

不同方法对西藏林芝野生核桃油的提取及脂肪酸成分分析

熊 伟¹, 郑 岚², 刘 涛¹, 郑玉辉²

(1. 西藏农牧学院 公共教学部, 西藏 林芝 860000; 2. 西北大学 化工学院, 陕西 西安 710069)

摘 要: 分别采用超临界流体萃取法、索氏抽提法、超声波提取法从西藏林芝地区野生核桃中提取核桃油, 并采用气相色谱-质谱法分析了核桃油的脂肪酸组成。结果表明, 3 种提取方法核桃油得率均在 57% 以上, 核桃油主要脂肪酸含量为亚油酸 62.54%、油酸 18.93%、亚麻酸 7.27%、棕榈酸 5.36%、花生四烯酸 4.11%、硬脂酸 1.78%。其不饱和脂肪酸含量较高, 尤其是亚油酸含量最高, 对人体的健康非常有利。

关键词: 西藏林芝; 野生核桃油; 脂肪酸; 提取; 成分分析

中图分类号: TS 225; TQ 646.4

文献标志码: A

文章编号: 1008-1011(2011)01-0074-03

Extraction of wild walnut oil in Linzhi area of Tibet and analysis of its fatty acid components

XIONG Wei¹, ZHENG Lan², LIU Tao¹, ZHENG Yuhui²

(1. Department of Public Education, Tibet Agriculture and Animal Husbandry College, Linzhi 860000, Tibet, China;

2. College of Chemical Engineering, Northwest University, Xi'an 710069, Shaanxi, China)

Abstract: Supercritical fluid extraction, Soxhlet extraction, and ultrasonic extraction methods were employed to extract oil from wild walnut in Linzhi area of Tibet. The composition of the fatty acids of the extracted wild walnut oil was determined by means of gas chromatography-mass spectrometry. Results show that all the three methods can be used to extract oil from the wild walnut at a rate of over 57%; and the contents of main fatty acids in the walnut oil are linoleic acid 62.54%, oleic acid 18.93%, linolenic acid 7.27%, cetytic acid 5.36%, arachidonic acid 4.11%, and stearic acid 1.78%. This indicates that the wild walnut oil has a high content of unsaturated fatty acids, in particular, linoleic acid, which is very beneficial to human health.

Keywords: Linzhi area of Tibet; wild walnut oil; fatty acid; extraction; composition analysis

核桃又名胡桃、羌桃、万岁子, 系胡桃科核桃属植物, 是我国北方地区重要的经济林树种之一。核桃仁脂肪酸含量在 50%~70%, 居所有木本油料之首, 有树上油库之美称。在我国, 核桃被当作保健食品食用已有悠久的历史。《本草纲目》记载核桃具有“补气养血, 润燥化痰, 温肺润肠, 治虚寒喘嗽”之功效。

地处西藏东南的林芝地区由于其独特的气候与地理环境, 不但盛产核桃, 而且其果实大、皮薄、肉厚、含油量高、出仁率高(正常出仁率达 45%~48%), 可以说是核桃中的极品。核桃中含有丰富的油酸、亚油酸、亚麻酸、维生素和黄酮类化合物。近年来, 随着西藏自治区政府大力发展经济的政策引导, 广大农牧民加大了核桃的种植面积, 使得西藏核桃再利用的价值更高。作者通过采取不同的提取方法对西藏林芝野生核桃油进行了提取, 并对核桃油中的脂肪酸成分进行了分析。

收稿日期: 2010-09-04.

作者简介: 熊伟(1965-), 男, 教授, 主要从事化学方面的教学与科研工作。E-mail: xzw398@126.com.

© 1994-2011 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. <http://www.cnki.net>

1 实验部分

1.1 实验材料与仪器

野生核桃, 西藏林芝地区产; CO₂(纯度为 99.19%, 陕西兴平化工股份有限公司); 乙醚、石油醚(30~60 °C), 苯、无水乙醇、氢氧化钾、正己烷均为分析纯; 无水甲醇, 色谱纯。

HA120-50-01 型超临界流体萃取设备(江苏南通华安超临界萃取有限公司, 1 个萃取釜, 2 个分离釜); 岛津 QP2010 GC-MS 仪。气相色谱条件: Phenyl Methyl Siloxane (30.0 m × 320 μm × 0.25 μm) 色谱柱; 进样口温度 270 °C; 柱温 100 °C, 以 10 °C/min 升到 170 °C, 保持 1 min 后以 3 °C/min 升到 250 °C, 保持 4 min; 载气氦气; 流速为恒流模式 2.4 mL/min, 分流进样分流比为 50:1, 进样量为 1 μL。质谱条件: EI 源, 离子源温度 200 °C, 接口温度 250 °C; 溶剂切除时间 1.5 min, 检测器电压 1.14 kV。检索谱库: NIST05。

1.2 核桃油的提取

将去壳后的核桃仁放入电热鼓风干燥箱, 40 °C 烘 6 h, 控制含水率在 5% 以下, 干燥后放入干燥器中。

超临界流体萃取^[1-2]: 将预处理后的核桃仁放入粉碎机粉碎, 准确称取 300.00 g 放入萃取釜, 在萃取压力 30 MPa、萃取温度 50 °C, 分离釜 I 的压力为 6 MPa、温度 40 °C, 分离釜 II 的压力为 4 MPa、温度 45 °C, CO₂ 流量是 30 L/h 的条件下, 萃取 3.5 h, 得萃取油样。

索氏提取^[3-4]: 准确称取经粉碎机粉碎后的核桃仁 10.00 g, 用滤纸包好, 放入索氏提取器中, 用乙醚作溶剂, 抽提 8~9 h, 回收溶剂后, 得索氏抽提油样。

超声波提取: 准确称取经粉碎机粉碎后的核桃仁 100.00 g, 分别倒入 2 个 500 mL 具塞三角瓶中, 再加入适量正己烷, 使之浸过样品, 浸泡 2 h, 再继续用超声波超声提取 30 min, 过滤后, 旋转蒸发除去溶剂, 得超声波提取油样。

核桃油得率按下式计算。

$$\text{核桃油得率} = \frac{\text{提油前核桃仁质量} - \text{提油后残渣质量}}{\text{提油前核桃仁质量}} \times 100\%$$

1.3 分析方法

1.3.1 常规指标分析^[5]

相对密度参照 GB/T 5526-1985, 折光指数参照 GB/T 5527-1985, 酸值参照 GB/T 5530-2005, 过氧化值参照 GB/T 5538-2005, 碘值参照 GB/T 5532-1995, 皂化值参照 GB/T 5534-1995。

1.3.2 脂肪酸组成分析^[6-8]

取核桃油 100 mg 左右(约 5~6 滴) 加入 10 mL 容量瓶中, 加入 2 mL 体积比为 1:1 的石油醚和苯的混合溶剂, 轻轻振摇 2 min, 使油样溶解。再加入 2 mL 0.4 mol/L 氢氧化钾甲醇溶液, 在室温下静置 5~10 min, 加蒸馏水定容。旋转容量瓶, 使全部石油醚-苯-甲醇溶液悬浮至容量瓶颈上部。再在上清液中加入几滴无水乙醇使上清液迅速澄清。取上清液进行气相色谱分析。

2 结果与讨论

2.1 3 种提取方法的比较

超临界萃取、超声波提取和索氏提取的得油率分别为 59.60%、60.08% 和 57.09%。

超临界萃取油在色、香、味等感官品质方面优于其他两种油。超临界萃取油呈金黄色、清澈透明, 有核桃油的清香味, 符合人们对植物油口感的要求, 而且不存在有机溶剂残留问题, 该法有利于油脂中有效成分的保留, 适合萃取优质核桃油, 是提取核桃油的首选技术, 但该法的提取成本较高。

超声波提取法的得率相对较高, 这可能是由于超声波的强烈振动及搅拌使溶剂浸入到细胞内部, 使浸提较为完全所致。

索氏提取法方法简单, 操作简便, 提取的核桃油色泽透明, 但该方法提取时间较长, 且会存在一定的溶剂残留, 使提取的油品质受到一定的影响。

2.2 3 种方法提取的核桃油理化指标

表 1 为 3 种方法提取的核桃油理化指标, 由表 1 可以看出, 3 种方法提取的核桃油相对密度、折光指数

差异不大,但酸值、过氧化值等指标有一定差异.这可能与提取过程中有无加热、加热温度的高低及提取时间的长短有关.

表 1 3 种方法提取的核桃油理化指标

Table 1 Physical and chemical indicators of walnut oil with the three methods

指标	索氏抽提法	超声波提取法	超临界 CO ₂ 萃取法
密度(g/ cm ³ , 20 ℃)	0.910	0.912	0.913
折光指数(20 ℃)	1.463	1.466	1.470
酸值(KOH)/(mg/ g)	0.47	0.32	0.29
过氧化值/ (mmol/ kg)	4.20	1.62	1.48
碘值/ (g/ 100 g)	152.9	145.6	163.1
皂化值(KOH)/(mg/ g)	182.2	184.3	185.2

2.3 核桃油脂肪酸组成

3 种方法提取的核桃油脂肪酸组成及含量测定结果见表 2. 由表 2 可知,核桃油中主要含有 6 种脂肪酸,其中亚油酸含量最高,平均值为 62.61%,其他依次为油酸 19.38%、亚麻酸 7.44%、棕榈酸 5.45%、花生四烯酸 4.11%、硬脂酸 1.78%. 3 种不同的提取方法对核桃油的脂肪酸组成及含量基本无影响.

表 2 核桃油中脂肪酸组成及含量

Table 2 Fatty acid composition and content of walnut oil

脂肪酸	索氏抽提法	超声波提取法	超临界流体萃取法
亚油酸	62.28	62.64	62.71
油酸	19.18	18.59	19.03
亚麻酸	7.31	7.42	7.09
棕榈酸	5.40	5.35	5.34
硬脂酸	1.76	1.79	1.78
花生四烯酸	4.07	4.21	4.05

3 结论

- 1) 3 种方法提取的核桃油得率有一定差异,超临界流体萃取法和超声波提取法较索氏抽提法得率稍高.但 3 种提取方法的得率均较高,都在 57% 以上.
- 2) 3 种不同的提取方法对核桃油的理化性质有一定影响,但对脂肪酸组成及含量影响不大.
- 3) 核桃油品质好,呈淡黄色并无异味,油香纯正,不饱和脂肪酸含量占总脂肪酸的 90% 以上.

参考文献:

- [1] 刘涛,熊伟.野生核桃油的超临界萃取及其脂肪酸成分分析[J].林业科技开发,2008,22(1):96-98.
- [2] 刘慎,邓煜.提取方法对核桃油提取效果及品质的影响[J].食品研究与开发,2007,28(6):49-52.
- [3] 麻成金,吴竹青.超临界 CO₂ 和微波萃取核桃油的比较研究[J].中国油脂,2006,31(6):72-75.
- [4] 岳琳,赵婷.新疆和田地区薄皮核桃油脂肪酸成分分析[J].中国油脂,2009,34(8):75-77.
- [5] 柳仁民,张昆.核桃油的超临界 CO₂ 流体萃取及 GC/MS 分析[J].中国油脂,2003,28(7):51-53.
- [6] 绍荣,钱仁渊.超临界 CO₂ 萃取技术在油脂和脂肪酸分离中的应用[J].中国油脂,2001,26(5):9-12.
- [7] 王子沁,李桂华.河南省核桃仁及核桃油组成成分分析的研究[J].粮油加工,2009,8:47-50.
- [8] 宁正祥.食品成分分析手册[M].北京:化学工业出版社,2000:134-136.