

均匀设计优选超临界 CO₂ 萃取猕猴桃籽中 - 亚麻酸

马立志 (贵阳学院生物与环境工程系, 贵州贵阳 550005)

摘要 利用超临界 CO₂ 流体萃取技术(SFE CO₂) 萃取猕猴桃籽中的 - 亚麻酸, 确定其最佳工艺条件为: 萃取压力 32 MPa、萃取温度 38 ℃, 萃取时间 90 min, 分离釜温度 45 ℃, 分离压力 7~8 MPa, 分离釜温度 40 ℃, 分离压力 5~6 MPa、CO₂ 流量 1.2~1.8 m³/h; 在最佳萃取工艺条件下, 猕猴桃籽中 - 亚麻酸的平均萃取率为 20.91%, 猕猴桃籽混合脂肪酸中 - 亚麻酸的含量高达 60.91%。

关键词 均匀设计; 超临界 CO₂; 猕猴桃; - 亚麻酸;

中图分类号 S663.4 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2009)09-04265-01

Extraction of γ -linolenic Acid from Kiwifruit Seeds with Optimal Supercritical CO₂ Method through Uniform Design

MA Li-zhi (Biological and Environmental College of Guiyang University, Guiyang, Guizhou 550005)

Abstract Extracted γ -linolenic acid from kiwifruit seeds with supercritical CO₂ fluid extraction (SFE CO₂). The optimal process conditions were determined, that was extracting pressure of 32 MPa, extracting temperature of 38 ℃, extracting time of 90 min, temperature of separation pot of 45 ℃ with separation pressure of 7-8 MPa and temperature of separation pot II of 40 ℃ with separation pressure of 5-6 MPa, CO₂ flow rate of 1.2-1.8 m³/h. Under the optimal process conditions, the average extraction rate of γ -linolenic acid from kiwifruit seeds was 20.91%, and the amount of γ -linolenic acid in mixed fatty acid from kiwifruit seeds reached 60.91%.

Key words Uniform design; Supercritical CO₂; Kiwifruit; γ -linolenic acid

随着猕猴桃产业的发展壮大, 以生产果汁、果酱、果脯、果酒及保健品等为主体的猕猴桃深加工企业不断增加。猕猴桃原浆的消耗量也越来越大, 但多数加工企业对猕猴桃籽未进行加工利用, 而将其作为废渣抛弃, 造成了资源的极大浪费。猕猴桃籽中不仅含有大量人体必需的不饱和脂肪酸, 还含有少量人体所需的保健成分, 其中最具有利用价值的 - 亚麻酸占不饱和脂肪酸的 57.7%~61.4%^[1]。而 - 亚麻酸具有降血脂, 降血压, 抑制血栓形成, 预防心肌梗塞和脑梗塞, 保护视力及增强智力等作用, 是一种难得的食品、药品原料。笔者用 SFE CO₂ 萃取法从猕猴桃籽中萃取 - 亚麻酸, 并对萃取工艺进行了研究, 找出了最佳萃取工艺条件, 萃取的 - 亚麻酸质量好, 萃取率高, 大大提高了猕猴桃的综合利用价值。

1 材料与方

1.1 材料

1.1.1 供试原料。猕猴桃籽(品种为海沃德)由贵州省江口县猕猴桃种植基地提供。50~55 ℃ 干燥 72 h, 粉碎, 过 40 目筛备用。

1.1.2 仪器与试剂。仪器: HA120-40-0.5 超临界萃取装置(南通华安超临界萃取有限公司); GC-16A 气相色谱仪(日本津岛公司, FID 检测器); HHS₂ 电子数显恒温水浴锅(金坛市正基仪器有限公司)。试剂: 硬脂酸甲酯、亚麻酸甲酯等标准品购自 Sigma 公司; 其余试剂均为分析纯; CO₂(食品级, 99.9%, 贵阳申建气体公司)。

1.2 方法

1.2.1 样品预处理。取 0.2 g 油脂加入皂化液(0.5 ml/L KOH 甲醇 2 ml, 混匀。60 ℃ 水浴皂化至油珠消失, 冷却后加入甲酯化液 14% 三氟化硼-甲醇 2 ml, 于 60 ℃ 水浴中酯交换 30 min, 冷却后加入正己烷 1 ml, 饱和氯化钠 1 ml, 离心后取上清液^[2], 备用。

1.2.2 气相色谱条件。色谱柱: DEGS 弹性石英毛细管柱(20 m × 0.32 mm × 0.32 μm); 载气: N₂(99.999%); 柱前压: 1.0

kg/cm²; 进样口温度: 240 ℃; 检测器温度: 240 ℃; 柱温: 140 ℃, 维持 1 min, 以 6 ℃/min 升至 210 ℃, 维持 7 min。根据标准的相对保留时间确定样品组分, 用峰面积归一法计算各组分含量。

1.2.3 均匀试验设计。以 - 亚麻酸的萃取率为指标, 设置萃取压力、萃取温度、萃取时间 3 个因素, 每因素 7 个水平, 按均匀设计 U₇^(7⁴)^[3] 安排萃取试验(表 1), 其中分离釜温度 45 ℃, 分离压力 7~8 MPa, 分离釜温度 40 ℃, 分离压力 5~6 MPa, CO₂ 流量 1.2~1.8 m³/h, 萃取一定时间后收集分离釜、中的萃取液。

表 1 SFE CO₂ 萃取猕猴桃籽的因素、水平

Table 1 Factors and levels of SFE CO₂ extraction from kiwifruit seeds

水平 Level	萃取压力(X ₁) Extraction pressure MPa	萃取温度(X ₂) Extraction temperature	萃取时间(X ₃) Extraction time min
1	14	26	90
2	17	28	110
3	20	30	130
4	23	32	150
5	26	34	170
6	29	36	190
7	32	38	210

2 结果与分析

2.1 均匀试验结果 不同萃取条件下 - 亚麻酸的萃取率见表 2。

用 DPS7.55 对试验数据进行二次多项式逐步回归分析, 得到如下模型方程:

$$Y = 11.051901 + 0.329756 X_1 - 0.028932 X_3 - 0.002118 X_1^2 - 0.000035 X_3^2 + 0.001297 X_2 X_3$$

模型的复相关系数 $R = 0.9992$, $F = 129.378 > F_{0.01(3,3)} = 29.46$, 方程极显著。 - 亚麻酸理论最大优化萃取率为 22.14%。说明用该模型预测萃取工艺参数对猕猴桃籽中 - 亚麻酸萃取率的影响是可行的。由方程得到的最优萃取工艺条件为: 萃取压力 32 MPa, 萃取温度 38 ℃, 萃取时间 210

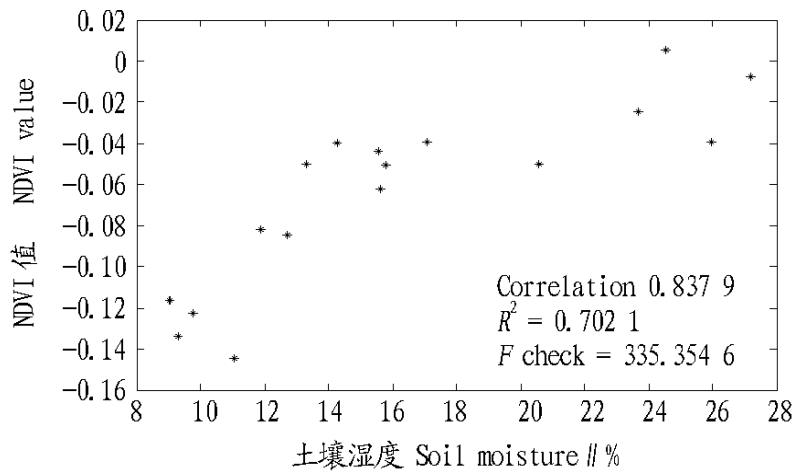


图5 使用FONDM公式的NDVI与土壤湿度关系

Fig.5 The correlation between soil moisture and NDM by using FONDM formula

了重要的作用。卫星遥感技术已经基本成熟,但是成本偏高,周期太长。无人控制机绘制土壤湿度分布图是将来农业机械化的一个趋势。笔者充分模拟了无人控制机的遥感原理,建立了一个通过可见光与近红外光图像预测土壤湿度的模型,为将来能够通过无人控制机,预测局部区域的土壤湿度提供了理论。并且在试验的过程中,证明提出的分数阶的归一化植被覆盖公式,能提高土壤湿度与归一化植被覆盖系数的相关度,进一步确保了将来预测土壤湿度的准确性。

(上接第4265页)

表2 均匀设计试验结果

Table 2 The results of uniform design test

试验号 Test No.	萃取压力 (X ₁) Extraction pressure MPa	萃取温度 (X ₂) Extraction temperature	萃取时间 (X ₃) Extraction time min	- 亚麻酸 萃取率 % Extraction rate of linoleic acid	拟合值 Fitting value %	拟合误差 Fitting error
1	20	34	210	17.86	18.43	0.0267
2	29	28	190	18.94	18.96	0.0267
3	14	38	170	17.67	17.69	0.0267
4	23	32	150	18.61	18.61	3.4100E-13
5	32	26	130	19.49	19.46	0.0267
6	17	36	110	17.60	17.57	0.0267
7	26	30	90	18.78	18.81	0.0267

min, 分离釜I 温度45℃, 分离压力7~8 MPa, 分离釜II 温度40℃, 分离压力5~6 MPa, CO₂ 流量1.2~1.8 m³/h。

2.2 验证试验 取150 g 粉碎过筛的猕猴桃粉末制备3批样品,按优化后的条件进行萃取,平均萃取率为20.91% (RSD=5.967%),萃取液中-亚麻酸含量达60.91% (RSD=3.07%),与回归模型预测值较接近。

2.3 猕猴桃籽中混合脂肪酸相对含量测定 由表3可知,猕猴桃籽中-亚麻酸含量高达60.91%,是猕猴桃籽油的主要成分。

3 结论与讨论

(1) 通过均匀试验,找出了萃取猕猴桃籽中-亚麻酸的

参考文献

- [1] KALITA A L, TIAN L F, HRSCH M C. Relationship between soil moisture content and soil surface reflectance[J]. Transactions of the American Society of Agriculture Engineers, 2005, 48(5): 1979-1986.
- [2] CARROLL T R. Airborne soil moisture measurement using natural terrestrial gamma radiation[J]. Soil Science, 1981, 148(6): 436-447.
- [3] LOBEL D B, ASNER G P. Moisture effects on soil reflectance[J]. Soil Sci Soc Am J, 2002, 66: 722-727.
- [4] EILLENNE MULLER, HENRI DECAMPS. Modeling soil moisture-reflectance[J]. Remote Sensing of Environment, 2000, 76: 173-180.
- [5] LIU W D, BARET F, GU X F, et al. Evaluation of methods for soil surface moisture estimation from reflectance data[J]. International Journal of Remote Sensing, 2003, 24: 2069-2083.
- [6] PRICE J C. On the use of satellite data to infer surface fluxes at meteorological scales[J]. J Applied Metro, 1982, 21(8): 1111-1122.
- [7] JACKSON T J, LEVINE D M, SWIFT C T, et al. Large area mapping of soil moisture using the ESTAR passive microwave radiometer in Washita '92[J]. Remote Sensing Environment, 1995, 53: 27-37.
- [8] JACKSON T J, LEVINE D M, HSUN A Y, et al. Soil moisture mapping at a regional scales using microwave radiometry: the south great plains hydrology experiment[J]. IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing, 1999, 37: 213-2150.
- [9] VARSHNEY P K, ARORA M K. Advanced image processing techniques for remotely sensed hyperspectral data[M]. New York: Springer Berlin Heidelberg, 2004: 53-54.
- [10] ZHENG L H, LI M Z, SUN J Y, et al. Estimation of soil moisture with aerial images and hyperspectral data[J]. IEEE International Geoscience and Remote Sensing Symposium, 2005, 6: 4516-4519.
- [11] ZHANG Z M, QIN Q M, GILLAN ABDUWASIT, et al. NIR red spectral space based new method for soil moisture monitoring[J]. Science in China, Series D, Earth Science, 2007, 50: 283-289.

表3 猕猴桃籽中混合脂肪酸相对含量

Table 3 The relative content of mixed fatty acid in kiwifruit seeds

组成成分 Component	不饱和脂肪酸相对含量 % Relative content of mixed fatty acid
软脂酸 Palmitic acid	5.50
硬脂酸 Stearic acid	2.60
油酸 Oleic acid	14.70
亚油酸 Linoleic acid	12.70
- 亚麻酸 -linoleic acid	60.91

最佳工艺条件,在最佳萃取工艺条件下-亚麻酸的平均萃取率为20.91%,猕猴桃籽混合脂肪酸中-亚麻酸含量高达60.91%。

(2) 利用SFE CO₂ 萃取的猕猴桃籽中的-亚麻酸呈乳黄色,清香味较浓,无异味,较好地保持了提取物的生物活性。

(3) 利用SFE CO₂ 萃取技术对猕猴桃籽进行深度加工,不仅有利于环保和人体健康,对企业综合开发猕猴桃资源,提高猕猴桃产品的档次和附加值,增强企业产品的竞争力及猕猴桃产业的发展均具有积极的作用。

参考文献

- [1] 姚茂君, 李嘉兴, 张永康. 猕猴桃籽油理化特性及脂肪酸组成[J]. 无锡轻工大学学报, 2002, 21(3): 307-309.
- [2] 马立志, 王瑞. 猕猴桃籽中-亚麻酸提取工艺研究[J]. 贵州农业科学, 2008, 36(3): 129-131.
- [3] 方开泰. 均匀设计与均匀设计表[M]. 北京: 科学出版社, 1994: 69.