

# 不同提取方法对甘肃紫斑牡丹籽油品质的影响

张敏敏, 裴怀弟

(甘肃省农业科学院生物技术研究所, 甘肃 兰州 730070)

**摘要:** 为了对比冷榨法、溶剂浸出法、超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法 3 种提取方法所得紫斑牡丹籽油的品质, 以甘肃紫斑牡丹籽为研究对象, 从外观品质、出油率、理化特性及抗氧化能力方对 3 种方法提取的牡丹籽油品质进行观测。结果表明, 采用溶剂浸提法提取的牡丹籽油得率最高, 为 27.27%; 其次是超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法, 为 22.80%; 冷榨法最低, 为 20.17%。采用超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法提取的牡丹籽油酸值和过氧化值低, 抗氧化性能强, 油品质量最高。采用冷榨法提取的牡丹籽油酸值低, 品质较好, 方法操作简单。3 种提取方法各有特点, 生产中可根据具体需求选择适用。

**关键词:** 牡丹籽油; 提取方法; 脂肪酸组成; 理化指标

**中图分类号:** S685.11

**文献标志码:** A

**文章编号:** 2097-2172(2022)03-0245-04

doi:10.3969/j.issn.2097-2172.2022.03.011

## Effects of Different Extraction Methods on the Quality of Seed Oil of *Paeonia rockii* Cultivated in Gansu

ZHANG Minmin, PEI Huaidi

(Institute of Biotechnology, Gansu Academy of Agricultural Sciences, Lanzhou Gansu 730070, China)

**Abstract:** To compare the quality of *Paeonia rockii* seed oil extracted by cold pressing, solvent extraction and supercritical CO<sub>2</sub> extraction, and evaluate the three extraction methods. This study compared the appearance quality, oil yield, physical and chemical properties, and antioxidant capacity of *Paeonia rockii* seed oil obtained by three methods. The extraction rate of *Paeonia rockii* seed oil obtained by solvent extraction was the highest (27.27%), followed by supercritical CO<sub>2</sub> extraction (22.80%), and cold pressing (20.17%). The *Paeonia rockii* seed oil obtained by supercritical CO<sub>2</sub> extraction had low acid value, low peroxide value, strong antioxidant property and the quality was highest. The *Paeonia rockii* seed oil obtained by cold pressed had low acid value, good quality and simple operation. The three extraction methods had their own characteristics, and suitable methods can be selected according to specific needs in production.

**Key words:** *Paeonia rockii* seed oil; Extraction method; Fatty acid composition; Physical and chemical index

油用牡丹(*Paeonia suffruticosa* Andr.)属于芍药科(*Paeoniaceae*)芍药属(*Paeonia*)牡丹组(Sect. *Moutan* DC.),是我国特有的多年生落叶小灌木,至今已有 1600 多年的栽培历史,主产于山东、河南、甘肃等地<sup>[1-2]</sup>。2011 年 3 月,我国卫生部发布第 9 号《关于批准元宝枫籽油和牡丹籽油作为新资源食品公告》,从此牡丹籽油成为我国食用油大军中的一员。相关研究表明<sup>[3-5]</sup>,牡丹籽油富含不饱和脂肪酸(亚麻酸、油酸、亚油酸等),含量达 90% 以上,其中亚麻酸含量超过 40%,成为新兴的优势油料资源,并逐步向食品、保健品、化妆

品等众多领域延伸拓展。

目前,我国油用牡丹的主栽品种为凤丹牡丹和紫斑牡丹<sup>[6]</sup>。紫斑牡丹也叫西北牡丹,具有抗寒、抗旱、耐盐碱的特性,适宜北方半干旱地区种植<sup>[7-8]</sup>,甘肃中部的临夏、临洮和兰州一带,是国内紫斑牡丹的栽培分布中心<sup>[9]</sup>。我们以甘肃紫斑牡丹籽为研究对象,采用目前生产中常用的冷榨法、溶剂浸提法和超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法等方法提取牡丹籽油<sup>[10]</sup>,并对提取的油脂从外观品质、出油率、脂肪酸组成、理化性质等方面进行对比和评价,以探索加工工艺对甘肃紫斑牡丹籽油品质

收稿日期: 2022-10-14

基金项目: 甘肃省农业科学院中青年基金项目(2019GAAS43)。

作者简介: 张敏敏(1985—),女,甘肃陇南人,助理研究员,硕士,主要从事天然产物开发利用研究工作。Email: 29730484@qq.com。

的影响,为紫斑牡丹籽油的提取及精深加工工艺提供参考。

## 1 材料与amp;方法

### 1.1 供试材料

1.1.1 品种与试剂 供试材料为甘肃紫斑牡丹的种子,由甘肃省农业科学院林果花卉研究所提供,经脱皮、去壳后于 45 ℃ 烘干至恒重,保存备用。

试剂为正己烷、乙醚、异丙醇、氢氧化钾、三氯甲烷、冰乙酸、碘化钾、硫代硫酸钠、环己烷、二甲基亚砷(DMSO)、无水乙醇、可溶性淀粉、酚酞(以上均为国产分析纯);韦氏(Wijs)试剂,天津奥普升有限公司生产;1,1-二苯基-2-三硝基苯肼(1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl, DPPH)优级纯,美国 Sigma 公司生产。

1.1.2 仪器与设备 供试仪器设备有: DZF-6090 真空干燥箱,上海一恒科学仪器有限公司生产; BS210S 分析天平,北京赛多利斯天平有限公司生产; 800A 多功能粉碎机,永康市红太阳机电有限公司生产; LYF-899 螺旋压榨机,广东省瑶瑶电器生产; 旋转蒸发器,上海沪西分析仪器厂生产; SFE-2 型超临界 CO<sub>2</sub> 萃取仪,美国应用分离公司生产; UV-2550 型紫外-可见分光光度计,日本岛津公司生产。

### 1.2 试验方法

1.2.1 冷榨法 称取烘干至恒重的牡丹籽仁 1 000 g,将物料在室温下放置于 LYF-899 螺旋压榨机进行压榨得毛油,经过滤、除渣得到低温压榨牡丹籽油,称量提取的油脂质量后在 4 ℃ 避光贮藏备用<sup>[11]</sup>。试验设置 3 个重复。

1.2.2 溶剂浸提法 参照王喜波等<sup>[12]</sup>的方法并稍做改进。将烘干至恒重的牡丹籽仁粉碎过 40 目筛,称取 100 g,以正己烷为提取溶剂,按料液质量比 1:10 浸提牡丹籽油 10 h,然后在 50 ℃ 下旋转蒸发回收正己烷,得到浸出牡丹籽油,4 ℃ 避光贮藏备用。试验设置 3 个重复。

1.2.3 超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法 参照史国安等<sup>[13]</sup>的方法并稍做改进。将烘干至恒重的牡丹籽仁粉碎过 40 目筛,称取 200 g 放入 1 L 萃取釜中,在温度 35 ℃、压力 30 MPa、CO<sub>2</sub> 流速 30 L/h 条件下提取 2 h,提取的牡丹籽油 4 ℃ 避光贮藏备用。试验设置 3 个重复。

### 1.3 测定方法

1.3.1 牡丹籽油外观品质观察 分别于提取后当天和 90 d 后观察 3 种提取方法获得的牡丹籽油的外观品质及稳定性。

1.3.2 牡丹籽油理化特性测定 酸值测定参照食品安全国家标准 GB 5009.229—2016 食品中酸价的测定<sup>[14]</sup>,过氧化值测定参照食品安全国家标准 GB 5009.227—2016 食品中过氧化值的测定<sup>[15]</sup>,碘值测定参考 GB/T 5532—2008 动植物油脂碘值的测定<sup>[16]</sup>。

1.3.3 牡丹籽油抗氧化性测定 参照 Wang 等<sup>[17]</sup>和赵海军等<sup>[18]</sup>的方法测定 DPPH 自由基清除能力。分别以乙醇和二甲基亚砷(DMSO)为溶剂,配制 1 mmol/L DPPH 和 100 mg/mL 牡丹籽油供试品溶液,4 ℃ 冷藏备用。测试时,用乙醇将 DPPH(1 mmol/L)稀释为 0.2 mmol/L 使用液,将牡丹籽油供试品溶液(100 mg/mL)稀释成浓度分别为 0、5、10、20、30、40 mg/mL 的供试溶液。量取一定体积的牡丹籽油供试溶液于试管中,加等体积 DPPH 使用液混匀,于 25 ℃ 水浴锅中遮光反应 30 min。同时用无水乙醇代替供试溶液进行空白对照实验。乙醇调零后,测定 517 nm 处的吸光值,重复 3 次,取平均值。

$$\text{清除率} = [1 - A_s / A_0] \times 100\%$$

式中: A<sub>s</sub>、A<sub>0</sub> 分别为供试和空白对照反应体系在 517 nm 处的吸光值。

$$\text{出油率} = \frac{m_1}{m_2} \times 100\%$$

式中: m<sub>1</sub> 为牡丹籽油质量(g); m<sub>2</sub> 为试样质量(g)。

### 1.4 数据分析

试验数据均取平均值,通过 Excel 2007 整理,采用 SPSS 21.0 软件进行统计分析。

## 2 结果与分析

### 2.1 不同提取方法对牡丹籽油外观品质的影响

从表 1 可以看出,不同提取方法对牡丹籽油的外观性状影响不大,仅冷榨法提取的牡丹籽油有轻微浑浊,可能与过滤不彻底有关。从外观稳定性来看,90 d 后,随着放置时间的增长,冷榨法提取的牡丹籽油颜色略有加深,溶剂浸提法提取的油料有微量沉淀,超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法未见明显变化。不同提取方法对牡丹籽油的外观品质并

无明显影响。

表 1 不同提取方法的牡丹籽油外观品质

提取方法	外观性状	90 d后外观稳定性
冷榨法	黄色,有轻微浑浊	颜色轻微加深
溶剂浸提法	亮黄色,透明	有微量沉淀
超临界CO <sub>2</sub> 萃取法	浅黄色,透明	无变化

## 2.2 不同提取方法对牡丹籽油出油率的影响

从图 1 可以看出, 3 种提取方法的出油率从高到低依次为溶剂浸提法 (27.27%)、超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法 (22.80%)、冷榨法 (20.17%)。这可能是由于冷榨法属于物理压榨, 油脂提取不够彻底, 因此出油率最低; 超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法出油率低于溶剂浸提法, 可能与试验条件未达最佳工艺有关。因此, 后续应进一步优化提取工艺, 提高出油率。

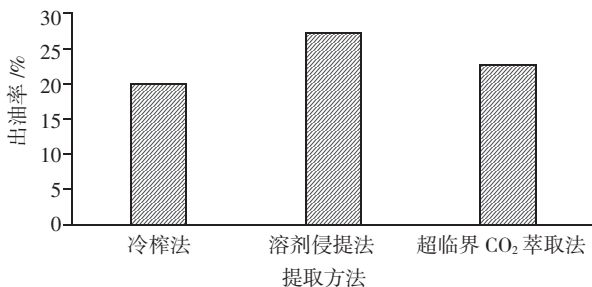


图 1 不同提取方法对牡丹籽油出油率的影响

## 2.3 不同提取方法对牡丹籽油理化性质的影响

对 3 种提取方法提取牡丹籽油的理化指标进行比较(表 2)可知, 溶剂浸提法提取的牡丹籽油酸值最高, 为 2.05 mg/g, 易于氧化腐败。对比发现, 3 种提取方法牡丹籽油碘值总体差异不大, 分别为 1 749.0、1 704.6、1 770.1 g/kg。说明牡丹籽油具有较高的不饱和程度。同时测定结果显示, 过氧化值以超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法的 (3.05 mmol/kg) 最低, 溶剂浸提法的 (4.52 mmol/kg) 最高, 可能是溶剂浸出法提取过程时间长、浸提温度较高, 使油脂更易被氧化导致<sup>[12]</sup>。

表 2 不同提取方法的牡丹籽油理化性质

提取方法	酸值(KOH) /(mg/g)	碘值(I) /(g/kg)	过氧化值 /(mmol/kg)
冷榨法	1.62	1 749.0	3.28
溶剂浸提法	2.05	1 704.6	4.52
超临界CO <sub>2</sub> 萃取法	1.64	1 770.1	3.05

## 2.4 不同提取方法对牡丹籽油抗氧化性的影响

如图 2 所示, 3 种提取方法的抗氧化能力随其质量浓度的增加而增加。相同质量浓度下, 超临

界 CO<sub>2</sub> 萃取法提取的籽油对 DPPH 自由基的清除能力明显高于冷榨法和溶剂浸提法提取的。牡丹籽油对 DPPH 自由基清除作用的量效关系具有线性关系, 超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法提取牡丹籽油 DPPH 自由基的清除率的线性方程为  $y=1.278 9x+2.401 8$ ,  $R^2=0.991 6$ ; 冷榨法 DPPH 自由基清除率的线性方程式为  $y=1.134 9x+0.621 8$ ,  $R^2=0.998 9$ ; 溶剂浸提法 DPPH 自由基清除率的线性方程式为  $y=0.844 2x+0.093$ ,  $R^2=0.996 1$ 。根据线性回归方程计算半抑制浓度  $IC_{50}$ , 超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法的  $IC_{50}$  值最小, 为 37.22 mg/mL; 冷榨法居中, 为 37.22 mg/mL; 溶剂浸提法最大, 为 59.12 mg/mL。表明超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法提取的牡丹籽油比其他 2 种提取方法提取的油料具有更强的 DPPH 自由基清除能力, 即该方法能更好地保护牡丹籽油中的抗氧化成分; 冷榨法次之; 溶剂浸提法提取的油料 DPPH 自由基清除能力最弱, 该方法由于浸提时间长、相对温度高, 可能对抗氧化成分有所破坏。

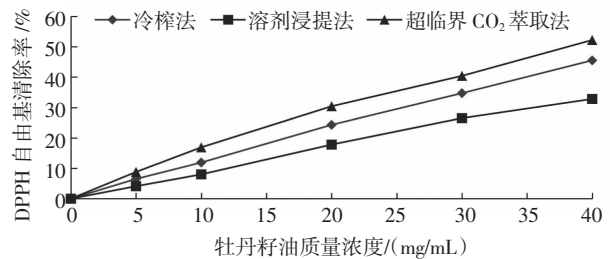


图 2 牡丹籽油对 DPPH 自由基清除作用量效关系的影响

## 3 讨论与结论

油料的外观品质是评价油脂品质高低的最直观展现, 尤其在食用油的选择过程中, 油品的色泽、澄清度等, 成为评价油料品质高低的重要标准。不同提取方法的出油率不同, 这可能是由于冷榨法属于物理压榨, 油脂提取不够彻底, 因此出油率最低。超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法出油率低于溶剂萃取法, 可能与试验条件未达最佳工艺有关, 因为萃取温度、压力、时间均会影响出油率, 如史国安等<sup>[13]</sup>优化萃取工艺后牡丹籽油得油率为 28.86%, 王昌涛等<sup>[19]</sup>优化萃取工艺后得油率为 25%左右, 因此后续应进一步优化提取工艺以提高出油率。理化性质是衡量油脂质量的重要指标。溶剂浸提法浸提时间长, 温度相对较高, 导致游离脂肪酸含量较多<sup>[11, 18]</sup>。冷榨法和超临界 CO<sub>2</sub> 萃取法提取的牡丹籽油的酸值差异不大; 碘值越高,

不饱和脂肪酸含量越大<sup>[18, 20]</sup>。DPPH 是一种稳定的有机自由基, 其对 DPPH 自由基清除能力的大小, 可作为抗氧化活性评价的一项重要指标<sup>[21]</sup>。根据线性回归方程计算半抑制浓度  $IC_{50}$ ,  $IC_{50}$  指自由基清除率为 50% 或吸光度为 0.5 时所需的抗氧化剂的质量浓度,  $IC_{50}$  值越小, 表明抗氧化能力越强<sup>[22]</sup>。

本试验通过对 3 种油料提取方法提取的甘肃紫斑牡丹籽油进行比较, 溶剂浸提法提取的牡丹籽油得率最高, 为 27.27%; 其次是超临界  $CO_2$  萃取法, 为 22.80%; 冷榨法出油率最低, 为 20.17%。从外观品质来看, 3 种方法均能得到外观性能稳定的牡丹籽油, 差异不明显。进一步对比理化性质及抗氧化性能发现, 溶剂浸提法虽出油率最高, 但提取的牡丹籽油酸值和过氧化值高, 抗氧化性能低于其他 2 种方法。超临界  $CO_2$  萃取法出油率仅次于溶剂浸提法, 提取的牡丹籽油酸值和过氧化值低, 抗氧化性能强, 油品质量最高, 但该法成本高, 不适于油料的大量提取。冷榨法出油率最低, 酸值低, 过氧化值、抗氧化能力均居中, 油料整体品质居中, 但设备投入低, 方法操作简单。综上, 3 种提取方法各有优势, 生产可根据具体需求进行选择: 若要获取高品质、高附加值的紫斑牡丹籽油产品, 可选择超临界  $CO_2$  萃取法, 提取的油脂抗氧化性能强, 油品品质高; 若需大量生产食用油品, 则可选择冷榨法, 该法虽出油率低, 但提取的油品质量较好, 也便于大量生产, 若在生产中合理开发利用牡丹籽饼粕, 则冷榨法的应用价值得到进一步提升。

#### 参考文献:

- [1] 李嘉珏, 张西方, 赵孝庆. 中国牡丹[M]. 北京: 中国大百科全书出版社, 2011.
- [2] 洪德元, 潘开玉. 芍药属牡丹组的分类历史和分类处理[J]. 植物分类学报, 1999, 37(4): 351-368.
- [3] MAO Y Y, HAN J G, TIAN F, et al. Chemical composition analysis, sensory, and feasibility study of tree peony seed[J]. Food Sci, 2017, 82: 553-561.
- [4] 程安玮, 孙金月, 王维婷, 等. 牡丹籽油的研究进展[J]. 食品科学技术学报, 2016, 34(3): 79-84.
- [5] 侯天兰, 王顺利, 米生权, 等. 牡丹籽油营养成分和功能作用研究进展[J]. 中国油脂, 2021, 46(8): 51-71.
- [6] 周琳, 王雁. 我国油用牡丹开发利用现状及产业化发展对策[J]. 世界林业研究, 2014, 27(1): 68-71.
- [7] 王卫成, 贺欢, 杨馥霞, 等. 甘肃省紫斑牡丹种业现状及其发展对策[J]. 甘肃农业科技, 2022, 53(3): 12-14.
- [8] 孔芬, 贺欢, 汤玲, 等. 油用紫斑牡丹栽培技术[J]. 甘肃农业科技, 2017(12): 107-109.
- [9] 李熙莉, 李平平, 岳桦, 等. 紫斑牡丹研究进展[J]. 北方园艺, 2007(5): 129-130.
- [10] 段续, 任广跃. 牡丹深加工技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2006.
- [11] 冯贞, 方晓璞, 任春明. 不同提取方法对牡丹籽油品质和微量活性成分的影响[J]. 中国油脂, 2018, 43(10): 17-19.
- [12] 王喜波, 王海晴, 李秋慧, 等. 不同方法提取牡丹籽油品质差异[J]. 东北农业大学学报, 2016, 47(9): 46-51.
- [13] 史国安, 郭香凤, 金宝磊, 等. 牡丹籽油超临界  $CO_2$  萃取工艺优化及抗氧化活性的研究[J]. 中国粮油学报, 2013, 28(4): 47-50.
- [14] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会. 食品中酸价的测定: GB 5009.29—2016[S]. 北京: 中国标准出版社, 2016.
- [15] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会. 食品中过氧化值的测定: GB 5009.227—2016[S]. 北京: 中国标准出版社, 2016.
- [16] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 动植物油脂碘值的测定: GB/T 5532—2008[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [17] WANG K T, CHEN L G, CHOU D S, et al. Anti-oxidative abilities of essential oils from *Atractylodes ovata* rhizome[J]. Evidence-Based Complement Alternat Med, 2011, 8, e204892 <https://doi.org/10.1093/ecam/neaq006>.
- [18] 赵海军, 魏芳, 傅茂润, 等. 加工工艺对牡丹籽油脂肪酸成分、理化性质及抗氧化能力的影响[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(24): 8377-8381.
- [19] 王昌涛, 张萍, 董银卯. 超临界  $CO_2$  提取牡丹籽油的工艺以及成分分析[J]. 中国粮油学报, 2009, 24(8): 96-107.
- [20] 马君义, 朱建朝, 盛爱霞, 等. 永靖紫斑牡丹籽油与凤丹牡丹籽油理化性质与脂肪酸组成分析[J]. 中国油脂, 2018, 43(1): 147-150.
- [21] MOLYNEUX P. The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl(DPPH) for estimating antioxidant activity[J]. Songklanakarin J Sci Technol, 2004, 26(2): 211-219.
- [22] 槽帆, 丁彩云, 王玉婷, 等. 不同制油工艺对亚麻籽油品质及抗氧化活性的影响[J]. 中国油脂, 2022, 47(9): 13-25.