

Optimization of Preparation of Macadamia Nut Oil by Supercritical CO₂ Extraction

Yao Liu, Guang Yang, Jialiag Zhuo, Yufei Chen, Shijun Wu[†]

School of Gardening and Food, Guangdong Eco-engineering Polytechnic, Guangzhou, Guangdong, 510520, China

Email: 626535349@qq.com

Abstract

The purpose of this study is to optimize the supercritical CO₂ extraction process of macadamia nut oil, improve the yield and quality of macadamia nut oil, and provide reference for the development and utilization of macadamia nut oil products. Single factor experiment and response surface methodology were used to optimize the process of supercritical CO₂ extraction of macadamia nut oil, and the fatty acid composition, polyphenols, squalene, sterol and other active components of hard macadamia nut oil under the optimal conditions were analyzed by GC/MS, Folin Ciocalteui and other national standard methods. The results showed that the influence degree of each factor was as follows: extraction temperature (A)>extraction pressure (B)>extraction time (C); AB, AC and BC had no significant effect on the yield of macadamia nut oil in the interaction terms. The effect of AB, AC and BC on the yield of macadamia nut oil was AC>BC>AB. The optimum process conditions of Macadamia nut oil obtained by response surface methodology were as follows: the extraction temperature was 51 °C, the pressure was 28 MPa, and the extraction time was 2.6 h. Under this condition, the theoretical predicted yield of Macadamia nut oil was 73.35%, and the actual yield was 72.55%. The theoretical predicted value was basically consistent with the actual measured value. Macadamia nut oil was analyzed by GC/MS and 13 fatty acids were identified, among which oleic acid, palmitoleic acid and palmitic acid were relatively high, 34.572%, 9.001% and 5.876% respectively. The acid value and peroxide value of macadamia nut oil are 0.4 mg/g and 4.13 mmol/kg respectively, which meet the Chinese edible oil standard. The content of sterol, polyphenol and squalene is 0.24 g/100g and 26.4 respectively μ G/g and 37.3 mg/100g. Chlorophyll and vitamin E were not detected. The results of this study can provide some reference for the subsequent development of macadamia nut oil products.

Keywords: Macadamia Nut oil; Supercritical CO₂ Extraction; Response Surface Methodology; Quality Analysis

超临界 CO₂ 萃取制备澳洲坚果油的工艺优化*

刘姚, 杨光, 卓佳良, 陈宇飞, 吴世军[†]

广东生态工程职业学院 园艺与食品学院, 广东广州 510520

摘要: 利用单因素实验及响应面法优化超临界 CO₂ 萃取澳洲坚果油的工艺, 并利用 GC/MS、Folin-Ciocalteui 法等国标方法, 分析最优条件下坚澳洲坚果油的脂肪酸组成、多酚等活性成分。结果表明: 各因素影响程度依次为: 萃取温度 (A) > 萃取压力 (B) > 萃取时间 (C); 交互项中 AB、AC 和 BC 对澳洲坚果油得率没有显著影响, AB、AC 和 BC 对澳洲坚果油得率的影响表现为 AC>BC>AB。响应面法优化得到的澳洲坚果油最佳工艺条件为萃取温度为 51 °C, 压力为 28 MPa, 萃取时间为 2.6 h, 在此条件下, 澳洲坚果油理论预测得率为 73.35%, 实际得率为 72.55%, 理论预测值与实际测定值基本一致。澳洲坚果油经 GC/MS 分析, 共鉴定出 13 种脂肪酸, 其中油酸、棕榈油酸、棕榈酸含量相对较高, 分别为 34.572%、9.001%和 5.876%。经测定, 澳洲坚果油的酸价和过氧化值分别为 0.4 mg/g、4.13 mmol/kg, 符合我国食用油标准, 甾醇、多酚和角鲨烯含量分别为 0.24 g/100g、26.4 μg/g 和 37.3 mg/100g, 未检出叶绿素和维生素 E。本研究结果可

*基金资助: 本文系广东省省级科技计划项目-澳洲坚果新品系栽培示范与新产品开发利用 (2023B0208010001)。

为后续开发澳洲坚果油产品提供一定的参考依据。

关键词：澳洲坚果油；超临界 CO₂ 萃取；响应面试验；品质分析

引言

澳洲坚果 (*Macadamia integrifolia*) 又名夏威夷果, 属山龙眼科澳洲坚果属^[1], 其坚果仁营养成分极其丰富, 含油率高达 70%~80%, 且是唯一大量含有棕榈油酸 (palmitoleic acid, POA) 的木本坚果^[2-3]; 此外, 其果仁还含有丰富的甾醇和多酚等多种天然活性物质^[4]。坚果仁油是一种营养丰富的功能性油脂, 目前关于澳洲坚果油的成分分析和开发利用已成为国内外研究热点^[5-8]。

常见的澳洲坚果油的制备方法有溶剂萃取法、亚临界流体萃取法、水剂法和压榨法^[9-13]。有研究者利用水剂法、压榨法和溶剂法等不同提取方法制备澳洲坚果油, 并对其理化性质、活性成分、脂肪酸组成、挥发性风味成分等进行对比分析, 结果表明, 三种提取方式所得澳洲坚果油的酸价、过氧化值等理化指标均符合国家食用油标准, 压榨法所得澳洲坚果油的不饱和脂肪酸的含量和总酚酸的含量均比其他两种方式所得澳洲坚果油的高, 表现出较好的产品特性, 另外压榨法所得澳洲坚果油, 其矿物质含量较高, 并分离出 41 种挥发性风味物质, 主要包括烯类、醛类、酚类等 7 类化合物^[14-15]。还有研究者利用螺旋热榨、螺旋冷榨、液压压榨等不同压榨方式制备澳洲坚果油, 并对其品质和抗氧化活性进行比较, 结果表明, 液压压榨方法所得澳洲坚果油品质最佳, 其中油酸、棕榈油酸、亚油酸的含量分别为 62.66%、16.75%、1.47%, 总酚含量为 671.11 μg/ml^[16]。

目前还未有对澳洲坚果油超临界 CO₂ 萃取工艺的研究。本文采用超临界 CO₂ 萃取技术对澳洲坚果油进行萃取, 在单因素实验基础上, 基于 Central Composite 中心组合设计原理, 以澳洲坚果油得率为响应值, 选择对其具有显著影响的因素进行响应面优化试验, 建立超临界 CO₂ 萃取澳洲坚果油的最优模型, 并对澳洲坚果油脂脂肪酸组成、功能性成分和相关理化性质进行了分析, 旨在为澳洲坚果油产品的开发利用提供理论依据。

1 实验材料与方法

1.1 实验材料与设备

澳洲坚果仁, 阳春市星宝坚果发展有限公司; 37 种脂肪酸甲酯混标 (美国 NU-CHEK 标准物质公司)、角鲨烯标准品 (坛墨质检标准物质中心)/正己烷、甲醇为色谱级试剂 (上海安谱实验科技股份有限公司), 硫代硫酸钠滴定溶液标准物质 (上海安谱实验科技股份有限公司), 氢氧化钠滴定溶液标准物质 (上海安谱实验科技股份有限公司), 福林酚试剂 (坛墨质检标准物质中心), β-谷甾醇标准品 (坛墨质检标准物质中心), 豆甾醇 (坛墨质检标准物质中心)。

气相色谱仪 (Agilent 7890A); 液相色谱仪 (LC-20AT); HA220-40-11 型超临界 CO₂ 萃取装置; 台式冷冻离心机: (Sorvall ST16R Thermo); 紫外分光光度计: (UV-1800)。

1.2 实验方法

1.2.1 澳洲坚果油的萃取

采用一萃二分工艺方法进行, 每次于 50 L 萃取釜中装填澳洲坚果仁粉碎原料 5 kg, 萃取釜的温度及压力依据每次的萃取要求设定。当萃取釜、分离釜达到所选定温度后, 开启 CO₂ 钢瓶, CO₂ 气体经净化器净化、冷却后, 由高压泵送入预热器预热, 再经净化进入萃取釜, 当压力达到设定值时, 开始计时, 对坚果仁粉碎中的油脂进行萃取, CO₂ 经分离釜减压与萃出物分离后循环使用。保持恒温恒压至选定时间后, 从分离釜的底部放出澳洲坚果油, 每隔 15 min 接取澳洲坚果油, 将分离得到的澳洲坚果油称重并计算得率。

$$\text{得率} = \frac{\text{萃取所得油的质量/g}}{\text{萃取所用原料的质量/g}} \times 100\%$$

1.2.2 单因素实验设计

在进行响应面分析之前，先通过单因素实验选出对澳洲坚果油得率具有显著影响的因素，并确定其实验水平。实验共设置 4 个影响因素：萃取压力、萃取温度、萃取时间、CO₂ 流量。

(1) 萃取压力对澳洲坚果油得率的影响

在萃取温度为 45℃，CO₂ 流量为 20 L/h，萃取时间为 3 h 的条件下，考察萃取压力（22 MPa、24 MPa、26 MPa、28 MPa、30 MPa）对澳洲坚果油得率的影响。

(2) 萃取温度对澳洲坚果油得率的影响

在 1.2.2.1 的最佳压力下，CO₂ 流量为 20 L/h，萃取时间为 3 h 的条件下，考察萃取温度（35 ℃、40 ℃、45 ℃、50 ℃、55 ℃）对澳洲坚果油得率的影响。

(3) 萃取时间对澳洲坚果油得率的影响

在 1.2.2.1 的最佳压力下，1.2.2.2 的最佳温度下，CO₂ 流量为 20 L/h 的条件下，考察萃取时间（1.0 h、1.5 h、2.0 h、2.5 h、3.0 h）对澳洲坚果油得率的影响。

(4) CO₂ 流量对澳洲坚果油得率的影响

在 1.2.2.1 的最佳压力下，1.2.2.2 的最佳温度下，1.2.2.3 最佳萃取时间的条件下，考察 CO₂ 流量（15 L/h、20 L/h、25 L/h、30 L/h、35 L/h）对澳洲坚果油得率的影响。

1.2.3 响应面法优化实验

通过 Design Expert 13.0 软件，基于 Central Composite 中心组合设计原理，以得油率（Y）为响应值，选择对澳洲坚果油得率具有显著影响的因素进行响应面优化试验。确定坚果油萃取工艺条件，并进行验证。

1.2.4 澳洲坚果油脂肪酸组成分析

利用最佳超临界 CO₂ 萃取工艺，制备的澳洲坚果油经 GC/MS 分析，鉴定其脂肪酸组成：

样品处理（脂肪酸甲酯化）：取 100.00 mg 样品到 20.00 mL 离心管（带螺旋盖），加入 10.00 mL 正己烷溶解样品，然后加入 100.00 μL 氢氧化钾甲醇溶液（100.00 mL 甲醇中加入 11.20 g 氢氧化钾），盖上螺旋盖，旋涡混匀 1 min 后 5000 r/min 离心 5 min，取上清液 1.00 mL 上机检测。

色谱条件：测器为 FID 检测器；色谱柱：聚二氰丙基硅氧烷强极性固定相，100m¹0.25mm¹0.2μm；进样器温度：270 ℃；检测器温度：280 ℃；程序升温：初始温度 100 ℃，持续 13 min；100-180℃，升温速率 10 ℃/min，保持 6 min；180-200 ℃，升温速率 1 ℃/min，保持 20 min；200-230 ℃，升温速率 4 ℃/min，保持 10.5 min；载气：氮气；分流比：100:1；进样体积：1.00 μL。

测定方法：收集的样品，采用气相色谱仪根据 37 种脂肪酸甲酯标准曲线，按《GB 5009.168-2016 食品安全国家标准食品中脂肪酸的测定》外标法规定执行。

1.2.5 澳洲坚果油活性成分分析

(1) 酚类物质。食子酸的标准曲线：采用 Folin - Ciocalteui 法。称取 0.0100 g 没食子酸标准品，用蒸馏水溶解，冷却定容至 100 mL，此溶液质量浓度为 100 μg/mL。分别取标准溶液 0、50、100、150、200、250、300、350、400 μL 到刻度试管中，用蒸馏水补足到 6 mL；再依次加入 1 mL FC 显色剂溶液、3 mL 7.5 % Na₂CO₃ 溶液，摇匀，得到没食子酸标准溶液的质量浓度分别为 0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50、3.00、3.50、4.00 μg/mL，室温放置显色 2 h，在 76 nm 波长下测定吸光值。以没食子酸质量浓度为横坐标，对应吸光值为纵坐标建立标准曲线。

多酚类物质总酚含量的测定：对不同极性部分的萃取液分别吸取 50 μL 到有刻度试管中，用蒸馏水补足到 6 mL，再顺序加入 1 mL FC 显色剂溶液，3 mL 7.5 % Na_2CO_3 溶液。摇匀，室温放置显色 2 h，在 765 nm 下测定吸光度。由标准曲线求的对应的总酚浓度，以没食子酸计。

(2) 角鲨烯。精密称取澳洲坚果油 2 g(精确到 0.0001 g)到 250 mL 磨口烧瓶中，加入 50 mL 1 mol/L 氢氧化钾-乙醇溶液，在 80 $^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴锅中，回流皂化反应 50 min 后，冷却至室温，将皂化液转移至 250 mL 分液漏斗中，加入正己烷，用力摇动 2 min 后静置 10 min，至溶液分层后，将上层有机相转移至另一只 250 mL 分液漏斗中，下层皂化液再分别加入 30、20 mL 正己烷萃取 2 次，将 3 次上层有机相提取液合并于同一分液漏斗中，每次加入 30 mL 10% 的乙醇溶液洗涤有机相至中性，然后用无水硫酸钠脱去残余水分，在 40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中将溶剂旋转蒸发至近干，最后用正己烷溶解并定容至 10 mL，过 0.45 μm 有机滤膜，气相色谱法测定。

(3) 植物甾醇。精密称取澳洲坚果油 2 g(精确到 0.0001 g)到 50 mL 具塞容量瓶中，准确加入 20 mL 甲醇，超声处理 40 min，室温放凉后，以甲醇定容后，过 0.22 μm 滤膜过滤，采用高效液相色谱法进行测定。

(4) 叶绿素。按《SN/T 0801.21-2001 进出口动植物油脂叶绿素检验方法》测定叶绿素含量。

(5) VE。按《GB 5009.82-2016 食品安全国家标准 食品中维生素 A、D、E 的测定》测定维生素 E 含量。

1.2.6 酸价

按《GB 5009.229-2016 食品安全国家标准食品中酸价的测定》冷溶剂指示剂滴定规定执行。

1.2.7 过氧化值

按《GB 5009.227-2016 食品安全国家标准食品中过氧化值的测定》滴定法规定执行，避免在阳光直射下进行测定，并尽可能避免带入空气。

1.3 数据分析与处理

采用 Excel 2010 软件进行数据分析，GraphPad Prism 8，Design-Expert 13 软件作图。

2 结果与讨论

2.1 单因素实验

2.1.1 萃取压力对澳洲坚果油得率的影响

在萃取温度为 45 $^{\circ}\text{C}$ ， CO_2 流量为 20 L/h，萃取时间为 3 h 的条件下，考察萃取压力对澳洲坚果油得率的影响。结果由图 1 所示，随着萃取压力的增加，澳洲坚果油得率随之增加，但提升幅度逐渐降低，提升率变化范围在 14.29%~58.10%之间。可能原因是当萃取压力影响着萃取环境中澳洲坚果油的溶解速度和介质的扩散系数，当萃取压力在 22-28MPa 范围时，澳洲坚果油的溶解速度随压力升高而增加，有利于澳洲坚果油的萃取，当萃取压力大于 28MPa 时，介质的扩散系数受到影响，从而影响了澳洲坚果油的萃取。从经济角度和安全角度综合考虑，选择萃取压力为 26MPa 左右。

2.1.2 萃取温度对澳洲坚果油得率的影响

在萃取压力为 26MPa、 CO_2 流量为 20 L/h、萃取时间为 3 h 的条件下，考察萃取温度对澳洲坚果油得率的影响。结果由图 2 所示，随着萃取温度的增加，澳洲坚果油得率呈先增加后降低的趋势，在萃取温度为 50 $^{\circ}\text{C}$ 时，澳洲坚果油的得率最高，较萃取温度为 35 $^{\circ}\text{C}$ 的提升了 13.43%。在萃取过程中，温度影响着流体的传质速度和流体的密度，流体的传质速度与温度之间存在着正相关，在 35-50 $^{\circ}\text{C}$ 之间时，随着温度的升高，流体的传质速度也增加，有利于澳洲坚果油的萃取；流体的密度与温度之间存在着负相关，当温度高于

50℃时，随着温度的升高，流体的传质速度降低，溶解力下降，从而影响澳洲坚果油的萃取。综合考虑，选择萃取温度为 45℃左右。

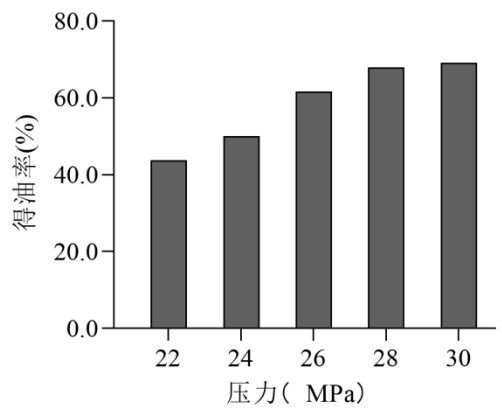


图 1 萃取压力对澳洲坚果油得率的影响

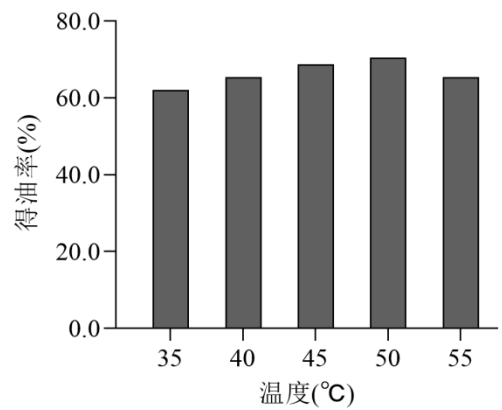


图 2 萃取温度对澳洲坚果油得率的影响

2.1.3 萃取时间对澳洲坚果油得率的影响

在萃取压力为 26MPa、CO₂ 流量为 20 L/h、萃取温度为 45℃的条件下，考察萃取时间对澳洲坚果油得率的影响。结果由图 3 所示，随着萃取时间的增加，澳洲坚果油得率先增加后趋于平稳，在萃取时间为 3 h 时，得油率达到最大值，较萃取时间为 1 h 的提升率为 107.29%。综合考虑，选择萃取时间为 2 h 左右。

2.1.4 CO₂ 流量对澳洲坚果油得率的影响

在萃取压力为 26MPa、萃取温度为 45℃、萃取时间为 2 h 的条件下，考察 CO₂ 流量对澳洲坚果油得率的影响。结果由图 4 所示，随着 CO₂ 流量的增加，澳洲坚果油得率先增加后趋于平稳，但提升率相对较低，在流量为 30 L/h 和 35 L/h 时最大，较 CO₂ 流量为 15 L/h 的提升率同为 11.03%，但澳洲坚果油得率整体变化不大。综合考虑，选择 CO₂ 流量为 25 L/h 左右。

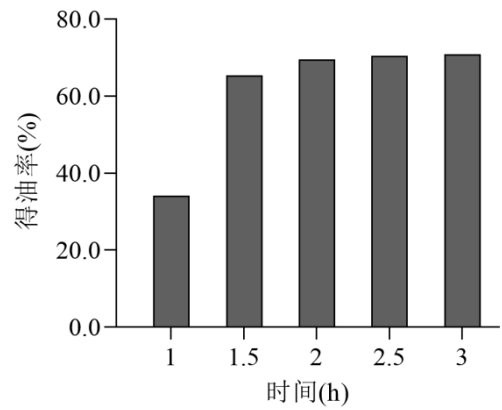


图 3 萃取时间对澳洲坚果油得率的影响

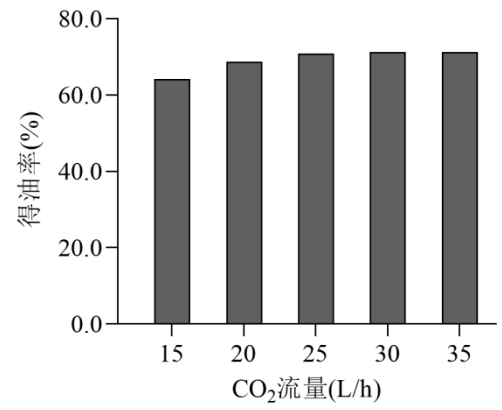


图 4 CO₂ 流量对澳洲坚果油得率的影响

2.2 响应面法优化实验

2.2.1 响应面法优化实验设计及结果

根据单因素试验结果，选择萃取温度、萃取压力和萃取时间为 3 个主要因素，采用 Central Composite 中心组合设计原理，结合相应面法，以澳洲坚果油得率 Y 为指标，对影响澳洲坚果油得率的萃取工艺进行优

化，因素水平及编码如表 1 所示。响应面优化试验设计与结果见表 2，并对响应面数据进行方差分析（表 3），同时对萃取温度（A）、萃取压力（B）、萃取时间（C）三因素下的澳洲坚果油得率进行回归拟合，得到回归方程为： $Y = -730.0651 + 12.4597 \times A + 31.2798 \times B + 21.1553 \times C - 0.0158 \times A \times B - 0.5407 \times A \times C + 1.3241 \times B \times C - 0.1061 \times A^2 - 0.568 \times B^2 - 6.5332 \times C^2$

表 1 因素水平及编码

水平	A：萃取温度（℃）	B：萃取压力（MPa）	C：萃取时间（h）
-2	35	22	1
-1	40	24	1.5
0	45	26	2
1	50	28	2.5
2	55	30	3

表 2 响应面优化试验设计与结果

编号	萃取温度（℃）	萃取压力(MPa)	萃取时间（h）	得油率（%）
1	45	26	3	63.11
2	45	26	2	62.97
3	45	26	2	62.98
4	45	26	2	62.94
5	50	24	1.5	55.42
6	45	26	2	62.91
7	35	26	2	38.08
8	40	24	1.5	42.17
9	55	26	2	66.55
10	45	26	1	49.67
11	50	26	2.5	69.67
12	45	30	2	68.75
13	50	28	2.5	68.75
14	40	28	1.5	50.12
15	40	26	2.5	50.42
16	45	26	2	62.97
17	45	22	2	38.35
18	45	26	2	63.27
19	50	28	1.5	70.58
20	40	28	2.5	65.42

表 3 响应面方差分析表

变异来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值
模型	1960.10	9	217.79	24.76	<0.0001
A	769.18	1	769.18	87.46	<0.0001
B	667.34	1	667.34	75.88	<0.0001
C	94.83	1	94.83	10.78	0.0082

AB	0.13	1	0.1316	0.0150	0.9051
AC	13.35	1	13.35	1.52	0.2462
BC	8.82	1	8.82	1.00	0.3403
A ²	174.44	1	174.44	19.84	0.0012
B ²	129.92	1	129.92	14.77	0.0032
C ²	66.16	1	66.16	7.52	0.0207
残差	87.94	10	8.79		
失拟项	87.86	5	17.57	1015.30	<0.0001
纯误差	0.0865	5	0.0173		
总离差	2048.04	19			
R ² =0.9571	R ² _{adj} =0.9184				

注：0.01<P<0.05 表示显著性差异，0.01<P<0.05；P<0.01 表示极显著差异

由表 2 的分析数据可知，利用 Design-Expert 13 软件得到的数据模型显著，这说明本试验得到的模型拟合度较好，试验结果可靠，可以通过该模型对澳洲坚果油得率进行分析、预测。

一次项 A、B、C 对综合评分影响效果极显著，各因素影响程度依次为：萃取温度（A）>萃取压力（B）>萃取时间（C）；交互项中 AB、AC 和 BC 对澳洲坚果油得率没有显著影响，AB、AC 和 BC 对澳洲坚果油得率的影响表现为 AC>BC>AB。

2.2.2 响应面交互作用分析。

通过 Design-Expert 13.0 软件分析得到响应面曲面图，由此对各个因素之间的交互影响进行了分析。响应面曲面的陡峭程度可反映出该因素对澳洲坚果油得率的影响。等高线的形状可以表明变量之间的交互作用是否显著，椭圆等高线表示变量之间的交互作用显著，圆形等高线则表明没有显著影响。

从图 5 响应面的陡峭程度可以看出，温度和压力对澳洲坚果油得率的影响类似，随着温度和压力的上升，澳洲坚果油得率持续增加；从等高线则可以看出压力与温度之间的交互作用较弱，两者对澳洲坚果油得率的交互作用不显著。

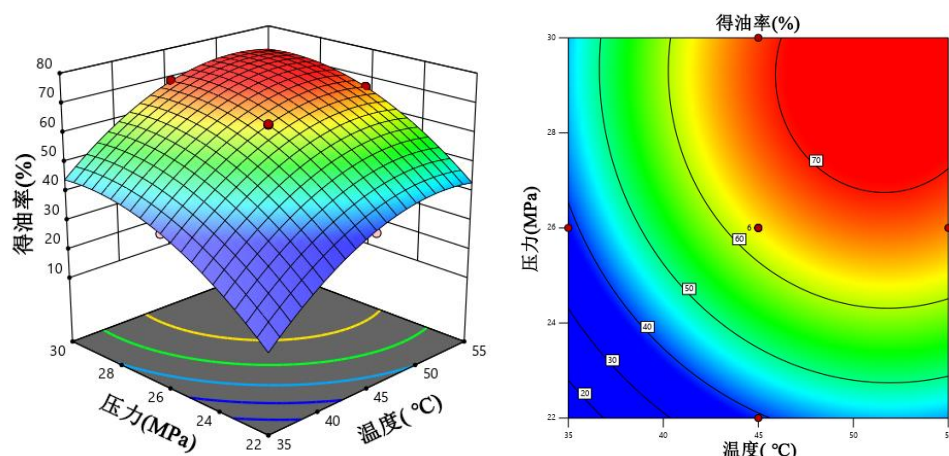


图 5 温度和压力的交互作用和等高线分析

由图 6 可得，在低水平条件下随着温度和时间增加，澳洲坚果油得率逐渐增加，在高水平条件下，温度和时间再继续增加，澳洲坚果油得率有稍降低趋势，两者对澳洲坚果油得率的影响表现为温度>时间；从等高线可以看出温度 and 时间的交互作用不显著。

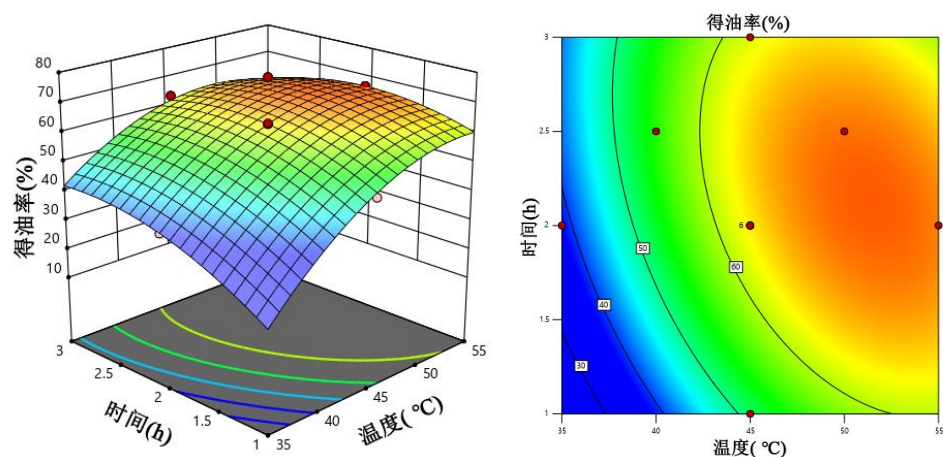


图 6 温度和时间的交互作用和等高线分析

从图 7 可以看出，澳洲坚果油得率随着时间和压力的增加而升高，两者对澳洲坚果油得率的影响效果相似；从等高线可以直观地看出时间与压力的交互作用不太显著。

2.2.3 澳洲坚果油萃取工艺条件的确定

利用 Design-Expert 13 软件，得到最优配方为：温度 51℃、压力 28 MPa、时间 2.6 h，预测得油率为 73.35%。

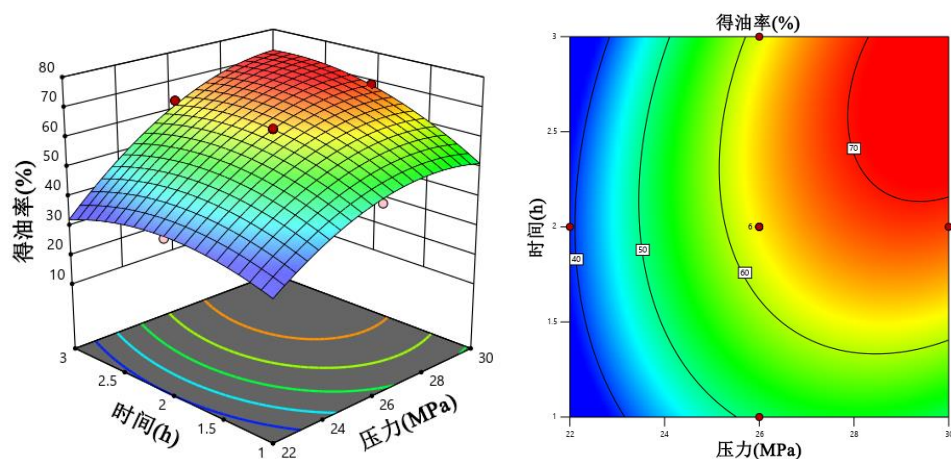


图 7 压力和时间的交互作用和等高线分析

2.2.4 澳洲坚果油萃取工艺条件验证

在温度 51℃、压力 28 MPa、时间 2.6 h 的最优条件下，进行了两次重复性验证实验，结果见表 3，澳洲坚果油的平均得率为 72.55%，与预测值基本吻合且重现性较好。

表 4 最优配方条件下的试验验证

项目	温度 (°C)	压力 (MPa)	时间 (h)	得油率 (%)
响应面理论值	51	28	2.6	73.35
响应面实际值	51	28	2.6	72.55

2.3 澳洲坚果油品质分析

酸价是脂肪中游离脂肪酸含量的标志，过氧化值是评价油脂和脂肪酸等被氧化程度的指标之一^[17]，酸价和过氧化值过高会对人体造成一定的危害，因此测定坚果仁油的酸价和过氧化值具有一定的应用价值。

在本实验最优配方条件下，测得的澳洲坚果油酸价和过氧化值分别为 0.4 mg/g、4.13 mmol/kg，符合我国食用油标准。甾醇是广泛存在于生物体内的一种重要的天然活性物质，广泛存在于各种坚果中，具有很好的抗氧化作用，可抗肿瘤、降低胆固醇和抗癌等^[18]；多酚作为一种活性成分，具有潜在的健康功效，具有抗炎、抗氧化等多种生理功能^[19]；角鲨烯具有显著的抗氧化能力，还有润肤、保湿等功效，因其具有较强的生物活性而被广泛应用于食品及化妆品等行业领域^[20]。在本实验最优配下方，澳洲坚果油中甾醇、多酚和角鲨烯含量分别为 0.24 g/100g、26.4 μg/g 和 37.3 mg/100g。另外，在本实验条件下，叶绿素和维生素 E 两个成分未检出。

表 5 澳洲坚果油品质分析

样品	酸价 (mg/g)	过氧化值 (mmol/g)	叶绿素	维生素 E	甾醇 (g/100g)	多酚 (μg/g)	角鲨烯 (mg/100g)
坚果仁油	0.44	4.13	-	-	0.24	26.4	37.3

超临界 CO₂ 萃取的澳洲坚果油经 GC/MS 分析，共鉴定出 13 种脂肪酸，结果见表 6，其中油酸、棕榈油酸、棕榈酸含量相对较高，分别为 34.572%、9.001%和 5.876%。有研究表明，食用坚果油对降低人体血压、降低血清胆固醇有明显疗效，能有效防止动脉粥样硬化、冠状动脉硬化和血栓形成，这与澳洲坚果油独特的脂肪酸组成具有一定的关系^[21-22]。

表 6 澳洲坚果油脂肪酸组成分析

脂肪酸简称	脂肪酸中文名称	俗称	相对含量 (%)
C12:0	十二（烷）酸	月桂酸	0.025
C14:0	十四（烷）酸	豆蔻酸、肉豆蔻酸	0.289
C16:0	十六（烷）酸	软脂酸、棕榈酸	5.876
C16:1n7	顺-9-十六碳-烯酸	棕榈油酸	9.001
C17:1n7	顺-10-十七碳-烯酸	-	0.033
C18:0	十八（烷）酸	硬脂酸	3.454
C18:1n9c	顺-9-十八碳-烯酸	油酸	34.572
C18:2n6c	顺，顺-9,12-十八碳二烯酸	亚油酸	0.795
C20:0	二十（烷）酸	花生酸	2.195
C20:1	顺 11-二十烯酸	-	0.052
C18:3n3	顺,顺,顺-9,12,15-十八碳三烯酸	α-亚油酸	1.154
C22:0	二十二烷酸	山萘酸	0.420
C20:5n3	顺式-5,8,11,14,17 二十碳五烯酸	EPA	0.172

3 结论

本研究采用响应面法优化了超临界 CO₂ 萃澳洲坚果油工艺，确定了最佳萃取条件：萃取温度为 51 ℃，萃取压力为 28 MPa，萃取时间为 2.6 h。在此条件下，澳洲坚果油得率为 72.55%，与理论预测值基本一致。GC/MS 分析结果表明澳洲坚果油中主要脂肪酸是油酸、棕榈油酸、棕榈酸，不饱和脂肪酸含量较高。从本研究提取的澳洲坚果油的脂肪酸组成及理化性质可知，澳洲坚果油是一种营养丰富的功能性油脂，具有广阔的开发前景。

参考文献

[1] 杜丽清, 邹明宏, 曾辉, 等.澳洲坚果果仁营养成分分析[J].营养学报,2010,32(1):95-96.

- [2] 郭刚军, 胡小静, 马尚玄, 等. 液压压榨澳洲坚果粕蛋白质提取工艺优化及其组成分析与功能性质[J]. 食品科学, 2017, 38(18): 266-271.
- [3] 刘锦宜, 张翔, 黄雪松. 澳洲坚果仁的化学组成与其主要部分的利用[J]. 中国食物与营养, 2018, 24(1): 45-49.
- [4] Navarro S L B, Rodrigues C E C. Macadamia oil extraction with alcoholic solvents: yield and composition of macadamia oil and production of protein concentrates from defatted meal[J]. European Journal of Lipid Science and Technology, 2018, 120(7): 1800092.
- [5] Barrena H C, Schiavon F P M, Cararra M A, et al. Effect of linseed oil and macadamia oil on metabolic changes induced by high-fat diet in mice[J]. Cell Biochemistry and Function, 2014, 32(4): 333-340.
- [6] Wechsler A, Zaharia M, Crosky A, et al. Macadamia (*Macadamia integrifolia*) shell and castor (*Ricinus communis*) oil based sustainable particleboard: A comparison of its properties with conventional wood based particleboard[J]. Materials and Design, 201, 50: 117-123.
- [7] 涂行浩, 杜丽清, 魏芳, 等. 澳洲坚果中棕榈油酸理化性质及功效研究进展[J]. 农业研究与应用, 2021, 34(04): 35-43.
- [8] 张继光, 吴万富, 杨学芳, 等. 云南 9 种特种木本油脂脂肪酸组成和角鲨烯含量比较研究[J]. 中国粮油学报, 2021, 36(11): 94-101+109.
- [9] 涂行浩, 孙丽群, 唐景华, 等. 澳洲坚果油超声波辅助提取工艺优化及其理化性质[J]. 热带作物学报, 2019, 40(11): 2217-2226.
- [10] [10]刘瑞林, 余佩, 陈国宁, 等. 响应曲面法优化超声-微波协同提取澳洲坚果油的工艺研究[J]. 西北药学杂志, 2017, 32(06): 718-722.
- [11] 杜丽清, 帅希祥, 涂行浩, 等. 水剂法提取澳洲坚果油的化学成分及其抗氧化活性研究[J]. 食品与机械, 2016, 32(10): 140-144.
- [12] 黄宗兰, 钟俊桢, 熊洋, 等. 水剂法提取澳洲坚果油及其理化特性的研究[J]. 中国粮油学报, 2015, 30(11): 86-91. [13] 许良, 叶丽君, 邱瑞霞, 等. 亚临界丁烷萃取澳洲坚果油的工艺及品质研究[J]. 中国粮油学报, 2015, 30(06): 79-83.
- [13] 帅希祥, 杜丽清, 张明, 等. 制油工艺对澳洲坚果油营养品质及挥发性风味成分的影响[J]. 食品与机械, 2017, 33(10): 140-144.
- [14] 帅希祥, 杜丽清, 张明, 等. 提取方法对澳洲坚果油的化学成分及其抗氧化活性影响研究[J]. 食品工业科技, 2017, 38(15): 1-5+10. SHUAI X X, DU L Q, ZHANG M, et al. Study on the antioxidant activities and compositions of macadamia nuts oil from different extraction methods[J]. Science and Technology of Food Industry, 2017, 38(15): 1-5+10.
- [15] 郭刚军, 胡小静, 彭志东, 等. 不同压榨方式澳洲坚果油品质及抗氧化活性比较[J]. 食品科学, 2018, 39(13): 125-132.
- [16] 刘芳, 王超, 杨菊, 等. 脂肪酸价和过氧化值检测方法的研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(14): 4478-4482.
- [17] 姚彦如, 房志杰, 聂磊. 气相色谱-串联质谱法测定食用植物油中植物甾醇含量[J]. 现代农业科技, 2013(08): 277-278+284.
- [18] VULIC J, TUMBAS V, SAVATOVIC S, et al. Polyphenolic content and antioxidant activity of the four berry fruits pomace extracts[J]. Acta Periodica Technologica, 2011, (42): 271-279.
- [19] 黄小梅, 胡孝勇. 山茶籽油综合应用研究进展[J]. 食品工业, 2020, 41(07): 223-226.
- [20] 刘程惠, 胡文忠, 宋颖凡, 等. 超声波提取打瓜籽油工艺优化[J]. 食品与发酵工业, 2014, 40(12): 223-229.
- [21] Silva C, Garcia V A S, Zanette C M. Chia (*Salvia hispanica* L.) oil extraction using different organic solvents: oil yield, fatty acids profile and technological analysis of defatted meal[J]. International Food Research Journal, 2016, 23(3): 998-1004.

【作者简介】



¹ 刘姚 (1988-), 女, 讲师, 博士, 主要从事林果精深加工等研究;
E-mail: liuyao8528@163.com

² 杨光 (1987-), 女, 讲师, 博士, 主要从事林木遗传育种研究; E-mail: yangguang200510@126.com

³ 吴世军 (1985-), 男, 教授, 博士, 主要从事林木遗传育种研究; E-mail: 626535349@qq.com.