

响应面法优化提取翅果油树种仁油的工艺条件

朱亚红, 王俊淇, 苏印泉, 黄晓华, 朱铭强

西北农林科技大学林学院, 杨陵 712100

摘要 为了优化翅果油树种仁油提取工艺, 以单因素试验为依据, 选取浸提时间、浸提温度和料液比 3 因素为自变量, 种仁油的提取率为响应面(response surface methodology), 采用中心组合(Box-Behnken)试验设计原理, 探讨在各因素及其交互作用的影响下种仁油含量的变化。运用响应面分析法, 模拟获得二次多项式回归方程的预测模型, 确定翅果油树种仁油的最佳提取工艺条件为提取时间 45 min, 温度 88℃, 料液比为 1:5。利用优化的提取条件, 种仁油的萃取率达到 92.44%, 与预测值基本一致。采用气相色谱-质谱联用法(GC-MS)分析, 鉴定出翅果油中含有脂肪酸 28 种, 不饱和脂肪酸有 9 种, 共占 54.17%, 其中油酸甲酯 12.86%, 棕榈酸甲酯 10%, 十五烷酸甲酯 9.78%, 亚油酸甲酯 16.57%。本研究建立的提取方法简便、可靠, 为翅果油树种仁油的产业化提取提供了一定理论参考。

关键词 翅果油树; 种仁油; 中心组合设计; 响应面优化

翅果油树(*Elaeagnus mollis* Diels)是多年生落叶灌木或乔木, 胡颓子科(Elaeagnaceae)胡颓子属植物, 有大宫灯型、长果型、小宫灯型 3 个栽培类型, 树高可达 11 m, 胸径可达 1 m, 生长在海拔 800~1500 m 低山丘陵区, 是中国特有树种, 现仅分布于山西和陕西等地^[1]。翅果油树的生长期比较迅速, 萌芽力强, 萌芽枝 3 年即可开花结果, 肥沃的土地上每亩种植 100~110 株, 贫瘠的土地需种植 200 株左右, 植树造林 3 年后单株能够收获果实 2~3 kg, 亩产量达 500~600 kg, 5~6 年后亩产量达 800~1000 kg 以上。当前, 除了约 200 万株野生翅果油树, 人工栽培翅果油树的覆盖面积已扩展到 906.67 hm²(1.36 万亩^[2,3])。翅果油树的经济价值和生态效益较高, 是一种罕见的木本油料植物^[4]。近年来, 中国在综合开发翅果油树关键技术的研究方面取得了突破性进展, 翅果油树鲜叶可做饲料, 花粉蜜含量高, 是一种很好的蜜源植物; 根系发达, 富含根瘤菌, 能固氮^[5]。此外, 关于翅果油树相关的化学成分研究主要集中于翅果油树体内维生素 E、黄酮类物质和矿物质元素上^[6,7]。杜俊民等^[8]利用气相色谱仪检测了树种子中 5 种脂肪酸的化学成分。翅果油树种仁营养丰富, 含有 46.58%~52.46% 粗脂肪, 30%~35% 油分(其中 95% 以上是不饱和脂肪酸, 约 4%~6% α -亚麻酸)^[9-13]。翅果油树种子中维生素 E 的含量是沙棘种子的 12 倍, 花生油的 40 倍, 奶粉

的 373 倍, 豆制品的 83 倍。所以, 翅果油有非常高的药用价值, 是治疗多种疾病, 维持人体正常生理功能理想的天然资源^[14,15]。目前, 已报道的油脂的提取方法有冷压法、水酶法、有机溶剂浸提法、索氏法、微波法和超声法等^[16-22]。其中, 水酶法、超声法和索氏法提取技术广泛应用于植物油的提取研究^[23-29], 索氏抽提法提取出油脂的氧化稳定性最高, 水酶法和超临界 CO₂ 萃取法次之^[30]。响应曲面法是通过合理地选取试验点, 在所选的试验参数内进行比较全面的研究^[31-33], 该方法在生物质提取分离、高值化利用工艺探索等领域受到广泛关注^[34-36]。

本研究以翅果油树种仁为材料, 通过响应面法优化提取翅果油树种仁油的工艺条件, 采用气相色谱-质谱(GC-MS)联用法综合分析和评价翅果油树种仁中的脂肪酸成分。

1 材料与方法

1.1 原料和试剂

翅果油树种子来源于榆林市卧云山植物园的成熟果实。

石油醚(分析纯, 沸程 60~90℃, 西安化学试剂厂)、油酸甲酯、十三碳酸甲酯、亚麻酸甲酯、棕榈油酸甲酯、棕榈酸甲酯、亚油酸甲酯和亚麻酸甲酯都是色谱级标准品纯度, 购于 Fluke 试剂公司。

收稿日期: 2015-07-10; 修回日期: 2015-10-26

基金项目: 中国青少年科技创新奖励基金支持项目(10900-A189021502); 中日国际合作项目(K332021321); 榆林科技计划项目(2014cxy-03); 陕西省日元贷款项目(K332020023)

作者简介: 朱亚红, 博士研究生, 研究方向为植物资源化学, 电子信箱: zhuyahong88@163.com; 朱铭强(通信作者), 博士, 研究方向为植物资源利用, 电子信箱: zmqsx@nwsuaf.edu.cn

引用格式: 朱亚红, 王俊淇, 苏印泉, 等. 响应面法优化提取翅果油树种仁油的工艺条件[J]. 科技导报, 2016, 34(2): 46-52; doi: 10.3981/j.issn.1000-7857.2016.2.006

1.2 仪器设备

SENCOR 系列旋转蒸发仪(上海申生科技有限公司)、DK-98-1 型电热恒温水浴锅(天津市泰斯特仪器有限公司)、SHB-B95 型循环水式多用真空泵(郑州长城科工贸有限公司)、梅特勒 AB204-S 型电子天平、TRACEGC-TRACEDSQ 气相色谱-质谱(GC-MS)联用仪(美国 Finnigan 公司)、DHG-9240A 型电热鼓风干燥箱(上海精宏试验设备有限公司)等。

1.3 试验方法

1.3.1 原料前处理

将翅果油树种子放入 60℃ 的烘箱中烘干,除杂,剥壳(图 1),将种仁粉碎,在 -20℃ 冰箱中贮存备用。



(a) 翅果油树 (b) 翅果油树种子 (c) 剥壳后的种子

图 1 翅果油树、种子以及剥壳后的种子

Fig. 1 The *Elaeagnus mollis* Diels tree and kernels

1.3.2 原料成分测定

粗脂肪测定采用索氏抽提法^[37]。

1.3.3 翅果籽油提取工艺

本试验浸提溶剂使用石油醚,运用索氏提取法提取翅果籽油^[38]。试验着重研究提取时间、提取温度和料液比主要的 3 个影响因素。在单因素试验的基础上,依据 Box-Behnken 中心组合试验设计原理,运用 3 因素 3 水平试验设计优化研究翅果籽油的提取工艺(表 1),使用 Design Expert 7.1.6 软件程序拟合数据,以翅果油的提取率为响应值作响应面。

表 1 因素水平编码表

Table 1 Coding of factors and levels

因素	编码值	水平		
		-1	0	1
时间/h	A	0.25	0.5	0.75
温度/℃	B	75	85	95
料液比/(g·mL ⁻¹)	C	3	5	7

工艺流程为:翅果油树籽→烘干、粉碎→过 40 目筛→称重→提取→回收溶剂→烘干至恒重→翅果籽油。

1.3.4 提取率的计算

翅果籽油提取率=翅果油质量/(原料质量×脂肪含量)×100%。

1.3.5 翅果籽油脂肪酸成分分析

由于油脂中的脂肪酸沸点较高,是弱极性化合物,不宜直接进行 GC-MS 分析,因此在进行 GC-MS 分析之前必须对脂肪酸进行甲酯化处理。一般脂肪酸的甲酯化方法有碱催化 and 酸催化 2 类^[39]。本试验中甲酯化选用酸催化法。

经甲酯化处理提取到的翅果籽油,萃取,除水,通过 GC-MS 联用仪检测分析脂肪酸组成。气相色谱条件:DB-WAX 毛细管柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm),进样口温度 220℃,柱温 60℃,恒温 2 min 后,以 6.0℃·min⁻¹ 速率升温至 240℃,恒温 8 min。分流进样 80:1。载气流速 1.0 mL·min⁻¹。质谱条件:电子能量 70 eV, EI 源,质量扫描区间 35~400 amu,离子源温度 250℃。质谱标准库:NIST 库。

2 结果与分析

2.1 翅果籽脂肪含量分析

通过应用索氏抽提法的测定,翅果油树种仁含有 55.29% 的粗脂肪。

2.2 单因素试验结果

2.2.1 浸提时间对提取率的影响

浸提时间是影响提取率的主要因素。浸提时间过短,不能完全溶解出原料中的油脂,提取不完全;浸提时间延长后,可以将原料的提取率大大提高,但太长的浸提时间,在热效应的作用下容易将原料中的其他物质提取出来,影响油脂含量及品质的测定,使生产率下降。在以石油醚为溶剂,浸提温度 75℃,料液比为 1:5 的条件下,比较翅果种仁油提取率在不同浸提时间下的变化趋势。

提取率随着提取时间的增加而增加,提取时间为 0.5 h 时,提取率为 84%,但是继续增加提取时间,其提取率变化很小(图 2)。其原因可能是提取物的大多数有效成分已被分离出来,提取时间再延长也毫无意义,因此从节约成本的角度考虑,提取时间选用 0.5 h 为宜。

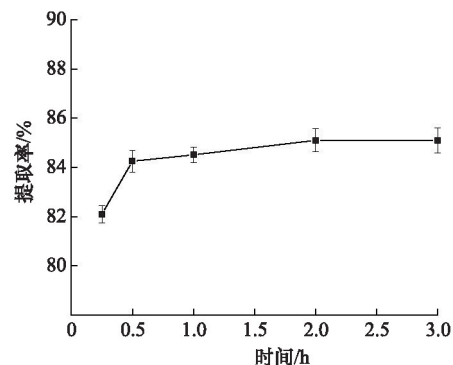


图 2 浸提时间对提取率的影响

Fig. 2 Effect of extraction time on extraction rate

2.2.2 温度对提取率的影响

不同的提取温度,会明显影响翅果油的提取率。提取率常常随着提取温度的增加而增加。但是温度太高反而会使溶剂的挥发速度提高,导致溶剂的汽化速率超过其冷凝速率,使提取率受到干扰。将石油醚作为提取剂,在料液比(即有机溶剂的用量)为 1:5,提取时间为 0.5 h 的条件下,观察翅果油提取率在不同提取温度下的变化趋势。

在温度低于 85℃ 时,翅果油提取率也会随着温度的上升

而增加(图3)。提取温度高于85℃时,提取率反而下降,可能是由于温度高于石油醚的沸点,石油醚的挥发速度太快,部分石油醚在烧瓶中以气态形式存在,使料液比降低,提取率呈现下降的趋势。因此,85℃为翅果油提取的最适温度。

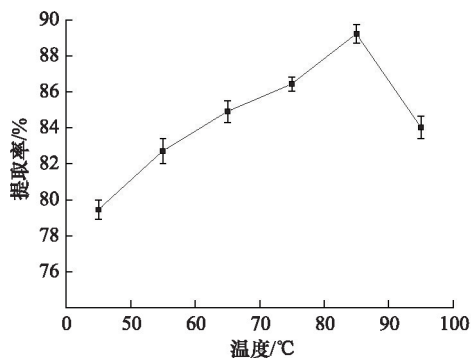


图3 提取温度对提取率的影响

Fig. 3 Effect of temperature on extraction rate

2.2.3 料液比对提取率的影响

料液比是提取过程中影响油脂提取率的重要因素,用量过少,提取不彻底,提取率不高;用量太多,不仅增加了生产成本,还给后续的处理工作带来诸多麻烦。以石油醚作溶剂,在75℃,提取0.5 h,翅果油的提取率在不同料液比下的变化(图4)。

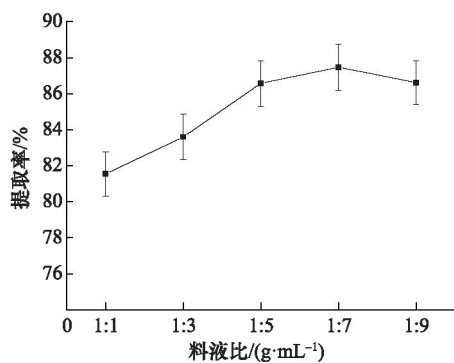


图4 料液比对提取率的影响

Fig.4 Effect of material-liquid ratio on the extraction rate

提取率随着料液比的升高而增高,料液比为1:5时,提取率为86.57%(图4)。但是继续增大料液比,提取率的增大幅度有限,在料液比为1:7时,提取率87.46%,仅增长了0.1%,溶剂原料液达到饱和状态。因此,选择1:5作为最佳料液比。

2.3 响应面法优化翅果油提取工艺

2.3.1 响应面优化试验结果

在单因素试验基础上,选取提取时间(A)、提取温度(B)、料液比(C)作为考察因子,以翅果油提取率(Y)作为试验指标,开展响应面分析试验(表2)。温度升高,使得溶剂分子与油脂分子之间的动能增大,加速了分子的扩散作用,从而使提取率升高。

表2 中心组合试验设计方案与结果

Table 2 Central composite design and experimental results

编号	提取时间/h	提取温度/°C	料液比/(g·mL ⁻¹)	提取率/%
1	0	0	0	89.65
2	0	0	0	90.75
3	-1	0	1	87.75
4	0	1	1	88.18
5	-1	0	-1	83.70
6	0	0	0	89.69
7	-1	-1	0	81.31
8	0	1	-1	83.79
9	1	0	-1	86.33
10	1	1	0	86.96
11	1	0	1	91.79
12	0	-1	1	80.89
13	0	-1	-1	73.15
14	1	-1	0	88.71
15	-1	1	0	90.89

2.3.2 回归方程及方差分析

经 Design Expert 7.1.6 软件多元回归拟合试验数据(表2),得二次多元回归模型,即:翅果籽油的提取率与提取时间、温度、料液比3因素之间的反应曲面拟合方程为:

$$Y(\%)=90.03+1.27\times A+3.22\times B+2.71\times C-2.83\times A\times B+0.35\times A\times C-0.84\times B\times C+1.41\times A^2-4.48\times B^2-4.05\times C^2$$

其决定系数 $R^2=0.9547$ 。表明该方程拟合程度较好。对Y影响显著的是B,C, AB, A²; A, AC, BC, B², C²交互项影响不显著,可以忽略。各因素影响次序为: B>C>A, 即: 温度>料液比>时间。

回归方程的变量对响应值有显著的影响,通过F检验来判断,概率P的值(P<0.05)越低,而相应变量越显著(表3)。模型P值为0.0001, (P<0.01),说明提取率回归方程有非常显著的回归效果,模型中失拟项的P值为0.0736(P>0.05),表明模型失拟项不明显,响应结果能较好地由模型建立的回归方程解释并对最佳工艺提取条件进行预测。

模型的整体水平非常显著,表明回归模型良好的吻合着试验结果(表3)。各项系数估计值和各项对试验结果的影响,在3个因素中分析显著性可知,影响最为显著的是温度,从大到小影响作用顺序依次为: 温度>料液比>时间。

2.3.3 响应曲面分析

以拟合方程为基准,固定任何一个因素在0水平上,得交互另外2个影响因子的结果,获得了响应面和二维等高线(图5、图6、图7)。

表3 显著性分析结果

Table 3 Significance test results

方差来源	方差和	自由度	均方根误差	比值 <i>F</i>	显著水平 <i>P</i>
A	12.85	1	12.85	4.10	0.0987
B	82.95	1	82.95	26.47	0.0036
C	58.54	1	58.54	18.67	0.0076
AB	32.09	1	32.09	10.24	0.0240
AC	0.50	1	0.50	0.16	0.1069
BC	2.81	1	2.81	0.90	0.3875
A ²	7.38	1	7.38	2.36	0.1855
B ²	73.98	1	73.98	26.61	0.0046
C ²	60.60	1	60.60	19.34	0.0070
回归	330.3	9	36.67	11.70	0.0073
剩余	15.67	5	3.13		
失拟	14.89	5	4.96	12.75	0.0736
误差	0.78	2	0.39		
总和	345.70	14			
R ²	0.9547				

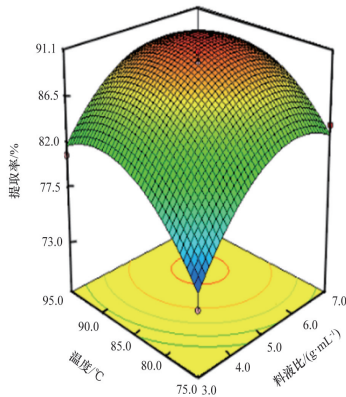


图5 温度和料液比交互对得率的影响

Fig. 5 Effect of extraction temperature and material-liquid ratio on extraction rate

温度与料液比之间的交互作用不太明显,料液比对翅果油得率的影响先增高后下降,且得率因料液比的变化变得非常敏感,料液比接近 1:5 时,变化逐渐缓和(图5)。温度对翅果油的得率几乎不存在干扰。从等高线图能够更加直观地看到在设计范围内存在较优区域,在这个区域里得率增加趋势比较缓和,获取极大值即最佳点。料液比与时间的交互作用非常明显(图6),当提取时间处于中心处前半部分时,翅果油得率随料液比的增大而降低,随着时间的延长,随料液比的增加得率反而降低。温度与时间的交互作用不明显(图7),提取率随时间的推移没有大的改变。

根据提取时间、温度、料液比3个因素的交互影响,利用 Design Eexpert 7.1.6 软件对工艺条件进行优化,得到翅果油

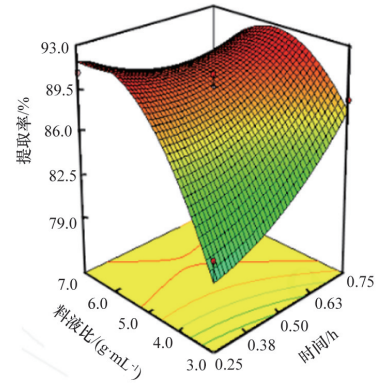


图6 料液比和时间交互对得率的影响

Fig.6 Effect of material-liquid ratio and extraction time on extraction rate

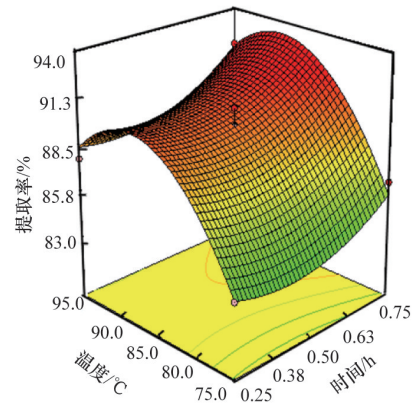


图7 时间与温度交互对得率的影响

Fig. 7 Effect of extraction time and extraction temperature on extraction rate

提取最佳工艺条件为:提取时间 45 min,温度 88°C,料液比为 1:5;在此条件下,翅果油的提取率为 93.29%。平行验证试验 3 次,达到 92.44% 的提取率,基本吻合预测值。说明该模型可以更好地预测提取率与各个因素之间的关联。所以,使用修订后的提取方法取得准确、可靠的提取参数,并有一定的实际使用价值。

2.4 翅果油中脂肪酸成分的测定

运用溶剂法提取的翅果油树种仁油,得出翅果油树种仁的粗脂肪含量达 55.29%。按照 1.2.5 部分所述方法对翅果油树种仁油的处理并进行 GC-MS 分析,所得质谱图经 GC-MS 分析和人工解析,共检测出 28 种物质(表4)。

翅果油中含有脂肪酸和脂肪酸烷基酯 28 种(表4),其中有 12 种为饱和脂肪酸,共占 3.47%。不饱和脂肪酸中有 9 种酯类脂肪酸,共占 54.17%,有 4 种相对含量较高,分别为油酸甲酯 12.86%,棕榈酸甲酯 10%,十五烷酸甲酯 9.78%,亚油酸甲酯 16.57%。翅果油中不饱和脂肪酸含量较高,膳食中饱和脂肪酸含量过高,会导致脂肪酸代谢紊乱,引发心血管疾

病。而不饱和脂肪酸具有降低血脂等生理作用,可见翅果油可能具有独特的生理功能。

表4 翅果油中脂肪酸的组成及含量

Table 4 Composition and content of Kernel oil fatty acid

编 号	保留时 间/min	脂肪酸	分子式	分 子 量	相 对 含 量/%
1	9.499	1,1-二甲基庚烷	C ₉ H ₂₀	128	0.33
2	15.628	壬醛二甲缩醛	C ₁₁ H ₂₄ O ₂	188	0.37
3	21.387	1-碘十三烷	C ₁₃ H ₂₇ I	310	0.28
4	21.832	苯酚,2,4-二(1,1-二甲基)	C ₁₁ H ₁₆ O	164	0.23
5	24.119	十一醛二甲缩醛	C ₁₃ H ₂₈ O ₂	216	0.22
6	24.599	十六烷	C ₁₆ H ₃₄	226	0.21
7	26.262	十七烷	C ₁₇ H ₃₆	240	0.33
8	27.192	三十一烷	C ₃₁ H ₆₄	436	0.2
9	28.486	甲基甲酯十二烷	C ₁₄ H ₃₀ O ₂	230	0.21
10	30.375	十六烯酸甲酯(棕榈酸甲酯)	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	268	10
11	30.676	二十七烷	C ₂₇ H ₅₆	380	0.34
12	30.797	13-甲基,十五烷酸甲酯	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	270	9.78
13	31.490	2-溴十二烷	C ₁₂ H ₂₅ Br	249	0.34
14	33.021	5-(1-碘基-1-甲基-乙基)-3,3-二甲基-二氢-呋喃-2-酮	C ₉ H ₁₅ IO ₂	282	0.57
15	34.026	亚油酸甲酯	C ₁₉ H ₃₄ O ₂	294	16.57
16	34.136	9硬脂酸(z)-甲酯(油酸甲酯)	C ₁₉ H ₃₆ O ₂	296	12.86
17	34.655	4-(P-甲氧基苯基)-3-丁烯-2-酮缩氨基硫脲	C ₁₆ H ₂₃ N ₃ OS	305	0.92
18	36.463	1,2-环己烷二甲酸,异己基4辛酯	C ₂₂ H ₄₀ O ₄	368	0.78
19	36.510	亚硫酸-十六烷基-2-戊酯	C ₂₁ H ₄₄ O ₃ S	376	0.75
20	37.532	68碳酸	C ₆₈ H ₁₃₆ O ₂	984	0.26
21	38.578	2,6,10,14-四甲基十六烷	C ₂₀ H ₄₂	282	0.29
22	41.997	1-碘癸烷	C ₁₀ H ₂₁ I	268	0.26
23	46.821	16-甲基,十七烷酸甲酯(硬脂酸甲酯)	C ₁₉ H ₃₈ O ₂	298	0.7
24	49.882	壬酸甲酯	C ₁₀ H ₂₀ O ₂	198	0.29
25	54.105	偶氮二甲酸二苄酯	C ₁₆ H ₁₄ N ₂ O ₄	282	0.22
26	54.353	3,8-二甲基癸烷	C ₁₂ H ₂₆	170	0.27
27	55.878	1,2-苯并异噻唑啉-3-硅烷基胺	C ₇ H ₉ N ₂ SSi	131	0.22
28	56.201	六甲基环三硅氧烷	C ₆ H ₁₈ O ₃ Si ₃	222	0.41

3 讨论

目前国内外普遍采用的抽提法中,索氏抽提法是公认的经典方法。抽提结果表明,翅果油树种子中含有55.29%的粗脂肪,与王念文等^[1]的结果相符。在优化条件:提取时间45 min,温度88℃,料液比为1:5,翅果油的提取率达到92.44%,与普通的索氏提取条件^[9]相比,提取时间短,提取温度相对较低,出油率高,工艺相对简单,具有较好的推广应用前景。本文只对翅果油的提取工艺进行研究,后续还可以从加工技术和加工工艺对翅果油的品质变化规律的影响,通过建立翅果油树种仁油加工品质控制体系来指导生产实践。

从翅果油中检测出脂肪酸和脂肪酸烷基酯28种,其中有12种为饱和脂肪酸,不饱和脂肪酸中有9种酯类脂肪酸。不饱和脂肪酸油酸甲酯12.86%,亚油酸甲酯16.57%,与杜俊民等^[8]油酸甲酯33.6%,亚油酸甲酯54.8%,滕红梅等^[9]得出的结论油酸甲酯40.36%,亚油酸甲酯50.38%,相比结果差异较大,经过初步分析认为这可能是由于种子的来源不同,或者在检测过程中翅果油脂肪酸的分离效果不一样,这些推断需要在后续的研究工作中进行更深入的验证与分析。

4 结论

在单因素试验设计的基础上,运用Design Expert 7.1.6进行响应面设计及数据分析,建立了响应值和各因素间的模型方程,得出翅果油树种仁油提取工艺的最佳条件是:提取温度88℃,时间45 min,料液比为1:5;在此条件下,翅果油的提取率为93.29%。结果表明:翅果油中包含28种脂肪酸,其中有12种饱和脂肪酸,共占3.47%。不饱和脂肪酸中有9种酯类脂肪酸,共占54.17%,相对含量较高的有4种,分别为油酸甲酯12.86%,棕榈酸甲酯10%,十五烷酸甲酯9.78%,亚油酸甲酯16.57%。平行3次验证试验,翅果油的提取率达到92.44%,基本吻合预测值。说明通过优化响应面后得出的回归方程具有一定理论意义。

参考文献(References)

- [1] 庞晓慧, 张华新, 刘涛. 我国特有珍稀植物翅果油树开发利用的探讨[J]. 林业资源管理, 2006(3): 58-60.
Pang Xiaohui, Zhang Huaxin, Liu Tao. Study on development and use of *elaegnus mollis*, an endemic species to China[J]. Forest Resource Management, 2006(3): 58-60.
- [2] 谢树莲, 凌元洁. 翅果油树体内矿质元素的初步研究[J]. 植物研究, 1994, 14(1): 94-97.
Xie Shulian, Ling Yuanjie. An analysis of the mineral element of *elaegnus mollis diels*[J]. Bulletin of Botanical Research, 1994, 14(1): 94-97.
- [3] 鲁甲龙, 张静, 赵红红, 等. 野生和种植翅果油树中脂肪酸的分布[J]. 山西大学学报: 自然科学版, 2014, 37(2): 285-288.
Lu Jialong, Zhang Jing, Zhao Honghong, et al. Distribution of fatty acids in wild and planted *Elaeagnus Mollis*[J]. Journal of Shanxi University: Natural Science Edition, 2014, 37(2): 285-288.
- [4] Wang Y, Qin Y, Du Z, et al. Genetic diversity and differentiation of the

- endangered tree *Elaeagnus mollis* Diels (*Elaeagnus* L.) as revealed by simple sequence repeat (SSR) markers[J]. *Biochemical Systematics and Ecology*, 2012, 40: 25-33.
- [5] 宋朝枢, 徐容章, 张清华. 中国珍稀濒危保护植物[M]. 北京: 中国林业出版社, 1989.
Song Chaoshu, Xu Rongzhang, Zhang Qinghua. *China rare and endangered plants (Middle)* [M]. Beijing: China Forestry Publishing House, 1989.
- [6] 张红梅, 吴国良, 郝燕燕, 等. 翅果油树的研究进展[J]. 山西农业大学学报: 自然科学版, 2002, 22(3): 278-280.
Zhang Hongmei, Wu Guoliang, Hao Yanyan, et al. Progress of studies on *Elaeagnus Mollis* diels[J]. *Journal of Shanxi University: Natural Science Edition*, 2002, 22(3): 278-280.
- [7] 闫桂琴, 孙建华, 魏凯雁, 等. 稀有濒危植物翅果油树种群黄酮类化合物多样性研究[J]. 植物研究, 2003, 23(4): 443-448.
Yan Guiqin, Sun Jianhua, Wei Kaiyan, et al. Study on the diversity of flavonoids in rare-endangered *Elaeagnus Mollis* population[J]. *Bulletin of Botanical Research*, 2003, 23(4): 443-448.
- [8] 杜俊民, 侯相林, 齐永琴, 等. 翅果种子油的脂肪酸组成和理化性质研究[J]. 中成药, 2005, 27(9): 1070-1071.
Du Junmin, Hou Xianglin, Qi Yongqin, et al. Study on the physicochemical properties and fatty acid composition of *Elaeagnus mollis* seed oil[J]. *Chinese Traditional Patent Medicine*, 2005, 27(9): 1070-1071.
- [9] 滕红梅, 宋双红, 王喆之. 翅果油树种子油的脂肪酸成分分析[J]. 中国油脂, 2007, 32(3): 82-83.
Teng Hongmei, Song Shuanghong, Wang Zhezhi. Fatty acid compositions analysis of *Elaeagnus Mollis* seed oil[J]. *China Oils and Fats*, 2007, 32(3): 82-83.
- [10] 王守娣, 韩荣国, 张连水, 等. 超临界二氧化碳萃取翅果油的研究[C]. 第六届全国超临界流体技术学术及应用研讨会论文集, 2006.
Wang Shoudi, Han Rongguo, Zhang Lianshui, et al. Research progress of *Elaeagnus Mollis* seed oil by Supercritical carbon dioxide extraction [C]. *Proceedings of The Sixth National Symposium on Supercritical Fluids Technology and Application*, 2006.
- [11] 王念文, 刘世鹏, 杨帆. 翅果油树[J]. 中国油脂, 2003, 28(5): 10-12.
Wang Nianwen, Liu Shipeng, Yang Fan. *Elaeagnus mollis*[J]. *China Oils and Fats*, 2003, 28(5): 10-12.
- [12] 杨晓玲, 郭金耀. 翅果油树资源及开发利用[J]. 植物杂志, 1995(3): 12.
Yang Xiaolin, Guo Jinyao. Exploitation and Utilization of *Elaeagnus mollis* Resources[J]. *Plants*, 1995(3): 12.
- [13] 赵悦茗, 王建中. 翅果油树资源研究进展[J]. 河北林果研究, 2007, 22(2): 154-158.
Zhao Yueming, Wang Jianzhong. Research progress on *Elaeagnus mollis* diels as a kind of woody oil-plant resource[J]. *Hebei Journal of Forestry and Orchard Research*, 2007, 22(2): 154-158.
- [14] 张峰, 上官铁梁. 山西翅果油树群落优势种群分布格局研究[J]. 植物生态学报, 2000, 24(5): 590-594.
Zhang Feng, Shangguan Tieliang. Population patterns of dominant species in *Elaeagnus mollis* communities in Shanxi[J]. *Acta Phytocologica Sinica*, 2000, 24(5): 590-594.
- [15] 冯宝英, 杨坪荣. 翅果油树种仁化学成分分析研究[J]. 山西林业科技, 1989, 4(6): 6-9.
Feng Baoying, Yang Pingrong. Study the chemical constituents of *Elaeagnus mollis* seed [J]. *Shanxi Forestry Science and Technology*, 1989, 4(6): 6-9.
- [16] 梁钻好, 杜冰, 谢蓝华, 等. 水酶法提取美藤果粕油脂的工艺研究[J]. 食品科技, 2015(1): 199-202.
Liang Zuanhao, Du Bing, Xie Lanhua, et al. Oil extracting process of dregs of *Sacha inchi* by aqueous enzymatic method [J]. *Food Science and Technology*, 2015(1): 199-202.
- [17] 邓红, 吉生铎, 李招娣, 等. 文冠果籽油的微波辅助提取工艺优化及组成分析[J]. 食品与发酵工业, 2007, 33(6): 149-153.
Deng Hong, Ji Shengduo, Li Zhaodi, et al. Optimization condition for extraction *Xanthoceras sorbifolia Bunge* seeds oil by microwave assistant and its composition analysis[J]. *Food and Fermentation Industries*, 2007, 33(6): 149-153.
- [18] Stanislavljević I T, Lazić M L, Veljković V B. Ultrasonic extraction of oil from tobacco (*Nicotiana tabacum* L.) seeds[J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2007, 14(5): 646-652.
- [19] 邓红, 仇农学, 孙俊, 等. 超声波辅助提取文冠果籽油的工艺条件优化[J]. 农业工程学报, 2007, 23(11): 249-254.
Deng Hong, Qiu Nongxue, Sun Jun, et al. Optimization of ultrasonic-assisted extraction technology of oil from *Xanthoceras sorbifolia burge* seeds[J]. *Transactions of the CSAE*, 2007, 23(11): 249-254.
- [20] 郝一男, 王喜明, 丁立军. 文冠果籽油制备生物柴油的工艺研究[J]. 内蒙古农业大学学报: 自然科学版, 2011, 32(2): 224-229.
Hao Yinan, Wang Ximing, Ding Lijun. The research of biodiesel produced by *Xanthoceras Sorbifolia Bunge* oil[J]. *Journal of Inner Mongolia Agricultural University Natural Science Edition*, 2011, 32(2): 224-229.
- [21] 张芳, 程丽华, 徐新华, 等. 能源微藻采收及油脂提取技术[J]. 化学进展, 2012, 24(10): 2062-2072.
Zhang Fang, Cheng Lihua, Xu Xinhua, et al. Technologies of microalgal harvesting and lipid extraction[J]. *Progress in Chemistry*, 2012, 24(10): 2062-2072.
- [22] 刘旷. 大扁杏仁水酶法提油及水解蛋白性质研究[D]. 西安: 陕西科技大学, 2014.
Liu Kuang. Extraction of oil from *sweet apricot* kernel using aqueous enzymatic method and properties of protein hydrolysates[D]. Xi'an: Shanxi University of Science and Technology, 2014.
- [23] 胡雪, 张晶, 林年丰. 黄花草木樨各部位脂肪酸含量比较[J]. 食品研究与开发, 2014, 35(4): 87-89.
Hu Xue, Zhang Jing, Lin Nianfeng. Study on the extracting technology of *Melilotus officinalis* and analysis of fatty acid by GC-MS[J]. *Food Research and Development*, 2014, 35(4): 87-89.
- [24] 廖丽萍, 肖爱平, 冷鹏, 等. 不同品种亚麻籽脂肪酸含量的GC-MS分析[J]. 中国麻业科学, 2014(2): 68-71.
Liao Liping, Xiao Aiping, Leng Juan, et al. Analysis of fatty acids of *flaxseed* with GC-MS[J]. *Plant Fiber Sciences in China*, 2014(2): 68-71.
- [25] 贺绍琴, 张君萍, 阿布力米提·伊力, 等. 莴苣籽油的超临界 CO₂ 萃取工艺及其脂肪酸组成分析[J]. 中国油脂, 2015, 40(1): 1-5.
He Shaoqin, Zhang Junping, Abulimit Yili, et al. Supercritical CO₂ extraction of *Lactuca sativa* L. seed oil and its fatty acid composition [J]. *China Oils and Fats*, 2015, 40(1): 1-5.
- [26] 关海宁, 乔秀丽, 刁小琴. 响应面法优化稻壳多糖超声辅助酶提取工艺研究[J]. 粮食与油脂, 2014, 27(1): 49-52.
Guan Haining, Qiao Xiuli, Diao Xiaoqin. Optimization of ultrasonic-assisted enzyme extraction for polysaccharide from rice hull by response surface method[J]. *Cereals and Oils*, 2014, 27(1): 49-52.
- [27] 罗平, 孙俊杰, 王莎莎, 等. 表面活性剂——超声提取莲子心总生物碱工艺研究[J]. 药物化学, 2014, 2(3): 21-29.
Luo Ping, Sun Junjie, Zhang Shasha, et al. Surfactant-mediated ultrasonic-assisted extraction of total alkaloids of *plumula nelumbinis*

- [J]. Hans Journal of Medicinal Chemistry, 2014, 2(3): 21-29.
- [28] 许海燕, 多本加. 响应曲面法优化超声—微波辅助提取秦岭龙胆挥发油的工艺研究[J]. 云南林业科技, 2014, 43(3): 37-44.
Xu Haiyan, Duo Benjia. Optimization of the processing of ultrasonic-microwave synergistic extraction of volatile oil from *Gentiana apiata* by RSM[J]. Yunnan Forestry Science and Technology, 2014, 43(3): 37-44.
- [29] 申爱荣, 谭著明, 李昌珠, 等. 水酶法提取光皮树油的研究[J]. 中国油脂, 2010, 35(3): 6-9.
Shen Airon, Tan Zhuming, Li Changzhu, et al. Aqueous enzymatic extraction of *Cornus wilsoniana* fruit oil[J]. China Oils and Fats, 2010, 35(3): 6-9.
- [30] 朱振宝, 刘旷, 易建华, 等. 3种不同方法提取大扁杏仁油脂性质比较[J]. 中国粮油学报, 2015, 30(2): 57-60.
Zhu Zhenbao, Liu Kuang, Yi Jianhua, et al. Comparative research on the properties of three different extraction method of almonds oil from *prunus armeniaca* Linn[J]. Journal of the Chinese cereals and Oils Association, 2015, 30(2): 57-60.
- [31] Kong W, Liu N, Zhang J, et al. Optimization of ultrasound-assisted extraction parameters of chlorophyll from *Chlorella vulgaris* residue after lipid separation using response surface methodology[J]. Journal of Food Science and Technology, 2014, 51(9): 2006-2013.
- [32] 王涛, 颜明, 郭海波. 一种新的回归分析方法——响应曲面法在数值模拟研究中的应用[J]. 岩性油气藏, 2011, 23(2): 100-104.
Wang Tao, Yan Ming, Guo Haibo. Application of response surface regression analysis technique to numerical simulation[J]. Lithologic Reservoirs, 2011, 23(2): 100-104.
- [33] 赵见军, 马玉娟. 响应面法优化核桃粕油脂提取工艺[J]. 江苏农业科学, 2014, 42(7): 274-276.
Zhao Jianjun, Ma Yujuan. Optimization of extraction process of walnut oil by response surface method[J]. Jiangsu Agricultural Sciences, 2014, 42(7): 274-276.
- [34] Ratnam B V V, Rao S S, Mendu D R, et al. Optimization of medium constituents and fermentation conditions for the production of ethanol from *palmyra jaggery* using response surface methodology[J]. World Journal of Microbiology and Biotechnology, 2005, 21(4): 399-404.
- [35] 张豪, 乙引, 洪鲲, 等. 响应面法优化酶促脂肪酸甲酯化工艺条件[J]. 农业工程学报, 2011, 27(14): 125-130.
Zhang Hao, Yi Yin, Hong Kun, et al. Optimization of lipase-catalyzed methyl esterification of fatty acids by response surface method[J]. Transactions of the CSAE, 2011, 27(14): 125-130.
- [36] 陈曾, 吴玉龙, 陶玲, 等. 响应曲面法优化文冠果油提取工艺的研究[J]. 农产品加工·学刊, 2010(7): 8-12, 16.
Chen Zeng, Wu Yulong, Tao Ling, et al. Optimization of extraction of oil from *Xanthoceras Sorborifolia Bunge* with response surface methodology[J]. Academic Periodical of Farm Products Processing, 2010(7): 8-12, 16.
- [37] 丁立军. 文冠果种仁油制备生物柴油技术的研究[D]. 呼和浩特: 内蒙古农业大学, 2013.
Ding Lijun. Biodiesel synthesis of *Xanthoceras Sorbifolia Bunge* seed oil [D]. Hohhot: Inner Mongolia Agricultural University, 2013.
- [38] 胡礼禹, 马玲, 胡礼俊, 等. 不同提取溶剂和方法组合从落叶松毛虫蛹中提取的脂肪酸成分和含量的比较[J]. 昆虫学报, 2012, 55(1): 116-121.
Hu Liyu, Ma Ling, Hu Lijun, et al. Comparison of composition and content of fatty acids extracted from pupae of *dendrolimus superans* (*Lepidoptera: Lasiocampidae*) with combinations of different extraction solvents and methods[J]. Acta Entomologica Sinica, 2012, 55(1): 116-121.
- [39] 寇秀颖, 于国萍. 脂肪和脂肪酸甲酯化方法的研究[J]. 食品研究与开发, 2005, 26(2): 46-47.
Kou Xiuying, Yu Guoping. Study on the method of fatty acid methyl esters[J]. Food Research and Development, 2005, 26(2): 46-47.

Optimization of the extraction conditions of *Elaeagnus mollis* kernel oil by response surface methodology

ZHU Yahong, WANG Junqi, SU Yinquan, HUANG Xiaohua, ZHU Mingqiang

College of Forestry, Northwest A&F University, Yangling 712100, China

Abstract In this paper, an experimental method of the central composite design is used to determine the kernel oil content in the *Elaeagnus mollis* preparation. Based on the Design Expert software, a quadratic model is established with independent variables of the kernel oil content, such as the extraction time, the extraction temperature and the material-liquid ratio. The response values satisfying all expectations are optimized, and the most excellent extraction conditions of the *Elaeagnus mollis* kernel oil are 45 min for the extraction time, 88°C, for the extraction temperature and 1:5 for the material-liquid ratio. Under these conditions, the actual extraction rate of the kernel oil is 92.44%. The result of the verification experiment for the formulation is consistent with the prediction. The fatty acids in the *Elaeagnus mollis* kernel oil are analyzed by GC-MS. The results show that 28 kinds of fatty acids and 9 kinds of unsaturated fatty acids are identified. They are mainly composed of 12.86% methyl oleic, 10% methyl palmitate, pentadecanoic, 9.78% acid methyl ester, and 16.57% linoleic acid methyl. This extraction method is an environmentally benign and advantageous scheme for the production of kernel oil from *Elaeagnus mollis*, which will be further transformed into the value-added biomaterials and bioethanol.

Keywords *Elaeagnus mollis*; kernel oil; central composite design; response surface methodology

(责任编辑 吴晓丽)