑细胞,增强智力,调节植物神经、抑制过敏反应、抗炎、抑制衰老等作用^[16-19]。雪梨籽油中,各种脂肪酸组成比例合理,不仅可供食用,还具有较高的医疗、保健价值,具有更多潜在的开发和利用价值。

参考文献

- [1] 愈德浚,关克俭.中国蔷薇科植物分类之研究[J].植物分类学报,1963,6:203-236
- [2] 滕威.我国梨品种资源分布与梨果品现状[J].农牧产品开发,1996(12):37-38
- [3] 周连发,杨国林,刘爱恒,等.秋梨润肺含片祛痰镇咳作用[J].中成药,2010,32(5):859-862
- [4] 熊大胜,郭春秋,曾文虎,等.木梨幼叶提取物抑菌作用研究[J].中国野生植物资源,2003,22(2):37-38
- [5] 赵小亮,周忠波,白红进,等.杜梨果实热水提取物对H22小鼠的抗肿瘤作用[J].时珍国医国药,2007,18(12):2897-2898
- [6] 林伯年.世界及中国的梨生产与贸易[J].中国南方果树,2001,30(6):64-67
- [7] 阙斐,张星海,赵粼.香榧籽油的超临界萃取及其脂肪酸组成的比较分析研究[J].中国粮油学报,2013,28(2):33-36
- [8] 任健,郑喜群,杨勇,等.超临界 CO₂ 流体萃取技术提取南瓜籽油的研究[J].食品与机械,2006,22(6):34-36
- [9] 韩布兴.超临界流体科学与技术[M].北京:中国石化出版社,2005(1):219-243
- [10] Mougios V, Matsakas A, Petridou A, et al. Effect of supplementation with Conjugated linoleic acid on human serum lipids and body fat[J]. Journal of Nutritional Biochemistry, 2001, 12:585-594
- [11] 刘佩,沈生荣,阮晖,等.共轭亚油酸的生理学功能及健康意义[J].中国粮油学报,2009,24(6):61-65
- [12] Truitt A, Mcneill G, Vanderhoek J.Y. Antiplatelet Effects of Conjugated Linoleic-Acid Isomers[J]. Biochim Biophys. Acta-Mol. Cell Bio. Lipids. 1999, 1438(2):239-246
- [13] 刘运海,刘尊敬.PPARC 激活剂与动脉粥样硬化的防治[J].中国神经免疫学和神经病学杂志,2004,11(4):235-238
- [14] 张文斌,王枫.共轭亚油酸对脂肪代谢的影响及其作用机制[J].国外医学卫生学分册,2004,31(3):175-179
- [15] 乔冬,庞广昌,李杨.γ-亚麻酸对小鼠免疫系统的调节作用[J].食品科学,2011,32(21):247-252
- [16] Yotsumoto T, Hara E, Naka S, et al. 10trans, 12cis-Linoleic acid reduces apolipoprotein B secretion in Hep G2 cells[J]. Food Research International, 1999, 5(31):403-409
- [17] Houseknecht KL, Cole BM, Steele PJ. Peroxisome proliferator-activated receptor gamma (PPARγ) and its ligands: a review[J]. Domestic Animal Endocrinology, 2002, 22:1223
- [18] 姜显光,回瑞华,焦庆祝,等.功能性植物油中脂肪酸的分析[J].鞍山师范学院学报,2007,8(4):50-52
- [19] 王炜,张伟敏.单不饱和脂肪酸的功能特性[J].中国食物与营养,2005(4):44-46