

糖厂滤泥二十八烷醇的亚临界水萃取工艺优化及成分分析

林嘉仪, 侯楚璇, 陆海勤, 李凯, 谢彩锋*

(广西大学轻工与食品工程学院, 广西南宁 530000)

摘要: 该研究采用亚临界水萃取法 (Subcritical Water Extraction, SWE) 提取滤泥中二十八烷醇, 通过单因素试验及响应面分析优化提取工艺, 并对其成分进行分析, 然后对比传统热乙醇回流提取法研究其提取效果。结果表明, 亚临界水萃取滤泥的最佳工艺条件为: 滤泥添加量 250 g, 萃取时间 65 min, 萃取温度 180 °C, 萃取压力 4.5 MPa。在此条件下, 亚临界水萃取二十八烷醇的萃取率达 29.77%, 纯度达 70.89%, 明显优于热乙醇回流提取法; 通过 GC-MS 技术和红外光谱检测到所得样品除含二十八烷醇外, 还含有二十一烷醇, 二十六烷醇, 二十七烷醇、三十烷醇、菜油甾醇和七聚乙二醇等其他高级脂肪醇, 具有抗氧化活性、降胆固醇等功效, 均对人体有益。这表明亚临界水萃取法制备二十八烷醇具有高提取率、高纯度、绿色环保的优点, 为糖厂滤泥中二十八烷醇的高值化利用提供一定的参考和理论基础。

关键词: 二十八烷醇; 亚临界水萃取; 响应面

文章编号: 1673-9078(2025)05-194-203

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2025.5.0230

Process Optimization of Subcritical Water Extraction and Composition Analysis of Octacosanol in Sugar Factory's Filter Sludge

LIN Jiayi, HOU Chuxuan, LU Haiqin, LI Kai, XIE Caifeng*

(College of Light Industry and Food Engineering, Guangxi University, Nanning 530000, China)

Abstract: In this study, subcritical water extraction (SWE) was used to extract octacosanol from filter sludge, and the extraction process was optimized by single factor test and response surface analysis. The components of the extracted octacosanol sample were analyzed, and its extraction efficiency was examined through the comparison with the traditional hot ethanol reflux extraction method. The results showed that the optimal conditions for subcritical water extraction of filter sludge were as follows: amount of added filter sludge, 250 g; extraction time, 65 min; extraction temperature, 180 °C; extraction pressure, 4.5 MPa. Under such conditions, the extraction rate and purity of octacosanol extracted by the subcritical water method were 29.77% and 70.89%, which were significantly higher than those obtained by the hot ethanol reflux extraction. The obtained samples were analyzed by GC-MS technology and infrared spectroscopy, and contained not only

引文格式:

林嘉仪, 侯楚璇, 陆海勤, 等. 糖厂滤泥二十八烷醇的亚临界水萃取工艺优化及成分分析 [J]. 现代食品科技, 2025, 41(5): 194-203.

LIN Jiayi, HOU Chuxuan, LU Haiqin, et al. Process optimization of subcritical water extraction and composition analysis of octacosanol in sugar factory's filter sludge [J]. Modern Food Science and Technology, 2025, 41(5): 194-203.

收稿日期: 2024-02-28

基金项目: 国家自然科学基金项目 (32160570); 广西科技重大专项 (AA22117015-5); 广西科技重大专项 (桂科 AA22117014-4)

作者简介: 林嘉仪 (1999-), 女, 硕士研究生, 研究方向: 甘蔗资源多元高值化利用基础理论与技术开发, E-mail: 1353233238043@qq.com

通讯作者: 谢彩锋 (1976-), 女, 博士, 副教授, 研究方向: 甘蔗资源多元高值化利用基础理论与技术开发, E-mail: fcx11@163.com

octacosanol, but also other higher fatty alcohols such as heneicosanol, hexadecanol, heptadecanol, triacosanol, campesterol, and heptaethylene glycol, which are beneficial to the human body due to their antioxidant activity and cholesterol-lowering effect. These results indicate that the octacosanol preparation method by subcritical water extraction has advantages such as high extraction rate, high purity, greenness and environmental friendliness, which provides a certain reference and theoretical basis for the high-value utilization of octacosanol in sugar factory's filter sludge.

Key words: octacosanol; subcritical water extraction; response surface

二十八烷醇, 是一种天然的高级脂肪醇, 广泛存在于蔗蜡、糠蜡、蜂蜡及虫蜡等^[1], 具有增强耐力和精力、提高免疫力、抗疲劳、抗氧化、抗炎、抗肿瘤、降胆固醇、细胞保护作用等多种功效^[2,3], 已被广泛用于保健食品、运动饮料和药品等^[4], 目前主要通过提取或化学合成两种方法来制备。其中化学合成法存在原料成本高、制备工艺复杂、副产物多且化学残留风险高等不足, 因此目前我国二十八烷醇主要是通过提取方法获得。

糖厂经澄清处理后, 从蔗汁中沉淀、过滤出的非糖分有机物和无机物杂质统称为滤泥^[5]。滤泥是甘蔗制糖生产主要副产物, 产量为所处理甘蔗量的2.5%~3.5%^[6,7], 即每处理 100 t 甘蔗, 会产生 2.5~3.5 t 滤泥。滤泥二十八烷醇含量达 0.56%, 显著高于蔗渣的 0.34%^[8], 因此是提取二十八烷醇的优质原料。多年来曾有大量研究以糖厂滤泥为原料提取二十八烷醇, 主要提取方法一般分两步进行, 首先先采用溶剂浸提法或临界萃取法将蔗蜡提取出来, 然后再对蔗蜡进行精制、皂化等处理获得二十八烷醇产品。在滤泥蔗蜡的提取研究中, 何伟平等^[9]、宋永华^[10]、陈赶林等^[11]分别使用石油醚-乙醇、冷酒精-热汽油、乙醇-汽油作为提取液提取蔗蜡, 提取时间为 4~6 h, 粗蔗蜡得率为 4%~12%。2020 年, 冯秀静等^[12]使用亚临界丁烷法提取滤泥中蔗蜡, 提取时间为 1 h, 粗蔗蜡得率为 9.835%, 虽然提取时间明显缩短, 但有机溶剂用量大且残留风险等问题依然未能解决, 这与我国现代制造业绿色化发展趋势和消费者对产品安全要求日益提高不相符; 在滤泥二十八烷醇的提取研究中, 郭海蓉等^[13]、赵健^[14]使用超临界 CO₂ 萃取法提取滤泥中二十八烷醇, 当萃取压力为 30 MPa, 萃取率仅为 1%~1.4%, 萃取率极低, 能耗高, 加上设备投入高, 也难以实现工业化生产。因此急需开发提取率高、环境友好且宜工业化生产的滤泥二十八烷醇的提取工艺。

亚临界水萃取技术 (Subcritical Water Extraction,

SWE), 是一种以亚临界水为介质的萃取技术, 即是在利用在一定临界压力和温度下, 水虽然保持液体状态^[15], 但因部分氢键被破坏, 粘度低、溶解性高, 且极性、表面张力和介电常数均发生极大变化^[16,17], 性质与有机溶剂非常类似, 因此能有效提取极性不同化合物^[18]。因为亚临界水萃取技术是以水作为分离介质, 来源丰富且可循环使用, 成本低, 萃取量高, 更为重要的是无化学残留的风险, 因此被认为是一种绿色环保提取技术。本研究以亚临界水为分离介质, 先从滤泥中萃取蔗蜡, 优化提取工艺, 然后对其进行进一步分离纯化获得二十八烷醇样品, 并用气相色谱-质谱联用技术对蔗蜡和二十八烷醇主要成分进行分析, 为实现糖厂滤泥活性物质的高值化利用提供理论指导。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

新鲜甘蔗滤泥, 取于广西宁明东亚糖业有限公司 (石灰法工艺); 盐酸 (1 mol/L)、NaOH, 中国派尼化学试剂厂; 正己烷, 天津市科密欧化学试剂有限公司; 丙酮、三氯甲烷、无水硫酸钠、石油醚、二十八烷醇, 广东光华化学有限公司; 异丙醇、无水乙醇, 成都市科龙化工试剂厂; 过氧化氢、KBr, 广东汕头西陇化工厂; 正己烷, 国药集团化学试剂有限公司。

1.2 仪器与设备

CBE-30+5L 型亚临界水萃取设备, 亚临界生物技术有限公司; HHS-11-4 型恒温水浴锅, 上海博讯实业有限公司医疗设备厂; AL204 型电子天平, 梅特勒托利多仪器 (上海) 有限公司; RE-52AAI 型旋转蒸发仪, 上海荣生生化仪器厂; DGG-9140B 型鼓风干燥箱, 上海森信实验仪器有限公司; 0.22 μm 微孔滤膜, 天津津腾试验设备有限公司; 7890B/5977A 型 GC-MS 气质联用仪, 安捷伦科技 (上海) 有限

公司；78HW-1 型磁力搅拌器，杭州仪器表电机厂；UV-1801 型紫外分光光度计、U-1801 型索氏抽提器，北京瑞利分析仪器有限公司；DHG-9053A 型冷冻干燥机，上海精密实验设备有限公司；PHS-3C 型 pH 计，上海霄盛仪器制造有限公司；Waters1525 型红外光谱仪，沃特世科技有限公司。

1.3 滤泥中蔗蜡的萃取方法

1.3.1 原料预处理

将新鲜滤泥于 70 ℃ 下干燥 24 h 至恒重，加入蒸馏水（固液质量比为 1:2）混合均匀，缓慢滴入盐酸（1 mol/L，加入量是所加入蒸馏水体积的 5%）后进行水浴加热（85 ℃，60 min），再用蒸馏水将滤泥洗涤至中性，过 40 目筛网，于 70 ℃ 下干燥 24 h 后密封保存。

1.3.2 亚临界水萃取法

称取适量经预处理的滤泥置于萃取罐，设置萃取温度和萃取压力后打开搅拌装置，开始进行亚临界水动态萃取，待萃取时间结束后关闭搅拌装置，通过油水分离器收集油相和少量水相混合的萃取液，剩余水相萃取液经抽滤得到含蔗蜡的滤饼。萃取液通过旋转蒸发仪在 70 ℃ 去除多余水分，得到的浓缩样品与滤饼混合，混合物于 60 ℃ 烘干至恒重后密封保存。每个样品做三个平行实验，结果取三次实验平均值。同时以常规热乙醇回流法提取蔗蜡，作对照实验。按式（1）计算蔗蜡得率：

$$R = \frac{m}{M} \times 100\%$$

式中：

R——蔗蜡得率，%；

m——蔗蜡干燥后的质量，g；

M——原材料的总质量，g。

1.3.2.1 单因素实验设计

考察萃取过程中的温度、时间、压力对蔗蜡得率的影响。其中萃取温度考察 120、140、160、180 和 200 ℃，萃取时间考察 30、40、50、60 和 70 min，萃取压力考察 1、2、3、4 和 5 MPa。

1.3.2.2 响应面实验设计

根据单因素的实验结果，以蔗蜡提取率为考察指标，萃取时间、萃取温度、萃取压力为主要因素，每个因素设三个水平，研究萃取过程中各因素及它们间交互作用对提取率的影响，并确定最佳萃取工艺。实验因素及水平设计具体如表 1 所示。

表 1 响应面实验因素及水平
Table 1 Response surface experimental factors and levels

因素	水平		
	-1	0	1
A 温度/℃	170	180	190
B 时间/min	50	60	70
C 压力/MPa	3	4	5

1.4 蔗蜡的成分研究

1.4.1 活性化学成分检测

通过茚三酮显色反应、Molish 显色反应、李博曼显色反应和溴甲酚绿显色反应对所提取蔗蜡的活性化学成分（蛋白质、糖类、植物甾醇类、有机酸类）进行鉴别，以滤泥热乙醇回流法提取蔗蜡作为对照样。

1.4.2 GC-MS检测

GC 条件：色谱柱为 HP-5MS 石英毛细管柱（30 m×0.25 mm×0.25 μm）；升温程序：180 ℃ 保持 3 min，以 5 ℃ /min 升至 280 ℃，保持 10 min；载气（He）1.2 mL/min；不分流进样：1 μL；柱箱温度：70 ℃；进样口温度：250 ℃；接口温度：280 ℃。

MS 条件：离子源温度为 280 ℃，电离方式为 EI，电离电压为 70 eV，电子倍增管电压为 1.5 kV，扫描质量范围为 50~550 m/z。

1.5 蔗蜡中二十八烷醇的分离纯化

提取的粗蔗蜡加入适量丙酮、异丙醇进行脱脂，以将蔗蜡中软脂成分溶解，干燥恒重后记录该质量。由于蔗蜡具有一定黏度，故物理吸附脱色法对蔗蜡的脱色效果较差，因此选择过氧化氢进行氧化脱色，测定其色值。蔗蜡纯度的测定方法参考郭海蓉等^[19]的方法，脱色蔗蜡加入适量丙酮，离心后弃去丙酮层，再加入丙酮进行洗涤离心，重复数次至无色，通过旋转蒸发仪去除溶剂后冷冻干燥 12 h 记录其质量。按式（2）计算硬蜡得率，按式（3）计算蔗蜡脱色率，按式（4）计算精制蔗蜡纯度：

$$Y = \frac{M-m_1-m_2}{M} \times 100\%$$

式中：

Y——硬蜡得率，%；

M——蔗蜡添加量，g；

m₁——软蜡质量，g；

m₂——树脂质量，g。

$$D = \frac{A-a}{A} \times 100\% \quad (3)$$

式中:

D ——蔗糖脱色率, %;

A ——空白值(石油醚在 540 nm 波长测得吸光度);

a ——样品所测得的吸光度。

$$P = \frac{W-w}{W} \times 100\% \quad (4)$$

式中:

P ——精制蔗糖纯度, %;

W ——未进行纯化处理时蔗糖的质量, g;

w ——离心分离后所得到的干燥蔗糖质量, g。

精制后的蔗糖进行皂化, 参考侯宗福等^[20]的方法稍作修改。称取 10.00 g 蔗糖, 加入适量无水乙醇, 再加入 7.5 g NaOH, 在 85 °C 条件下热乙醇回流 2 h。收集滤液并添加等体积的蒸馏水和正己烷, 充分振荡后分液, 此过程重复三次, 冷冻干燥 12 h 后保存并记录质量。按式(5)计算皂化率:

$$Z = \frac{V}{S} \times 100\% \quad (5)$$

式中:

Z ——蔗糖皂化率, %;

V ——皂化反应每克蔗糖耗碱量, mg NaOH/g 样品;

S ——精制蔗糖皂化值, mg NaOH/g 样品。

皂化后的蔗糖进行二十八烷醇的提纯, 参考陈赶林^[21]的方法稍作修改。在 65 °C 下利用丙酮回流萃取二十八烷醇, 索氏抽提 6 h 后, 通过旋转蒸发器回收溶剂, 冻干保存并记录质量。再加入正己醇在 55 °C 回流 1 h, 重结晶后抽滤得到纯化的二十八烷醇, 冻干保存并记录质量。

1.6 二十八烷醇的成分分析方法

1.6.1 标准曲线绘制

准确称取 20.0 mg 二十八烷醇标准品, 置于 100 mL 容量瓶中, 加入少量三氯甲烷振荡溶解后, 用三氯甲烷定容, 作为二十八烷醇贮藏液保存。分别吸取贮藏液 0.5、1.0、2.5、5.0 和 10.0 mL 二十八烷醇贮藏液于 10 mL 容量瓶中, 用三氯甲烷定容, 配得浓度分别为 10.0、20.0、50.0、100.0 和 200.0 mg/L 的标准溶液。每个浓度的标准溶液吸取 1.5 mL, 过 0.22 μm 微孔滤膜, 测定用于 GC-MS 中二十八烷醇保留时间的确认和标准曲线的绘制。

测定得到二十八烷醇标准曲线方程为: $Y = 413873X + 65618$ 。

1.6.2 GC-MS检测

按 1.4.2 的 GC 条件和 MS 条件进行二十八烷醇的检测。

1.6.3 红外光谱检测

因为二十八烷醇样品有一定粘度, 用常规法难以与 KBr 混合均匀, 因此利用其熔点较低, 且热稳定性高的特点, 先将二十八烷醇样品融化, 再与 KBr 混合均匀, 制成二十八烷醇薄片, 在 4 000~400 cm⁻¹ 范围内进行红外光谱检测。

1.7 数据分析

所有试验均进行 3 次平行测定; 采用 Origin 2018 对单因素实验结果进行绘图; 采用 Design-Expert 13 对响应面实验结果进行 BBD 模型拟合并进行方差分析。

2 结果与分析

2.1 亚临界水萃取蔗糖工艺分析

2.1.1 萃取操作参数对蔗糖得率的影响

图 1a 表明, 在 120~200 °C 的范围内, 随着萃取温度的升高, 蔗糖得率先上升后下降, 在 180 °C 达到最大值, 为 15.74%。这可能是由于水的介电常数、粘度、电离常数和表面张力随温度升高下降, 溶质的挥发性增加且分子扩散速度加快^[22], 从而有利于溶质的萃取, 蔗糖得率也随之升高。但当温度超过 180 °C, 蔗糖中脂肪酸可能会在高温下氧化或发生异构化反应, 导致蔗糖分解或被残余氧氧化, 从而其得率下降^[23,24]。因此, 本研究选择 180 °C 作为亚临界水萃取蔗糖的参考萃取温度。

图 1b 表明, 在 25~75 min 的范围内, 随着萃取时间的延长, 蔗糖得率先上升后下降, 在 60 min 达到最大值, 为 15.15%。这可能是因为当萃取时间为 60 min 时, 反应体系中蔗糖已基本饱和, 故继续延长萃取时间蔗糖提取率不再升高, 反而可能因长时间处于高温环境导致蔗糖发生降解, 使蔗糖得率下降^[25]。因此, 本研究选择 60 min 作为亚临界水萃取蔗糖的参考萃取时间。

图 1c 表明, 在 1~5 MPa 的范围内, 随着萃取压力的增大, 蔗糖得率一直呈现上升的趋势, 达到 16.89%。这可能是因为 SWE 中的压力有助于基体的破裂, 迫使溶剂渗透到固体孔隙内部, 并通过增加溶质向溶剂的传质来溶解蔗糖^[26], 因此蔗糖得率

上升。另外，随着萃取压力的增大，溶质分子内的相互作用力也增加，分子扩散速度加快，因此蔗糖得率提高^[27]。但因本试验所使用萃取设备萃取罐最高可承受 5 MPa 的工作压力，故选择 5 MPa 作为亚临界水萃取蔗糖的最适萃取压力。

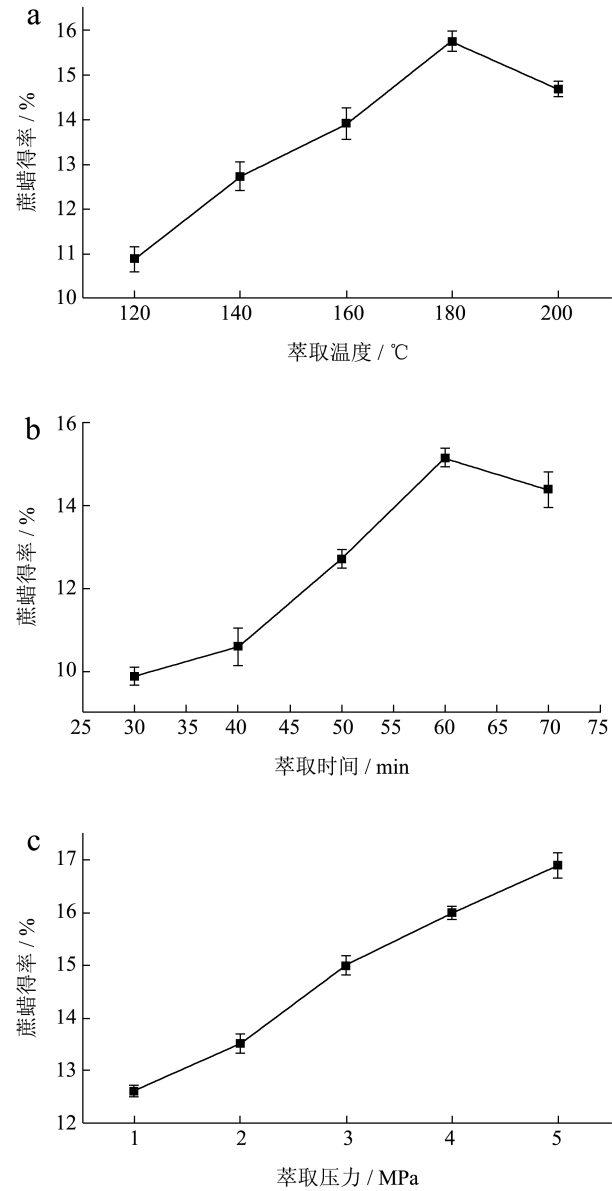


图 1 萃取温度 (a)、萃取时间 (b)、萃取压力 (c) 对蔗糖得率的影响

Fig.1 Effects of extraction temperature (a), extraction time (b) and extraction pressure (c) on yield of sugarcane wax

2.1.2 响应面实验

以萃取温度 (A)、萃取时间 (B) 和萃取压力 (C) 作为考察因素、以蔗糖得率作为考察指标的响应面优化实验结果如表 2 所示。

表 2 蔗糖得率的响应面试验设计和响应值

Table 2 Response surface experimental design and response values for sugarcane wax yield

试验号	A 温度/°C	B 时间/min	C 压力/MPa	蔗糖得率/%
1	190	70	4	16.98
2	170	60	5	16.83
3	180	50	5	17.52
4	170	60	3	15.04
5	190	60	3	15.26
6	170	70	4	16.89
7	190	50	4	16.07
8	180	60	4	18.46
9	180	50	3	14.79
10	180	60	4	18.86
11	180	70	5	18.34
12	180	60	4	18.74
13	170	50	4	15.61
14	180	60	4	18.27
15	190	60	5	17.29
16	180	70	3	17.03
17	180	60	4	17.96

使用 Design-Expert 软件对试验结果进行回归拟合，得到二次回归模型方程：

$$Y=-510.981+5.240\ 77A+1.127\ 42B+9.314\ 5C-0.000\ 93AB+0.006\ 4C-0.035\ 5BC-0.014\ 43A^2-0.006\ 28B^2-0.910\ 25C^2。$$

由表 3 可知，该模型达到了非常显著的水平 ($P<0.01$)，且失拟项影响不显著 ($P>0.05$)。对 Y 进行显著性检验，模型的相关系数 $R^2=0.977\ 5>0.95$ ，说明该模型的预测值与实验获得的响应值之间相关性较好，适用于亚临界水萃取蔗糖的工艺优化。此外，通过 F 检验和 P 检验，可以判断出三个因素中对蔗糖得率的影响程度的大小依次为萃取压力 (C)、萃取时间 (B) 和萃取温度 (A)。

通过回归曲线绘制得到这三个因素相互间交互作用的高等线图和响应面图。在响应面图中，萃取时间和萃取压力的曲面变化最平缓，如图 2b 所示；在等高线图中，萃取时间和萃取压力的等高线分布最密集，如图 2b 所示。由此可以判断萃取时间与萃取压力的相互作用对蔗糖得率的影响最为显著 ($P=0.049\ 5<0.05$)，而萃取时间与萃取温度的相互作用 ($P=0.556\ 1>0.05$) 和萃取温度与萃取压

力的相互作用 ($P=0.700\ 5>0.05$) 对蔗糖的得率的影响不明显。结合模型和响应面曲线图分析, 得到最佳工艺条件: 原料添加量为 250 g, 萃取时间为 63.87 min, 萃取温度为 180.50 °C, 萃取压力为 4.47 MPa, 在最优条件下预测得到的蔗糖提取率为 18.82%, 高于何伟平等^[9]、宋永华^[10]、陈赶林等^[11]、冯秀静等^[12]的蔗糖得率。考虑到可操作实践和设备条件, 将最佳工艺调整为: 原料添加量为 250 g, 萃取时间为 65 min, 萃取温度为 180 °C, 萃取压力为 4.5 MPa。对此工艺条件进行三次验证实验, 所得蔗糖提取率为 18.54%, 与模型预测值相差 5% 以内, 说明该模型与本萃取工艺条件较为合适, 预测效果较好。

表 3 回归模型的方差分析

Table 3 Analysis of variance of regression model						
来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	27.22	9	3.02	33.75	<0.000 1	**
A-温度	0.189 1	1	0.189 1	2.11	0.189 6	
B-时间	3.45	1	3.45	38.45	0.000 4	**
C-压力	7.72	1	7.72	86.18	<0.000 1	**
AB	0.034 2	1	0.034 2	0.381 9	0.556 1	
AC	0.014 4	1	0.014 4	0.160 7	0.700 5	
BC	0.504 1	1	0.504 1	5.63	0.049 5	*
A ²	8.76	1	8.76	97.81	<0.000 1	**
B ²	1.66	1	1.66	18.52	0.003 6	**
C ²	3.49	1	3.49	38.93	0.000 4	**
残差	0.627 3	7	0.089 6			
失拟差	0.102 8	3	0.034 3	0.261 3	0.850 5	not significant
纯误差	0.524 5	4	0.131 1			
总误差	27.84	16				
$R^2=0.977\ 5\quad R^2_{adj}=0.911\ 5$						

注: * 为显著 ($P<0.05$), ** 为极显著 ($P<0.01$)。

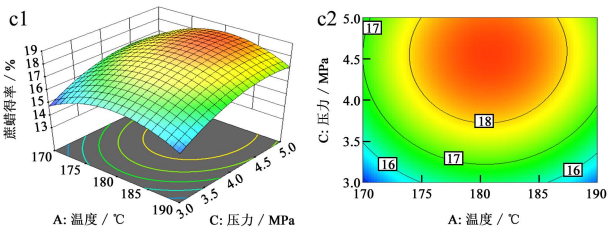
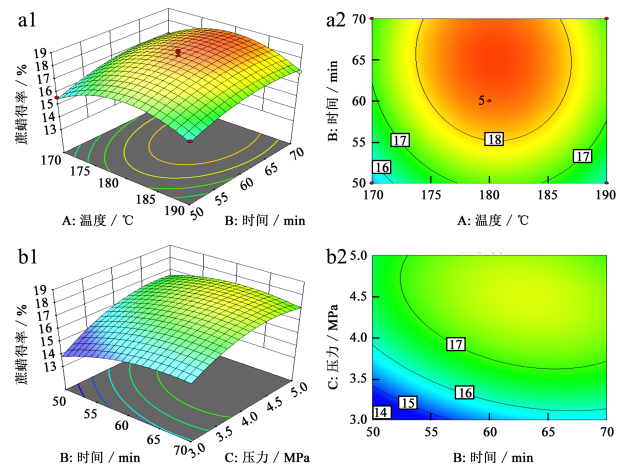


图 2 交互作用的响应面图及等高线图

Fig.2 Response surface and contour maps of interaction

2.2 蔗糖主要成分分析

2.2.1 活性化学成分检测

SWE 和热乙醇回流法所得蔗糖均含有糖类物质、植物甾醇类物质和有机酸, 但热乙醇回流法提取的蔗糖还含有一定量蛋白质, 但 SWE 的则没有, 可能是因为亚临界水萃取的温度高, 蛋白质已发生分解所致。

2.2.2 GC-MS检测

不同提取方法提取蔗糖的总离子流图如图 3 所示, 具体定性分析结果见表 4。

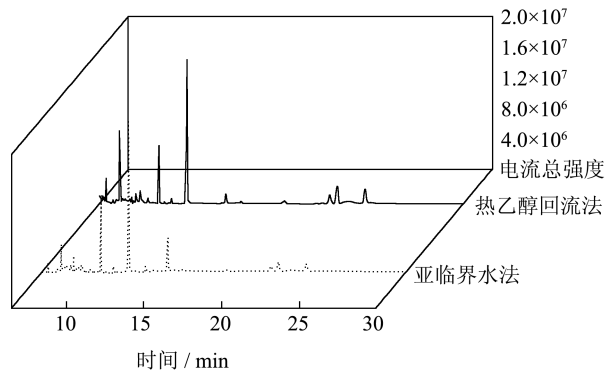


图 3 两种提取方法获得蔗糖的 GC-MS 总离子流图

Fig.3 GC-MS total ion map of sugarcane wax obtained by two extraction methods

由表 4 可知, 两种方法提取的蔗糖主要有机成分大致相同, 基本由高级烷烃、高级脂肪醇、植物甾醇、酯类、醛类、烯烴类及其它有机物组成, 但也有所不同, 如亚临界水法蔗糖未检测到 2-氨基乙酸苯酯、左多巴、乙酸二十七烷酯等物质; 热乙醇回流法蔗糖未检测到邻羟基苯甲醇、棕榈酸 2,3-邻 (乙酰氧基) 丙酯、正二十四醛、苯磺酸酰胺肼、1-氯正二十七烷、二十六烷酸甲酯、月桂酸二十二烷酯、木焦油酸乙酯和十四烷基-环氧己烷等物质。另外, 从图 3 中可以观察到, 两种蜡中高级脂肪醇的各种烷醇占比不完全一致, 亚临界水法蔗糖中二十八烷醇占比最高, 其次是二十七烷醇和三十烷醇, 而在热乙醇回流法蔗糖中, 二十八烷醇占比最高, 其次是二十七烷醇。

表 4 两种提取方法所获得蔗糖蜡的有机成分占比的对比

Table 4 Comparison of the proportion of organic components in sugarcane wax obtained by two extraction methods

编号	名称	保留时间 /min	相对分子 质量	在亚临界水法蔗 蜡中占比 /%	在热乙醇回流法蔗糖 蜡中占比 /%
1	异丁基（2,5,8,11-四氧三癸基）碳酸盐	6.48	308.18	0.03	0.11
2	Decanoic acid,3-hydroxy-(9CI)	6.55	104.05	0.02	0.04
3	正二十九烷基乙酸酯	6.75	452.46	0.02	0.13
4	2-乙基环己酮	6.95	126.10	0.32	1.11
5	邻羟基苯甲醇	7.63	124.05	2.23	未检出
6	2-氯甲基乙酸苯酯	7.82	165.08	未检出	8.74
7	十五醛	8.19	226.23	9.63	4.67
8	正二十烷	8.32	282.33	3.90	3.46
9	棕榈酸 2,3-邻（乙酰氧基）丙酯	8.45	414.30	3.84	0.89
10	顺二十碳烯	8.48	280.31	1.41	4.71
11	二十七烷	8.62	180.44	5.26	4.49
12	十六烷基环氧己烷	8.75	268.28	3.51	2.98
13	左多巴	8.89	197.07	未检出	4.88
14	1-十八烯	9.00	252.28	3.30	1.17
15	七聚乙二醇	9.15	326.38	4.09	3.76
16	正二十四醛	9.28	352.37	2.09	未检出
17	苯磺酸酰胺肼	9.42	172.03	3.12	未检出
18	1-氯正二十七烷	9.49	414.40	0.53	未检出
19	乙酸二十四烷酯	9.64	396.40	4.00	0.89
20	二十六烷醇	9.71	382.71	3.94	3.68
21	二十六烷酸甲酯	9.84	424.43	1.64	未检出
22	月桂酸二十二烷酯	9.97	368.37	1.24	未检出
23	乙酸二十七烷酯	10.06	438.44	未检出	2.12
24	木焦油酸乙酯	10.14	396.40	0.70	未检出
25	二十七烷醇	10.39	396.73	9.13	8.02
26	二十一烷醇	11.17	312.57	0.58	0.58
27	八乙酸蔗糖酯	11.35	678.20	0.17	0.11
28	十六醛	11.47	240.25	0.27	0.18
29	二十八烷醇	12.18	410.76	21.67	22.87
30	十四烷基-环氧己烷	12.47	240.25	0.09	未检出
31	菜油甾醇	13.29	400.68	3.41	3.67
32	三十烷醇	14.69	438.81	4.62	1.82
33	醋酸豆甾醇	18.42	454.38	0.28	1.23
34	豆甾-3,5-二烯	21.34	396.38	1.31	3.36
35	1-甲基-2-苯基吡啶	21.82	207.11	1.93	5.52
36	1,30-三十烷二醇烷烃	23.61	454.48	1.74	4.80

2.3 亚临界水萃取二十八烷醇分离纯化效果

由表 5 可知，相对于热乙醇回流法，亚临界水萃取法获得蔗蜡的硬蜡提取物得率为 52.40%，得率更高；虽然更难脱色，但光泽更好，纯度更高，且蔗蜡皂化率也更高（29.46%），可见在滤泥蔗蜡提取方面，亚临界水萃取法相对于热乙醇回流法更具有优势。

表 5 亚临界水萃取法蔗蜡提取效果
Table 5 Extraction efficiency of sugarcane wax using subcritical water extraction method

项目	亚临界水萃取法	热乙醇回流法
软蜡含量/g	1.36	1.54
树脂含量/g	1.08	1.06
硬蜡得率/%	52.40	49.20
脱色后吸光度	0.38	0.35
脱色率/%	66.33	67.34
纯度/%	83.56	81.71
色泽与外观	暗黄色，有光泽 深黄色，色泽较差	
皂化值 (mg NaOH/g 样品)	60.98	58.57
皂化率/%	29.46	28.12

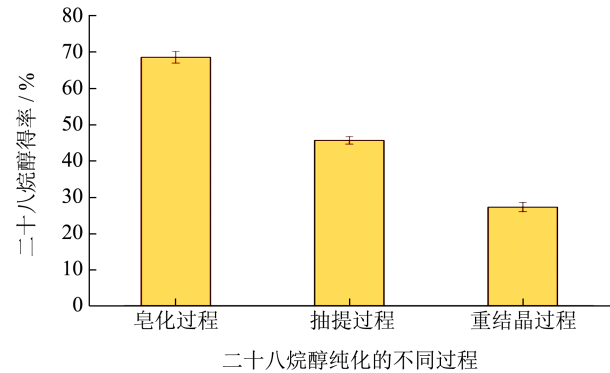


图 4 纯化处理过程二十八烷醇提取物得率的变化
Fig.4 Changes in yield of octadecanol extract during purification treatment process

在蔗蜡分离纯化提取二十八烷醇的过程中，各个阶段二十八烷醇得率的变化如图 4 所示。皂化处理阶段，二十八烷醇提取物产量为 6.88 g，产率为 68.60%；再经索氏抽提阶段时，二十八烷醇提取物的产量为 4.58 g，产率下降 22.94 个百分点，这是因为索氏抽提处理能将样品中类似于蜡质的物质去除，从而进一步提高二十八烷醇纯度；在重结晶处理过程，一些极性较大杂质，如黄酮和色素，会继续溶解在溶液中，而二十八烷醇则快速结晶析出，达到纯化目的。其中二十八烷醇提取物的产

量为 2.73 g，萃取率为 29.77%，明显高于郭海蓉等^[13]、赵健等^[14]的萃取率。

2.4 二十八烷醇样品主要成分分析

2.4.1 GC-MS检测

图 5a 为二十八烷醇标准品总离子流图，图 5b 为二十八烷醇提取物总离子流图。对比可知图 5b 中出峰时间为 12.1 min 的物质为二十八烷醇。

通过外标法结合表 6 可以算出，样品溶液中二十八烷醇的质量浓度为 2.48 mg/L，即二十八烷醇提取物中二十八烷醇物质的纯度为 70.89%，均高于溶剂浸提法、亚临界丁烷法和超临界 CO₂ 法的，可见亚临界水萃取法提取滤泥二十八烷醇具有提取时间短、提取效率高、对环境友好的特点。

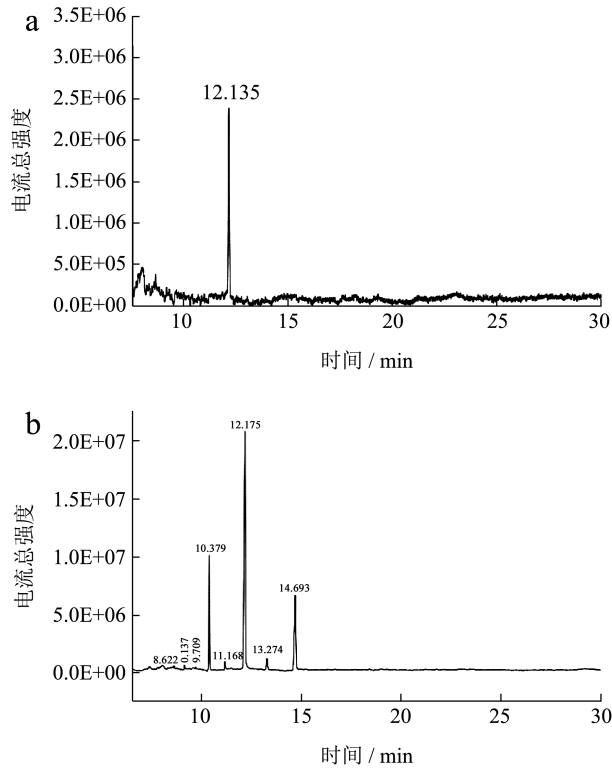


图 5 二十八烷醇标准品和亚临界水萃取二十八烷醇提取物的 GC-MS 总离子流图

Fig.5 Total GC-MS ion flow diagram of octacosanol standard and subcritical water extraction of octacosanol extract

表 6 为二十八烷醇提取物中主要的化学成分。结合图 5b 的 GC-MS 总离子流图，对其中主要的峰进行定性分析，可以发现所得到的二十八烷醇提取物中，还包含了其它高级脂肪醇，如二十一烷醇，二十六烷醇，二十七烷醇和三十烷醇。此外还含有少量的植物甾醇类物质（菜油甾醇）和七聚乙二醇，这些物质对人体均具有一定益处：二十一烷醇

对致病菌具有抗菌活性^[28]；二十六烷醇在糖尿病和神经退行性疾病起积极作用^[29]；二十七烷醇具有抗菌和抗氧化活性^[30]；三十烷醇能促进多种农作物生长、预防虫害及治疗皮肤病^[31]；菜油甾醇在促炎性细胞因子和抗炎性细胞因子的表达中特别有效，因此在类风湿性关节炎的治疗中具有治疗潜力^[32]，且植物甾醇是一类重要的类固醇化合物，具有降低血液中的胆固醇浓度、抗癌以及抗氧化作用^[33]。以上所有物质在图谱库中匹配度均在 85% 以上。

表 6 二十八烷醇提取物中主要化学成分

Table 6 The main chemical components of octacosanol extract					
编号	保留时间/min	成分名称	相对分子质量	CAS 号	峰面积
1	8.62	二十七烷	380.44	000593-49-7	176 802 553
2	9.14	七聚乙二醇	326.38	005617-32-3	240 717 909
3	9.71	二十六烷醇	382.71	506-52-5	190 815 741
4	10.38	二十七烷醇	396.73	002004-39-9	526 225 890
5	11.17	二十一烷醇	312.57	15594-90-8	132 170 061
6	12.18	二十八烷醇	410.76	00557-61-9	1 027 128 483
7	13.27	菜油甾醇	400.68	00474-62-4	45 435 480
8	14.69	三十烷醇	438.81	0028351-05-5	354 339 844

2.4.2 红外光谱检测

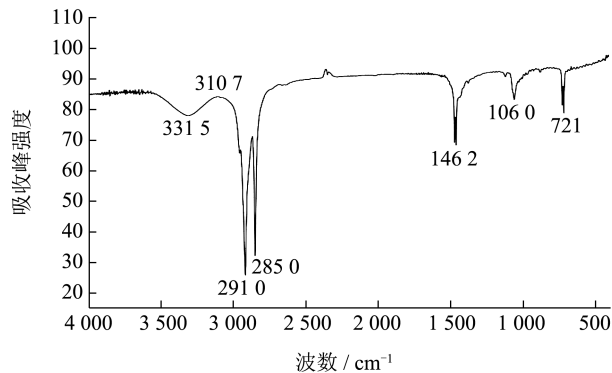


图 6 二十八烷醇提取物的红外光谱扫描光谱图

Fig.6 Infrared spectrum scanning spectrogram of octacosanol extract

二十八烷醇提取物傅里叶红外光谱扫描光谱如图 6 所示。在波数大于 3 000 cm^{-1} 出现峰属于饱和碳连接氢离子的 C-H 键的伸缩振动吸收峰，其中 3 500~3 200 cm^{-1} 的可能是分子间氢键 O-H 的伸缩振动吸收峰，在 3 300~2 500 cm^{-1} 可能是羧酸 C=O

伸缩振动吸收峰；在波数小于 3 000 cm^{-1} 出现峰属于饱和 C-H 键的伸缩振动吸收峰，其中 3 000~2 450 cm^{-1} 可能是烷烃 C-H 键伸缩振动，在 1 465~1 340 cm^{-1} 可能是 C-H 的弯曲振动吸收峰，在 1 300~1 000 cm^{-1} 可能是醚的特征吸收峰，在 1 000~675 cm^{-1} 可能是 C-H 面外弯曲振动吸收峰，而在 769~659 cm^{-1} 可能是羟基面外弯曲振动峰。可见二十八烷醇提取物不包含芳香类化合物、碳碳双键和碳碳三键及含醛或酮的官能团，但可能含有芳香醚、羧酸、羟基和 C-H 键，结果与 GC-MS 分析结果相对应。

3 结论

本研究利用糖厂滤泥为原料，采用亚临界水萃取法提取滤泥中的二十八烷醇。在单因素基础上，进行了以萃取温度、萃取时间和萃取压力为考察因素、以蔗糖得率为考察指标的响应面优化实验。结合响应面结果以及实际操作条件最终确定亚临界水萃取滤泥工艺的最佳条件参数为：滤泥添加量 250 g，萃取时间 65 min，萃取温度 180 $^{\circ}\text{C}$ ，萃取压力 4.5 MPa。在最佳工艺条件下，二十八烷醇萃取率达 29.77%。二十八烷醇纯度达 70.89%，明显优于传统溶剂浸提法、亚临界丁烷法和超临界 CO_2 法的萃取率和纯度，且这种提取方法无额外添加剂，环境友好度高，解决了有机溶剂残留风险的问题，是一种高效的二十八烷醇提取方式。

此外，通过红外光谱和 GC-MS 对提取物进行分析，发现提取物中虽含有非二十八烷醇物质，但主要成分包括二十一烷醇、二十六烷醇、二十七烷醇、三十烷醇、二十七烷、菜油甾醇和七聚乙二醇等，这些成分对人体有益。因此，亚临界水萃取法适合用于提取滤泥中的二十八烷醇物质，为滤泥的加工利用和二十八烷醇的工业化生产提供了理论支持，为企业的进一步开发利用提供了科学依据，可广泛应用于食品、医药以及生物提取等场景。同时，在未来的研究中，还应关注二十八烷醇提取过程中对环境造成的影响以及生产成本问题，开发更绿色环保、经济效益高的工艺技术。

参考文献

[1] 何文森,司晓静,王慧慧,等.二十八烷醇调节大鼠脂质代谢的研究[J].现代食品科技,2016,32(10):28-33.
[2] JIA M, BAI W, DENG J, et al. Enhancing solubility and bioavailability of octacosanol: Development of a green O/W nanoemulsion synthesis process [J]. International Journal of Pharmaceutics, 2024, 651: 123726.

- [3] SHUKUR K M, TAHA A T. The impact of varying the amount of octacosanol added to Laying Hens' productive performance and various oxidative tests with and without vitamin E [J]. IOP Conference Series: Earth and Environmental Science, 2023, 1259(1): 12068.
- [4] DING Y, PAN Y, ZHANG W, et al. Preparation of gum Arabic-Maltose-Pea protein isolate complexes for 1-octacosanol microcapsule: Improved storage stability, sustained release in the gastrointestinal tract, and its effect on the lipid metabolism of high-fat-diet-induced obesity mice [J]. Foods, 2022, 12(1): 112.
- [5] 赵淑营.从甘蔗糖厂滤泥中回收生物质燃料的工艺分析[J].广西节能, 2023,1:26-28.
- [6] 丰丙政,滕德荣,农秋阳,等.蔗糖深加工及甘蔗副产物综合利用研究进展[J].轻工科技,2017,33(12):8-9.
- [7] XIANG M, LIU F, ZHOU S, et al. Investigation of preparation of biochar-based sustained release fertilizer from filter mud of sugar mills and its properties [J]. IOP Conference Series Earth and Environmental Science, 2020, 453(1): 12090.
- [8] 梁涛,赵健,欧仕益.蔗泥矿质元素和二十八烷醇含量的分析[J].广东农业科学,2011,38(7):123-124.
- [9] 何伟平,苏小健,陈全斌,等.从蔗糖滤泥中提取蔗蜡的初步研究[J].化学世界, 1992,5:235-238
- [10] 宋永华.亚硫酸法糖厂滤泥提取蔗蜡和蔗脂的试验研究[J].广西大学学报(自然科学版),1996,3:273-277.
- [11] 陈赶林,林波,莫磊兴,等.天然蔗蜡脂产物的超声波辅助提取与分析[J].西南农业学报,2011,24(1):376-379.
- [12] 冯秀静,陆海勤,陈淋转,等.亚临界丁烷提取甘蔗滤泥中蔗蜡的工艺优化[J].中国调味品,2020,45(9):73-76.
- [13] 郭海蓉,宋宁宁,陈赶林,等.超临界CO₂萃取甘蔗滤泥中高级脂肪醇[J].食品工业科技,2011,32(9):249-251.
- [14] 赵健.从甘蔗制糖副产物中生产对香豆酸和二十八烷醇[D].广州:暨南大学,2010.
- [15] GU J, SUN H D, FU H, et al. Pyrolysis characteristics and evolution of the organics in Nong'an oil shale lump during sub-critical water extraction [J]. Fuel, 2024, 364: 131064.
- [16] CASTRO L E N, BARROSO T L C T, SGANZERLA W G, et al. Subcritical water hydrolysis of grape pomace as a sustainable pretreatment for anaerobic digestion in a biorefinery concept [J]. Fuel, 2024, 363: 130899.
- [17] ZHU M H, LIU Y D, WANG L T, et al. Selective extraction of aromatics from residual oil with subcritical water [J]. Chemical Engineering Research and Design, 2024, 202: 444-454.
- [18] ZHENG Q, CHENG Z, DUAN Y, et al. Effect of subcritical water temperature on the chain conformation and immune activity of ginger polysaccharides [J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2024, 261(2): 129833.
- [19] 郭海蓉,陈赶林,宋宁宁,等.甘蔗蜡精制的研究[J].食品工业科技,2008,7:170-173.
- [20] 侯宗福,邓丹雯,张彬,等.以蔗蜡为原料制备及纯化二十八烷醇[J].食品与发酵工业,2007,33(2):82-84.
- [21] 陈赶林.从甘蔗糖厂滤泥中提取高级脂肪醇的研究[D].南宁:广西大学,2006.
- [22] VITOR T D P, PABLO M, A. J M, et al. An eco-friendly extraction method to obtain pectin from passion fruit rinds (*Passiflora edulis* sp.) using subcritical water and pressurized natural deep eutectic solvents [J]. Carbohydrate Polymers, 2024, 326: 121578.
- [23] SHARIZAN M S M, AZIAN N M, HAFIZ A M N M, et al. β -carotene enrichment in crude palm oil using subcritical water extraction and its relationship with the solubility [J]. Food Chemistry Advances, 2023, 2: 100245.
- [24] DÍAZ-REINOSO B, RIVAS S, RIVAS J, et al. Subcritical water extraction of essential oils and plant oils [J]. Sustainable Chemistry and Pharmacy, 2023, 36: 101332.
- [25] TAO W S, QIAN D Y, XIA Z C, et al. Structures and biological activities of proanthocyanidins obtained from chinese quince by optimized subcritical water-ethanol extraction [J]. Journal of Food Measurement and Characterization, 2022, 17(2): 1703-1713.
- [26] CRISTIANE G, ISABELA J I, CAMILA D S, et al. Valorization of peach palm by-product through subcritical water extraction of soluble sugars and phenolic compounds [J]. The Journal of Supercritical Fluids, 2020, 165: 104985.
- [27] 李冰,刘小波,张晓雪,等.亚临界流体萃取富集金盏花中叶黄素工艺优化[J].食品工业科技,2020,41(23):129-135.
- [28] SIPRIYADI, MASRUKHIN, WIBOWO R H, et al. Potential antimicrobe producer of endophytic bacteria from yellow root plant (*Arcangelisia flava* L.) originated from enggano island [J]. International Journal of Microbiology, 2022, 2022: 6435202-6435211.
- [29] ZHANG X, MA C, SUN L, et al. Effect of policosanol from insect wax on amyloid β -peptide-induced toxicity in a transgenic *Caenorhabditis elegans* model of Alzheimer's disease [J]. BMC Complementary Medicine and Therapies, 2021, 21: 103.
- [30] SÁNCHEZ-HERNÁNDEZ E, BUZÓN-DURÁN L, LORENZO-VIDAL B, et al. Physicochemical characterization and antimicrobial activity against *Erwinia amylovora*, *Erwinia vitivora*, and *Diplodia seriata* of a light purple *Hibiscus syriacus* L. Cultivar [J]. Plants, 2021, 10(9): 1876.
- [31] ISLAM S, ZAID A, MOHAMMAD F. Role of triacontanol in counteracting the ill effects of salinity in plants: A review [J]. Journal of Plant Growth Regulation, 2021, 40(1): 1-10.
- [32] NAZIR S, CHAUDHARY W A, MOBASHAR A, et al. Campesterol: A natural phytochemical with anti inflammatory properties as potential therapeutic agent for rheumatoid arthritis: A systematic review [J]. Pakistan Journal of Health Sciences, 2023, 4(5): 792.
- [33] QIAN Y D, TAN S Y, DONG G R, et al. Increased campesterol synthesis by improving lipid content in engineered *Yarrowia lipolytica* [J]. Applied Microbiology and Biotechnology, 2020, 104(16): 7165-7175.