

聂 犇, 贺义昌, 单承莺, 等. 亚临界萃取紫茉莉籽油工艺优化及成分分析[J]. 江苏农业科学, 2018, 46(24): 201–203.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2018.24.055

亚临界萃取紫茉莉籽油工艺优化及成分分析

聂 犇¹, 贺义昌², 单承莺¹, 马世宏¹

(1. 南京野生植物综合利用研究院, 江苏南京 210042; 2. 江西省林业科学院, 江西南昌 330013)

摘要:采用亚临界流体萃取技术,以丁烷为萃取溶剂,对紫茉莉籽油进行提取,并以紫茉莉籽油萃取率为评价指标,分别采用单因素和正交试验对亚临界萃取紫茉莉籽油的工艺条件进行优化,并对其理化性质和脂肪酸组成进行分析。结果表明,亚临界萃取紫茉莉籽油的最佳工艺条件为料液比为 1 g : 2.5 mL,萃取温度 45 ℃,萃取 4 次,每次萃取 65 min,得到紫茉莉籽油的萃取率可达到 95.56%。萃取得到的紫茉莉籽油理化测试结果表明,其碘值为 123.1 g/100 g,酸值为 1.78 mg KOH/g,皂化值为 182.76 mg KOH/g,相对密度为 0.917 7。利用气相色谱分析紫茉莉籽油的脂肪酸组成,共鉴定出 8 种主要脂肪酸,其中油酸、亚油酸、 α -亚麻酸的含量分别为 48.870%、10.818%、14.459%,不饱和脂肪酸含量达到 75.121%。

关键词:紫茉莉籽油;亚临界流体萃取;理化性质;脂肪酸组成

中图分类号:S685.160.1

文献标志码:A

文章编号:1002-1302(2018)24-0201-03

紫茉莉(*Mirabilis jalapa* L.)为紫茉莉科紫茉莉属多年生草本植物,我国大部分地区均有栽培,属于观赏性花卉植物,也是一种根、茎、叶、花、果均可入药的药用植物^[1]。紫茉莉籽呈卵圆形,表面黑色,质硬,产量高。紫茉莉籽由籽壳和籽仁 2 个部分组成,籽仁占全籽质量的 57.25%,脂肪含量为 11.74% (占全籽质量的 6.7%)^[2],具有祛斑、避孕、消炎等多种生物活性^[3],有着良好的开发应用前景。

目前,国内外对紫茉莉籽油的研究报道较少^[4],仅仅是采用常规的有机溶剂浸提法进行提取并对其脂肪酸组成进行分析,普通的浸提法存在很多不足,如浸提时间长、溶剂用量大、能耗高、易造成溶剂残留、环境污染等问题。亚临界流体萃取技术是近年来发展起来的一种新型提取分离技术,它的突出优点首先是“常温浸出、低温脱溶”,可以在不破坏油料中活性物质的情况下提取油脂,与超临界萃取相比,具有成本低、规模大等优点,被视为一种绿色环保、前景广阔的提油新技术^[5-7]。

本研究采用亚临界流体萃取技术对紫茉莉籽油进行提取,采用单因素及正交试验优化提取关键参数,确定最佳工艺条件,并对所提紫茉莉籽油的脂肪酸组成进行分析,以期对紫茉莉籽油的高值化开发利用提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 材料与试剂 紫茉莉籽由扬州十二粉黛生物科技有限公司提供;丁烷、无水乙醚、甲醇、正己烷、盐酸、氢氧化钠、氢氧化钾、硫代硫酸钠、冰乙酸、淀粉、碘化钾、一氯化碘、浓硫

酸、无水硫酸钠等均为分析纯。

1.1.2 仪器设备 CBE-2L 型亚临界流体萃取设备,购自河南省亚临界生物技术有限公司;GC-2010Plus 气相色谱仪、氢火焰离子检测器,购自日本岛津公司;LD-T100A 万能高速粉碎机,购自上海顶帅电器有限公司;R201D 旋转蒸发器,购自浙江杭州大卫科教仪器有限公司。

1.2 方法

1.2.1 紫茉莉籽油的萃取 紫茉莉籽脱壳后经冷冻干燥至籽仁中水分含量在 5% 左右,粉碎机粉碎,过 40 目筛,备用。称取一定量的紫茉莉籽粉于亚临界的萃取罐中,关闭进料器后,抽出萃取器中的大部分空气,加入丁烷为萃取溶剂。在设置的萃取条件下进行萃取,萃取液经蒸发系统蒸发掉溶剂后制得紫茉莉籽毛油,将毛油 2 000 r/min 离心 15 min。室温静置 1~4 h 后,得到紫茉莉籽油。

紫茉莉籽油萃取率 = 紫茉莉籽油质量 / 紫茉莉籽含油脂质量 × 100%。

1.2.2 紫茉莉籽油理化性质的测定 参照 GB/T 5532—2008《动植物油脂 碘值的测定》测定碘值;参照 GB 5009.229—2016《食品安全国家标准 食品中酸价的测定》测定酸值;参照 GB/T 5534—2008《动植物油脂 皂化值的测定》测定皂化值;参照 GB 5518—2008《粮油检验 粮食、油料相对密度的测定》测定相对密度。

1.2.3 紫茉莉籽油的脂肪酸组成分析 参照 GB 5009.168—2016《食品安全国家标准 食品中脂肪酸的测定》对紫茉莉籽油进行甲酯化。

色谱条件:色谱柱,PE-WAX 毛细管柱;进样口温度 270 ℃,检测器温度 280 ℃。程序升温:初始温度 130 ℃,持续 1 min,130~170 ℃升温速率 6.5 ℃/min,170~215 ℃升温速率 2.75 ℃/min,保持 215 ℃12 min,215~230 ℃升温速率 4 ℃/min,保持 230 ℃10 min,检测结束。载气为氮气,分流比为 50 : 1,进样体积为 1 μ L。

收稿日期:2017-08-14

基金项目:国家重点研发计划(编号:2017YFC0506005)。

作者简介:聂 犇(1982—),女,江西南昌人,博士,副研究员,主要从事植物资源开发与利用方面的研究。Tel:(025) 85289916; E-mail:nw1025@hotmail.com。

2 结果与分析

2.1 亚临界流体萃取紫茉莉籽油工艺单因素试验

2.1.1 料液比对紫茉莉籽萃取率的影响 在萃取温度 40 ℃、萃取时间 60 min、萃取次数 3 次的条件下,料液比分别控制为 1:1、1:2、1:3、1:4、1:5(g:mL),考察料液比对紫茉莉籽油萃取率的影响。由图 1 可知,当料液比从 1 g:2 mL 开始逐渐增加到 1 g:3 mL 时,萃取率达到 87.67%,再继续增加萃取溶剂用量,萃取率增加趋势明显减缓,到 1 g:5 mL 时萃取率也仅增加到 90.34%。综合考虑后续溶剂回收的问题,萃取溶剂使用过多,会增加溶剂使用成本及整体生产能耗,因此,选择 1 g:3 mL 为最佳料液比。

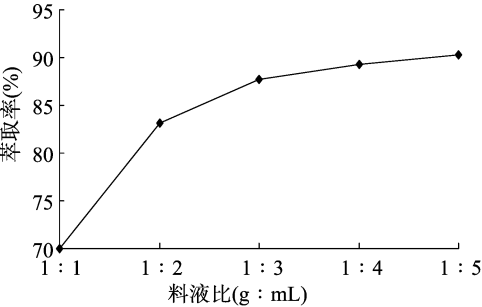


图1 料液比对紫茉莉籽油萃取率的影响

2.1.2 萃取温度对紫茉莉籽萃取率的影响 在料液比 1 g:3 mL、萃取时间 60 min、萃取次数 3 次的条件下,萃取温

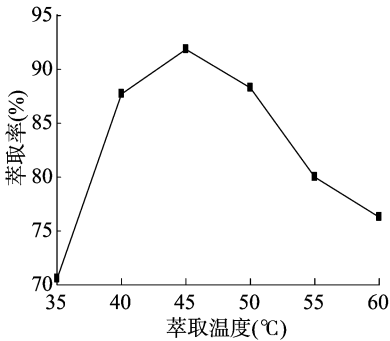


图2 萃取温度对紫茉莉籽油萃取率的影响

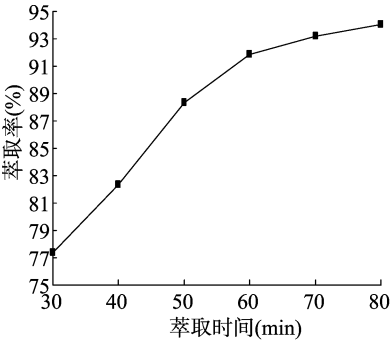


图3 萃取时间对紫茉莉籽油萃取率的影响

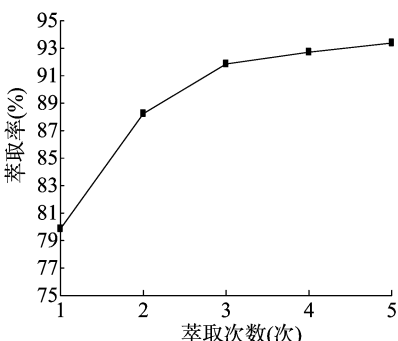


图4 萃取次数对紫茉莉籽油萃取率的影响

2.2 亚临界流体萃取紫茉莉籽油工艺正交试验

在单因素试验基础上,以料液比、萃取温度、萃取时间、萃取次数为自变量,以紫茉莉籽油萃取率为评价指标,通过 $L_9(3^4)$ 正交试验考察各因素对紫茉莉籽油萃取率的影响,通过分析确定最优萃取工艺。正交试验因素与水平见表 1,正交试验设计及结果见表 2。

表 1 正交试验因素与水平

水平	A:料液比 (g:mL)	B:萃取温度 (℃)	C:萃取时间 (min)	D:萃取次数 (次)
1	1:2.5	42	55	2
2	1:3.0	45	60	3
3	1:3.5	48	65	4

由表 2 可知,各因素对紫茉莉籽油萃取率影响的主次排序为 B>D>C>A,即萃取温度>萃取次数>萃取时间>料液比。最佳萃取工艺为 B₂D₃C₃A₁,即萃取温度为 45 ℃,萃取次数为 4 次,萃取时间为 65 min,料液比为 1 g:2.5 mL。

度分别控制为 35、40、45、50、55、60 ℃,考察萃取温度对紫茉莉籽油萃取率的影响。萃取温度可以加速溶剂和溶质分子的热运动,增加溶质的溶解度和扩散速率,从而提高萃取效率,但是萃取温度过高也会导致一些热敏性成分被分解破坏^[8]。由图 2 可知,随着萃取温度的升高,紫茉莉籽油的萃取率迅速上升,至萃取温度达到 45 ℃时,萃取率最高,为 91.89%,之后随着温度继续升高,萃取率出现逐渐下降趋势,同时也会增加生产能耗,因此综合考虑,选择 45 ℃为最佳萃取温度。

2.1.3 萃取时间对紫茉莉籽萃取率的影响 在料液比 1 g:3 mL、萃取温度 45 ℃、萃取次数 3 次的条件下,萃取时间分别控制为 30、40、50、60、70、80 min,考察萃取时间对紫茉莉籽油萃取率的影响。油脂在亚临界流体中达到溶解平缓需要一定的时间,但过长的萃取时间会增加能耗^[9]。由图 3 可知,萃取率随着萃取时间的延长不断提高,尤其在 30~60 min 增速非常明显,60 min 之后增速减缓,趋于平衡。因此,综合考虑选择 60 min 为最佳萃取时间。

2.1.4 萃取次数对紫茉莉籽萃取率的影响 在料液比 1 g:3 mL、萃取温度 45 ℃、萃取时间 60 min 的条件下,萃取次数分别控制为 1、2、3、4、5 次,考察萃取次数对紫茉莉籽油萃取率的影响。由图 4 可知,随着萃取次数的逐渐增加,紫茉莉籽油的萃取率也不断升高,在萃取次数达到 3 次后,继续增加萃取次数,萃取率的增加幅度趋于平缓,综合考虑萃取效率、生产成本等因素,选择 3 次为最佳萃取次数。

表 2 正交试验设计与结果

试验编号	A:料液比 (g:mL)	B:萃取温度 (℃)	C:萃取时间 (min)	D:萃取次数 (次)	萃取率 (%)
1	1:2.5	42	55	2	91.68
2	1:2.5	45	60	3	93.78
3	1:2.5	48	65	4	92.36
4	1:3.0	42	60	4	92.93
5	1:3.0	45	65	2	93.51
6	1:3.0	48	55	3	91.14
7	1:3.5	42	65	3	92.65
8	1:3.5	45	55	4	94.21
9	1:3.5	48	60	2	90.06
k_1	92.607	92.420	92.343	91.750	
k_2	92.527	93.833	92.257	92.523	
k_3	92.307	91.187	92.840	93.167	
R	0.300	2.646	0.583	1.417	

2.3 验证试验

按照正交试验得出的最佳萃取工艺进行验证性试验,即萃取温度为 45 ℃,萃取次数为 4 次,萃取时间为 65 min,料液比为 1 g : 2.5 mL,平行试验 3 次,得到紫茉莉籽油的平均萃取率达到 95.56%,说明该工艺稳定可行。

2.4 紫茉莉籽油理化指标分析

对亚临界萃取所得紫茉莉籽油进行理化性质分析,由表 3 可知,紫茉莉籽油色浅、澄清、无异味、酸值低,品质较高,有利于进一步的精制。

2.5 紫茉莉籽油脂肪酸组成分析

亚临界流体萃取所得紫茉莉籽油脂肪酸组成分析见图 5、表 4。紫茉莉籽油中主要的脂肪酸为表 4 中所述的 8 种,主要脂肪酸总和达到 92.825%,尤其不饱和脂肪酸含量较

表 3 亚临界萃取紫茉莉籽油理化指标

理化指标	测定值
碘值	123.1 g/100 g
酸值	1.78 mg KOH/g
皂化值	182.76 mg KOH/g
相对密度	0.917 7
色泽	浅黄棕色
气味	清淡无异味

高,达到 75.121%。其中 α -亚麻酸可以增加毛细血管弹性,提高通透率;亚油酸可以延缓衰老,号称“美肌酸”,是一种公认的人体必需脂肪酸,能降低血液胆固醇,预防动脉粥样硬化,因此紫茉莉籽油可作为高档保健用油及美容护肤功能原料使用,具有很好的应用开发价值。

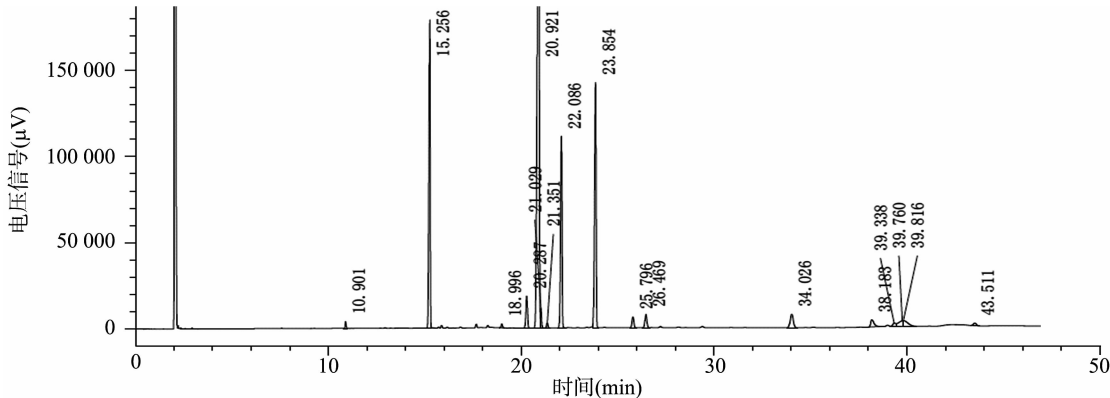


图 5 紫茉莉籽油甲酯化后的气相色谱

表 4 紫茉莉籽油的脂肪酸主要组成

保留时间 (min)	脂肪酸组成	相对含量 (%)
10.901	十四酸	0.247
15.256	棕榈酸	15.136
20.287	硬脂酸	2.007
20.921	油酸	48.870
22.086	亚油酸	10.818
23.854	α -亚麻酸	14.459
26.469	顺-二十碳二烯酸	0.974
43.511	二十四碳酸	0.314

3 结论

本研究采用单因素试验和正交试验确定了亚临界丁烷萃取紫茉莉籽油的最佳工艺条件:料液比为 1 g : 2.5 mL,萃取温度 45 ℃,萃取 4 次,每次萃取 65 min,得到紫茉莉籽油的萃取率可达 95.56%。

本研究采用气相色谱法对亚临界萃取所得紫茉莉籽油进行脂肪酸组成分析,得到 8 种主要脂肪酸成分,且不饱和脂肪酸含量较高,达到 75.121%,该结果与李丕高等研究的结果^[4]略有不同,分析原因可能一方面是提取纯化方法不同造成,李丕高等测定脂肪酸组成的紫茉莉籽油是水蒸气蒸馏后

再经过碱炼初步精炼过的^[4],而本研究直接采用亚临界萃取后的毛油进行色谱分析;另一方面也可能是紫茉莉籽来源不同,产地、品种等各种差异都会影响分析结果。

参考文献:

[1] 危 英,杨小生,郝小江,等. 紫茉莉根的化学成分[J]. 中国中药杂志,2003,28(12):1151-1152.
[2] 李西安,李丕高,曹庆生,等. 陕北紫茉莉种子的化学成分研究[J]. 延安大学学报(自然科学版),2003,22(2):42-43.
[3] 罗艺萍,尚宇楠,李 秀,等. 紫茉莉属植物的化学成分和药理作用研究[J]. 思茅师范高等专科学校学报,2011,27(6):1-3.
[4] 李丕高,李西安,曹庆生. 紫茉莉籽油的提取及其脂肪酸组成分析[J]. 中国油脂,2007,32(6):35-37.
[5] 邢要非,王延琴,方 丹,等. 亚临界丁烷萃取棉籽油工艺及产物品质研究[J]. 中国油脂,2014,39(9):5-9.
[6] 杨中民,赵 旭,赵 楠. 亚临界萃取众香子油的工艺研究[J]. 食品工业科技,2016,37(24):294-296.
[7] 杨 倩,祁 鲲,王金顺,等. 亚临界萃取牡丹籽油的工艺研究[J]. 中国油脂,2016,41(5):15-18.
[8] 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.
[9] 管晓盛,车 科,肖苏尧,等. 亚临界萃取茶籽油的工艺研究[J]. 现代食品科技,2012,28(1):56-61.