

乙醇水提法提取沙田柚柚子籽油的研究

周美 马中玉^{通讯作者}

河北时诺检验检测有限责任公司, 河北 石家庄 052400

摘要: 应用乙醇水提法提取沙田柚柚子籽油, 探究乙醇体积分数、料液比、温度和时间四个因素对柚子籽油得率的影响, 在这个基础上进行响应面试验。结果表明: 烘干后的柚子籽直接粉碎后便可进行油脂提取。通过响应面试验优化得出最优参数是乙醇体积分数 51%、料液比 1:6、温度 61°C、时间 14 min, 在此条件下柚子籽油得率可达 35.08%±0.14。柚子籽清油经简单精炼后, 酸价 (KOH) 为 0.04 mg/g、过氧化值为 0.10 g/100g, 在国标限量范围内。乙醇水提法绿色高效, 可为柚子籽油的提取提供一种新思路。

关键词: 乙醇水提法; 柚子籽油; 响应面优化

DOI: 10.63887/fns.2025.1.3.19

绪论

柚子, 又称内紫、文旦、雷柚、香栾、胡柑等, 是芸香科柑橘属植物常绿果树柚树的果实, 果实形状为葫芦形或梨形, 果肉呈虾肉色或白色。柚子籽, 又称柚子核、柚核, 其质地坚硬, 晒干后的柚子籽外壳颜色呈乳白色或浅黄色, 破开外壳后有仁, 色泽呈现乳白色, 用手掐, 观察到有油脂。柚子籽中含有棕榈酸、硬脂酸、油酸和亚油酸等脂肪酸, 约含有 67.42% 的不饱和脂肪酸, 其作为柚子的加工副产物, 占全果质量约 10.3%, 籽粒中油脂的质量分数约占柚子籽的 38.86%~42.59%, 蛋白质和其他矿物元素的质量分数约占柚子籽的 28.56%~36.20%。叶茂^[6]等人用柚籽油

为芯材, 以喷雾干燥法制备了柚籽油微胶囊。刘金生等人研究发现以柚籽油制成的微胶囊, 可以提高运动员的运动成绩和无氧阈, 实验期间, 运动员们无任何不良反应。焦士蓉等人采用索氏提取法提取柚子籽油, 结果表明柚子籽含油率为 43.32%, 经 GC-MS 联用仪, 检测出不饱和脂肪酸含量达 75.98%, 可为新型油料资源提供基础数据^[1]。

2 材料和方法

2.1 试验材料

2.1.1 原料与试剂

试验中所用原料和试剂如表 1:

表 1 原料与试剂及生产厂家

试剂/原料	规格	生产厂家
柚子籽	干制	市售
乙醇(纯度≥99.99%)	分析纯	天津致远化学试剂有限公司
氢氧化钠	分析纯	西陇科学股份有限公司

2.1.2 仪器和设备

试验中所用仪器设备如表 2:

表 2 主要仪器设备与生产厂家

仪器名称	型号	厂家生产
摇摆式高速万能粉碎机	DEY-600	温岭市林大机械有限公司
低速离心机	TDL-5C	上海安亭科学仪器厂
玻璃仪器气流烘干器	C30	河南予华仪器有限公司
电子天平	EX224ZH	奥豪斯仪器(常州)有限公司
旋转蒸发器	N-1100	上海泉杰仪器有限公司
精密鼓风干燥箱	BPG-9040A	上海一恒科学仪器有限公司

2.2 试验方法

2.2.1 工艺流程

柚子籽→粉碎→称样→乙醇水溶液→加热提取→离心分离（5000 r/min, 15 min）→收集清油

操作要点：新鲜柚子籽于 60℃ 烘约 90 min，烘干后的柚子籽去除外壳后放入粉碎机粉碎约 30 s，称取 5 g 柚子籽粉加入一定体积分数的乙醇水溶液，放入水浴锅加热，反应一定时间后 5000 r/min 离心 15 min 后，得到清油、水相、渣相。收集上清油，计算得率。柚子籽油得率计算公式如下：得率 = $\frac{m_0}{m} \times 100\%$ (1)。式中 m_0 ——柚子籽清油质量（g）； m ——柚子籽粉末质量（g）

2.2.2 柚子籽油提取单因素试验

（1）乙醇体积分数对柚子籽油得率的影响。分开称量 6 份各 5 g 的柚子籽粉于干净无杂质的烧杯中，设定乙醇体积分数为 30%、35%、40%、45%、50%、55%，水浴锅温度为 50℃、料液比为 1:5，提取时间为 15 min，用盖子盖住烧杯加热提取。

（2）料液比对柚子籽油得率的影响。分开称量 6 份各 5 g 的柚子籽粉于干净无杂质的烧杯中，设定料液

比为 1:3、1:4、1:5、1:6、1:7、1:8，加入体积分数 50% 的乙醇水溶液，在水浴锅为 50℃ 的条件下提取 15min，用盖子盖住烧杯加热提取。

（3）时间对柚子籽油得率的影响。分开称量 5 份各 5 g 的柚子籽粉于干净无杂质的烧杯中，调整料液比 1:5、体积分数 50% 的乙醇水溶液、温度 50℃，在此条件下，分别提取 5 min、10 min、15 min、20 min、25 min，用盖子盖住烧杯加热提取^[2]。

（4）温度对柚子籽油得率的影响。分开称量 5 份各 5 g 的柚子籽粉于干净无杂质的烧杯中，分别设置水浴温度为 30℃、40℃、50℃、60℃、70℃，设定体积分数 50% 的乙醇水溶液、料液比 1:5 的条件下提取 15 min，用盖子盖住烧杯加热提取。

2.2.3 柚子籽油提取响应面优化试验

根据以上单因素试验结果进行分析，采用 Box—Behnken 试验设计原理，评价指标为柚子籽油得率，选择乙醇体积分数（A）、时间（B）和温度（C）作为试验考察因素，设计三因素三水平的方案，试验设计因素见表 3。

表 3 响应面试验设计方案

试验号	Factor 1 A:乙醇体积分数 %	Factor 2 B:时间 min	Factor 3 C:温度 ℃
1	50	15	70
2	55	10	70
3	45	10	50
4	45	10	70
5	50	10	60
6	50	15	50
7	45	5	60
8	50	10	60
9	50	5	50
10	50	10	60
11	45	15	60
12	55	5	60
13	55	15	60
14	50	5	70
15	50	10	60

16	55	10	50
17	50	10	60

2.2.4 柚子籽油简单精炼

操作流程：柚子籽上清油→过滤→脱酸→水洗→脱水→过滤→精炼油

脱酸：称取氢氧化钠固体加入水中制成质量分数20%的氢氧化钠溶液，倒入柚子籽清油中，70℃水浴温度中搅拌30 min，离心（5000 r/min，15 min）即可得脱酸油，氢氧化钠加入量由公式(2)计算。

$$\text{加碱量} = \frac{7.13 \times AV \times m_0}{10000} + 0.15\% \times m_0 \quad (2)$$

式中 AV——柚子籽清油的酸价（KOH），（mg/g）；

m₀——柚子籽清油质量，（g）

水洗：加入15%的蒸馏水，在室温下搅拌30 min，离心（5000 r/min，15 min）可得水洗油。

脱水：将水洗油在水浴温度60℃，1档转速下，减压蒸馏40 min，过滤，得精炼油。

3 结果与分析

3.1 单因素对葡萄籽油提取率的影响

3.1.1 乙醇体积分数对柚子籽油得率的影响

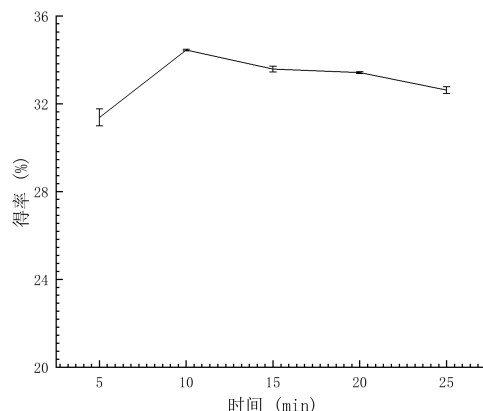
乙醇体积分数的增加使柚子籽油的得率提高，乙醇体积分数为50%时，柚子籽油的得率达到最高点，无乳状液，说明乙醇有破乳的作用。乙醇体积分数的进一步增加，柚子籽油的得率下降，这可能是因为较高的乙醇浓度容易形成水包油体系或使油脂溶于乙醇中，降低了柚子籽油的得率^[3]。

乙醇的强极性特点使它可以成为理想的破乳剂，它对水分子具有强烈的亲和力，这意味着它不仅可以轻易地使水相中本来的水膜结构发生变化，还能够吸附界面蛋白质的亲水端，这种吸附机制对界面膜的稳定性造成了负面影响，引发了乳状液结构失去稳定并破裂，在这个过程中，乳状液滴中的游离油被释放，原本较小的油滴快速汇集形成较大的油滴，大大提升了破乳效率。提高乙醇浓度会使破乳效果更为明显，但较高浓度的乙醇会带来一些问题。较高浓度的乙醇的加入会使柚子籽中

的多糖、胶质等物质溶解出来，蛋白质也容易发生变性。破乳呈现最好的效果时，继续加大乙醇浓度，将不利于油脂从物料中分离，导致渣相或水相中的含油量上升。因此，在此次实验条件下，选择50%的乙醇体积分数是一个比较合理的数值。

3.1.2 料液比对柚子籽油得率的影响

料液比过大或过小都会影响柚子籽油的得率，当料液比过低时，体系中的浓度差相对较小，物料状态比较粘稠，不能与乙醇-水体系充分接触，油脂不能够很好地溶解并从物料中游离出来，导致油脂得率偏低。料液比的再提升，水与物料的可接触部分更多，在流动相中可以更均匀地分散，从而提高了油脂的得油率。然而，如果料液比进一步上升，油脂的得率不升反降，也许是因为无水乙醇与原料的比例上升，这样不仅增加了蛋白质和油脂从物料中分离的难度，而且还可能使渣相或水相中的油脂含量增加。除此之外，料液比过高会导致溶剂的浪费，同时也会带来额外的成本问题。



因此，寻找一个合理的料液比是非常重要的。在此次沙田柚柚子籽油提取试验中，1:6的料液比是一个比较合理的选择，既能保证油脂的充分释放，又能避免因料液比过高而造成的不必要的浪费^[4]。

3.1.3 时间对柚子籽油得率的影响

由图 1 可清楚的知道，柚子籽油的提取效率在初始阶段随时间的增加而上升，随着反应时间的延长，这种趋势逐渐减弱。当时间达到 10 分钟时，油脂在乙醇水溶液中的溶解度最大。当继续增加反应时间至 15 分钟后，可以观察到得率出现明显下降，这可能是由于部分油脂已经分散在水相中或者乙醇挥发导致提取效率下降[27]。因此，在长时间的反应过程中，乙醇的溶解度降低可能直接影响了柚子籽油的得率。

综合考虑试验数据，本次试验中确定了乙醇水提法提取柚子籽油的最佳时间为 10 分钟。这个时间不仅能够保证较高的油脂溶解度，还能有效避免因过长的反应时间而引起的提取效率下降问题。

3.1.4 温度对柚子籽油得率的影响

在对柚子籽油的提取过程中，反应温度的提升引起了一系列变化。初始阶段，随着温度的逐步上升，柚子

籽油的得率呈现出一个先升高后降低的趋势。当温度达到 60℃时，其得率出现了显著的峰值。这背后的机制可能与分子的运动有关，由于温度的升高促进了分子之间的碰撞和扩散，从而导致体系中的粘度下降，油脂分子的运动速率因此加快，使得油脂能够更容易地从渣相中分离出来。但继续提高反应温度至更高水平，提取柚子籽油的效率却会出现下降的情况。这种现象可能与乙醇的挥发有关，在高温条件下，乙醇等溶剂容易蒸发，这可能是导致油脂提取率降低的一个重要原因。总之，在进行柚子籽油提取操作时，掌握适宜的加热温度对于提高油脂的提取率至关重要，以确保最佳的提取效果^[5]。

3.2 柚子籽油提取工艺响应面优化试验结果与分析

3.2.1 响应面试验结果

根据响应面设计方案进行试验，结果见表 4：

表 4 响应面试验结果

试验号	Factor 1 A:乙醇体积分数 %	Factor 2 B:时间 min	Factor 3 C:温度 ℃	Response 1 柚子籽油得率 %
1	50	15	70	32.7
2	55	10	70	31.68
3	45	10	50	30.32
4	45	10	70	28.76
5	50	10	60	34.87
6	50	15	50	30.64
7	45	5	60	29.05
8	50	10	60	34.71
9	50	5	50	26.96
10	50	10	60	34.27
11	45	15	60	34.03
12	55	5	60	30.25
13	55	15	60	34.39
14	50	5	70	28.94
15	50	10	60	34.2
16	55	10	50	28.39
17	50	10	60	34.83

4 结论

4.1 结论

本论文采用乙醇水提法提取沙田柚柚子籽油，进行

了单因素试验，并对该工艺进行了响应面试验优化，得出了单因素最优条件和响应面试验优化的最佳参数。

(1) 单因素试验的最优工艺参数为乙醇体积分数 (%) 50.00, 料液比 (ml/g) 1:60, 时间 (min) 10.00, 温度 (°C) 60.00。在单因素试验的基础上, 确定了寻找最优区域, 通过试验并对回归模型进行数据分析, 再根据实际实验室条件, 得出响应面试验优化最优参数为乙醇体积分数 (%) 51, 料液比 (ml/g) 1:6, 时间 (min) 14, 温度 (°C) 61, 在此条件下, 柚子籽优的实际得率可达 $35.08\% \pm 0.14$ 。

(2) 将简单精炼过的柚子籽油进行酸价及过氧化值理化指标的检测, 得到柚子籽油的酸价 (KOH) 为 0.04 mg/g, 过氧化值为 0.10 g/100g, 符合《GB 15196-2015 食品安全国家标准 食用油脂制品》中规定的范围。

参考文献

- [1] 宁芯, 陆秋琪, 班薇薇, 等. 沙田柚柚子籽油提取工艺优化及性质研究[J]. 中国粮油学报, 2020, 35(07): 66-71.
- [2] 耿薇, 曹蕾, 陈燕. 柚子籽的脂肪酸组成与含量分析[J]. 化学工程师, 2015, 29(02): 14-16.
- [3] 李咏梅, 谢婧. 金柚柚籽及其油脂的理化性质分析[J]. 中国油脂, 2015, 40(08): 89-91.
- [4] 肖新生, 张佳蒙, 刘千千等. 不同品种柚子籽油组成及抗氧化性差异研究[J]. 中国粮油学报, 2023, 38(10): 130-137.
- [5] 叶茂, 邓毛程, 陈燕鸿, 等. 柚子籽油微胶囊制备工艺优化及稳定性研究[J]. 中国粮油学报, 2020, 35(03): 91-96.
- [6] 刘金生, 房磊, 赵锦锦. 柚子籽油微胶囊对中长跑运动员无氧阈及运动成绩的影响[J]. 食品与发酵科技, 2021, 57(04): 81-85.

作者简介: 周美 (1995.08--), 性别: 女, 民族: 汉, 籍贯: 贵州纳雍, 研究方向: 化学