

超临界 CO₂ 萃取西番莲籽油及其成分分析

欧阳建文¹, 熊兴耀^{1*}, 王辉宪², 王仁才¹, 刘东波¹, 阳国平³, 袁洪³

(¹湖南农业大学园艺园林学院, 长沙 410128; ²湖南农业大学理学院, 长沙 410128; ³中南大学湘雅三医院, 长沙 410013)

摘要: 采用正交试验方法研究了超临界 CO₂ 萃取西番莲 (*Passiflora edulis Sims*) 籽油的技术体系, 并用气相色谱—质谱联用仪对西番莲籽油的化学成分进行了分析。结果表明, 超临界 CO₂ 萃取西番莲籽油的最佳工艺条件为: 萃取压力 30 MPa, 萃取温度 45 °C, 分离温度 40 °C, 萃取时间 70 min, 在此条件下油脂萃取率为 28.4%。GC-MS 分析的结果显示, 西番莲籽油的主要成分是脂肪酸和不饱和烃类。饱和脂肪酸以棕榈酸为主, 不饱和脂肪酸主要是亚油酸和亚油酸乙酯, 占脂肪酸总量的 75.8%; 不饱和烃类主要是角鲨烯, 含量为 17.4%。

关键词: 西番莲; 超临界 CO₂ 萃取; 籽油; 化学成分

中图分类号: S 667; S 687.3 文献标识码: A 文章编号: 0513-353X (2007) 01-0239-03

Oil Extract from Passionflower Seed by Supercritical CO₂ and Its Composition Analysis

OUYANG Jian-wen¹, XIONG Xing-yao^{1*}, WANG Hui-xian², WANG Ren-cai¹, LU Dong-bo¹, YANG Guo-ping³, and YUAN Hong³

(¹Horticulture and Landscape College, Hunan Agricultural University, Changsha 410128, China; ²College of Science, Hunan Agricultural University, Changsha 410128, China; ³The Third Xiangya Hospital, Centre South University, Changsha 410013, China)

Abstract: The technical system of oil extracting from passionflower (*Passiflora edulis Sims*) seed using supercritical CO₂ extracting equipment was studied. The optimal seed oil extractive process was as follows: the extraction pressure was 30 MPa, the extraction temperature was 45 °C, the separation temperature was 40 °C and the extraction time was 70 min. Under these conditions, the extraction yield was 28.4%. Twelve compositions of the oil was identified by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). The main composition was fatty acid and unsaturated hydrocarbon. There was 75.8% of unsaturated fatty acids in total fatty acid and 17.4% of squalene in unsaturated hydrocarbon.

Key words: Passionflower; *Passiflora edulis Sims*; Supercritical CO₂ extraction; Seed oil; Chemical composition

西番莲 (*Passiflora edulis Sims*) 又名百香果, 多年生常绿攀缘性藤本植物, 原产于南美洲的巴西等地, 现已广泛种植于世界热带至温带地区 (赵苹等, 1999), 我国南方已经大面积引种栽培。西番莲果实可鲜食或加工制成果汁饮料。西番莲种籽占果实鲜质量的 8% ~ 14%, 在加工果汁时一般被作为废物弃之。其实, 西番莲种籽具有很高的研究与开发价值 (含油量达 22% ~ 27.7%), 从中提取的籽油富含亚油酸、亚麻酸等不饱和脂肪酸以及多种功能成分。提取西番莲种籽油的常用方法有压榨法、有机溶剂提取法和微波提取法等, 但这些方法都不同程度地存在一些问题, 如产品的质量较

收稿日期: 2006-08-10; 修回日期: 2006-10-08

基金项目: 湖南省科学技术厅资助项目 (05SK3083)

* 通讯作者 Author for correspondence (Email: xiongxingyao@126.com)

GC-MS 分析得到中南大学化学化工学院梁逸曾和赵晨曦老师的帮助, 谨此致谢。

差、纯度低、有异味、有溶剂残留或成本高。超临界 CO₂萃取技术是采用无毒无残留的 CO₂为萃取介质,不需添加任何有机溶剂,萃取过程在密闭的系统中进行,提取分离一步完成,具有效率高、产品无化学残留等特点。用超临界 CO₂萃取技术提取刺葡萄籽油(欧阳建文等,2006)、猕猴桃籽油(姚茂君等,2003)、枸杞籽油(潘长安等,2000)等已有报道,关于西番莲籽油的成分测定,张静波等(2000)有过初步报告,但该技术在西番莲籽油的提取方面尚未见报道。

1 材料与方 法

西番莲种籽由广东省农业科学院果树研究所提供。种籽首先进行去杂处理,然后用 DHG-9246A 电热恒温干燥箱(上海精宏实验设备有限公司)于 40~45℃ 烘干,再用 9FQ-28型锤式粉碎机(江西红星机械有限责任公司)粉碎,过筛备用。CO₂为食品级,纯度 99.5%以上,长沙市特种气体厂生产。

以萃取温度、萃取压力、分离温度、萃取时间为变量,设计 4因素 3水平的正交试验(表 1),采用 HA231-50-06型超临界萃取装置(江苏南通华安超临界萃取有限公司)进行萃取,萃取釜的容积为 1 L,每次装料 100 g,以萃取率为评价指标,选择最佳萃取工艺。萃取率(%) = 油脂萃取量(g) / 装料量(g) × 100。

用 HP 6890/5973 N型气相色谱—质谱联用仪(美国安捷伦公司)进行籽油的成分分析。采用直接进样法,GC条件:DB-5MS毛细管柱,柱温 80℃,程序升温 8℃/min至 280℃,保持 30 min,进样口温度 280℃,载气为氦气,分流比 10:1,进样量 1 μL。MS条件:EI离子源,电子能量 70 eV,离子源温度 230℃,接口温度 280℃,电子倍增器电压 128 kV,扫描范围 30~500 amu,扫描速度 3.12 scans/s。

2 结果与分析

2.1 超临界 CO₂萃取西番莲籽油的工艺条件

对正交试验的资料进行极差分析,结果表明,萃取压力和萃取温度是影响萃取的两个关键因素,其次是分离温度和萃取时间(表 1)。萃取率最高的是 9号组合,即萃取压力 30 MPa,萃取温度 45℃,分离温度 40℃,萃取时间 70 min,在此工艺条件下,西番莲籽油的萃取率为 28.4%。而且获得的西番莲籽油呈淡黄色,油质清亮,不含杂质,无溶剂残留。

表 1 正交试验结果及分析

Table 1 Experimental result and analysis of orthogonal layout

编号 Number	萃取温度 Extraction temperature(℃)	萃取压力 Extraction pressure(MPa)	分离温度 Separation temperature(℃)	萃取时间 Extraction time(min)	萃取率 Extraction yield(%)
1	35	20	40	50	26.1
2	35	25	45	70	26.7
3	35	30	50	90	26.6
4	40	20	50	70	26.2
5	40	25	40	90	27.6
6	40	30	45	50	27.8
7	40	20	45	90	26.9
8	45	25	50	50	27.1
9	45	30	40	70	28.4
K1'	26.5	26.4	27.4	27.0	
K2'	27.2	27.1	27.1	27.1	
K3'	27.5	27.6	26.6	27.0	
极差 Range	1.0	1.2	0.8	0.1	

2.2 西番莲籽油的 GC - MS分析结果

超临界 CO₂萃取技术萃取的西番莲籽油经 GC - MS分析得到总离子流色谱图, 采用 G1701DA 质谱工作站, 检索 NIST 02 质谱库, 结合相关文献 (张静波 等, 2000) 对各个组分进行结构确定, 共鉴定出 12 个组分, 用峰面积归一法对各组分进行了定量分析。结果显示西番莲籽油的主要成分是脂肪酸和不饱和烃类。饱和脂肪酸以棕榈酸为主, 不饱和脂肪酸主要是亚油酸和亚油酸乙酯, 占脂肪酸总量的 75.8%; 不饱和烃类主要是角鲨烯, 含量为 17.4% (表 2)。

表 2 超临界 CO₂ 萃取西番莲籽油的成分分析
Table 2 Composition of passionflower seed oil extracted with supercritical CO₂

保留时间 Retain time (min)	组分 Compound	相对含量 Relative content (%)	分子式 Molecular formula
3.350	(E) - 2 - 庚烯醛 2-heptenal [E]	微量 Tr	C ₇ H ₁₂ O
4.170	D - 柠檬烯 D-limonene	1.515	C ₁₀ H ₁₆
8.206	(E, E) - 2, 4 - 癸二烯醛 2, 4-decadienal [E, E]	0.846	C ₁₀ H ₁₆ O
8.610	2, 4 - 癸二烯醛 2, 4-decadienal	1.175	C ₁₀ H ₁₆ O
18.025	棕榈酸 n-hexadecanoic acid	13.018	C ₁₆ H ₃₂ O ₂
20.040	亚油酸乙酯 Linoleic acid ethyl ester	15.989	C ₁₈ H ₃₂ O ₂
20.150	亚油酸 9, 12-octadecadienoic acid	40.089	C ₂₀ H ₃₆ O ₂
20.380	硬脂酸 Octadecanoic acid	4.928	C ₁₈ H ₃₆ O ₂
22.471	[Z] - 9 - 十八碳烯酰胺 9-octadecenamide [Z]	0.741	C ₁₈ H ₃₅ NO
23.578	二十五碳烷 Pentacosane	1.063	C ₂₅ H ₅₂
25.515	二十七碳烷 Hep ticosane	1.915	C ₂₇ H ₅₆
26.788	角鲨烯 Squalene	17.377	C ₃₀ H ₅₀

亚油酸是人体自身不能合成, 必须由食物供给的不饱和脂肪酸。角鲨烯是一种高度不饱和烃, 主要来源于深海鱼类, 在植物天然提取物中鲜有研究报道。上述二者具有许多对人体有益的生理功能。GC - MS分析结果显示, 西番莲籽油富含不饱和脂肪酸, 尤以亚油酸为主, 而且角鲨烯含量高。因此, 西番莲籽油的开发具有广阔的前景。

References

- Ouyang Jian-wen, Wang Ren-cai, Wang Hui-xian, Xiong Xing-yao. 2006. Study on the process of grape (*Vitis davidii* Fo x) seed oil with supercritical CO₂ extraction. *Acta Horticulturae sinica*, 33 (1): 37. (in Chinese)
- 欧阳建文, 王仁才, 王辉宪, 熊兴耀. 2006. 超临界 CO₂ 萃取技术提取刺葡萄籽油的工艺研究. *园艺学报*, 33 (1): 37.
- Pan Tai-an, Liu Dun-hua, Mao Zhong-ying, Zhang Jian-cheng. 2000. Studies on the extraction of oil from wolfberry seeds with supercritical CO₂. *Journal of Ningxia University*, 21 (2): 156 - 158. (in Chinese)
- 潘太安, 刘敦华, 毛忠英, 张建成. 2000. 超临界 CO₂ 萃取枸杞籽油的研究. *宁夏大学学报*, 21 (2): 156 - 158.
- Yao Mao-jun, Cao Yong, Zhang Yong-kang, Li Jia-xing, Ouyang Hui. 2003. Study on the soft capsules of kiwifruit seed oil. *Food and Fermentation Industries*, 29 (12): 58 - 61. (in Chinese)
- 姚茂君, 曹 镛, 张永康, 李加兴, 欧阳辉. 2003. 猕猴桃籽油软胶囊研究. *食品与发酵工业*, 29 (12): 58 - 61.
- Zhang Jing-bo, Zhan Lin, He Ying. 2000. Composition determination and utilization of oil from passionflower seed. *China Oils and Fats*, 25 (6): 116 - 118. (in Chinese)
- 张静波, 詹 琳, 何 英. 2000. 西番莲籽油成分的测定及其开发利用. *中国油脂*, 25 (6): 116 - 118.
- Zhao Ping, Jiao Yi, Zhao Hong. 1999. Current situation on passion research and its utilization prospect in china. *Resource Science*, 21 (3): 77 - 80. (in Chinese)
- 赵 苹, 焦 懿, 赵 虹. 1999. 西番莲的研究现状及在中国的利用前景. *资源科学*, 21 (3): 77 - 80.