

# 超声强化提取薏苡仁油的研究

胡爱军<sup>1</sup> 丘泰球<sup>1</sup> 梁汉华<sup>2</sup>

(1. 华南理工大学食品与生物工程学院, 广州 510640;

2. 香港理工大学应用生物及化学科学系, 香港)

**摘要:**研究了提取溶剂、提取温度、料液比、薏苡仁粒径、提取时间对超声提取薏苡仁油的影响。在单因素实验的基础上,进行了正交实验。结果表明,各因素对油提取率的影响次序为:物料粒径 > 超声提取温度 > 超声提取时间 > 超声频率和功率 > 料液比。优化后的工艺参数为:提取温度 50℃, 物料粒径 60 ~ 80 目, 料液比 1:3.5, 超声功率和频率 25 kHz、300 W, 提取时间 40 min。

**关键词:**超声;溶剂;提取;薏苡仁油

中图分类号:TQ460.2

文献标识码:A

## Study on ultrasonically aided solvent extraction of coix lacryma-jobi seed oil

HU Ai-jun<sup>1</sup>, QIU Tai-qiu<sup>1</sup>, LIANG Han-hua<sup>2</sup>

(1. College of Food and Biological Engineering, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China;

2. Department of Applied Biological and Chemical Technology, Hong Kong Polytechnic University, Hongkong)

**Abstract:** Effects of solvents, temperature, ratio of the weight of raw material to the volume of solvent, size distribution of raw material and time on ultrasonically aided solvent extraction of coix lacryma-jobi seed oil were studied. The results of orthogonal experiment indicate that the effectiveness of factors on oil yield is in this order: sizes of raw material > temperature > extraction time > power and frequency of ultrasound > ratio of the weight of raw material to the volume of solvent. A series of parameters optimized by orthogonal experiment are as follows: temperature is 50℃, size of raw material is 60 ~ 80 mesh, ratio of feedstock weight to the volume of solvent is 1:3.5, extraction time is 40 min, ultrasonic power and frequency is 25 kHz and 300 W respectively.

**Key words:** ultrasound; solvent; extraction; coix lacryma-jobi seed oil

薏苡仁是一种药食兼用谷物,具有许多重要的保健和药理功能,在食品、医药领域有广阔的开发应用前景。其中薏苡仁油具有抑制肿瘤细胞生长,增强肌体免疫,保护因化疗引起的白血球减少的功效,其营养保健功能已为人所公认<sup>[1]</sup>。目前文献报道的关于薏苡仁油的提取方法基本上是采用有机溶剂法<sup>[2~4]</sup>,但一般都存在着提取步骤多、操作复杂、污染环境、产品质量难以保证等问题。

超声波具有热效应、机械效应和空化效应<sup>[5,6]</sup>,利用超声波可以强化溶剂提取过程,缩短提取时间,减少溶剂用量,提高提取得率。笔者对超声强化提取薏苡仁油的工艺进行研究,以期推动薏苡仁油提

取工艺的发展。

## 1 实验部分

### 1.1 实验原料、试剂及仪器设备

薏苡仁,粒大饱满,新鲜无虫蛀,产地湖南。丙酮,广州市东红化学试剂厂;正己烷,上海市凌峰化学试剂有限公司;石油醚,广州市化学试剂厂;氯仿,汕头市光华化学厂;95%乙醇,广州市新港化工有限公司。

旋片式真空泵 XZ-1,浙江黄岩求精真空泵厂;电热恒温水浴锅 H-S-G-Ⅱ B-6,上海仪器(集团)供销公司;超声发射器 PTS-300,广州东方超声设备厂;超

级恒温水浴锅 CS501,商通科学仪器厂;不锈钢数显电热鼓风干燥箱 101AS-1,上海浦东跃欣科学仪器厂;真空干燥箱 DZ-80,上海市南汇县老港工具厂。

## 1.2 实验方法

### 1.2.1 超声提取溶剂的影响

分别以丙酮、石油醚、正己烷、95%乙醇、氯仿为提取溶剂。通过比较这些溶剂的超声提取效果,确定超声提取薏苡仁油的溶剂。具体的实验参数为:提取时间 40 min,料液比(即薏苡仁质量与提取溶剂体积之比,下同)1:3.5,提取温度 50℃,超声频率与功率为 25 kHz 和 300 W,薏苡仁粒径 12~20 目。

### 1.2.2 超声提取温度的影响

以丙酮为提取溶剂,分别在 30、35、40、45 及 50℃进行超声提取实验。薏苡仁粒径为 12~20 目;料液比为 1:3.5,用 25 kHz 和 300 W 的超声提取 30 min,考察温度的变化对超声提取的影响。

### 1.2.3 超声提取料液比的影响

料液比分别为 1:1.5、1:2.5、1:3.5、1:4.5、1:5.5,在 50℃超声提取 30min,其他实验参数同 1.2.2,考察料液比的变化对超声提取的影响。

### 1.2.4 薏苡仁粒径的影响

分别采用粒径为 12~20、20~40、40~60、60~80 目以及小于 80 目的薏苡仁进行超声提取试验,超声提取温度为 50℃,其他实验参数同 1.2.2,从而考察薏苡仁粒径的变化对超声提取的影响。

### 1.2.5 超声提取时间的影响

薏苡仁粒径为 40~60 目,超声提取温度为 50℃,其他实验参数同 1.2.2,提取时间分别为 10、20、30、40、50、60 min,通过薏苡仁油提取率的变化考察超声提取时间的影响。

### 1.2.6 正交实验

采用五因素四水平进行正交试验,各因素及其水平值见表 1。

表 1 正交实验

水平	因素				
	温度 (A)/℃	粒径 (B)/目	料液比 (C)	超声频率及 功率(D)	提取时间 (E)/min
1	35	>12	1:1.5	25 kHz 300 W	10
2	40	12~20	1:2.5	40 kHz 50 W	20
3	45	20~40	1:3.5	40 kHz 100 W	30
4	50	60~80	1:4.5	19 kHz 50 W	40

## 2 实验结果与讨论

### 2.1 超声提取溶剂的选择

作为理想溶剂应具有下述性质:价格低廉、来源充足,大规模工业应用是可行的;化学物理性质稳定;无腐蚀性、无毒性;纯度高;具有较低的沸点、比热和汽化潜热;选择性;在水中溶解性很小;溶解度大;安全性好。实际上目前国内外尚无这种理想溶剂。各种溶剂都有一定的优缺点,研究者已能找到一些有效方法,充分利用溶剂的优点,避免其缺点,从而取得较好的浸出效果。考虑各种溶剂的理化性质,笔者选用 95%乙醇、正己烷、石油醚、氯仿、丙酮作为超声提取溶剂,其提油率分别为 2.85%、2.92%、4.20%、4.80%、5.20%,丙酮的提油率明显高于其他溶剂。薏苡仁丙酮抽提物具有明显的抑制艾氏腹水癌、子宫癌 14(U-14)等癌细胞生长的作用<sup>[7]</sup>,临床应用也无副作用<sup>[8]</sup>,故以丙酮作溶剂为宜。

### 2.2 超声提取温度的选择

由图 1 可看出温度对薏苡仁油提取率具有一定的影响,随着提取温度的升高,提取速率增大,油提取率有一定程度的提高,在 30~50℃的温度范围内,50℃时薏苡仁油的提取率最高。

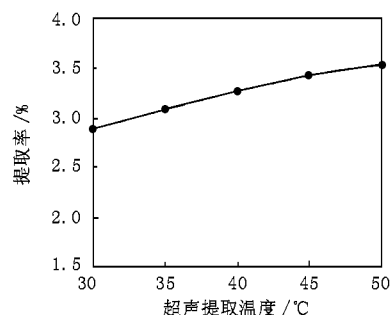


图 1 超声提取温度对提取率的影响

溶剂提取速度主要是由扩散系数决定的,而扩散系数  $D$  可以用爱因斯坦公式来表示:

$$D = RT / (6N\pi\eta r)$$

式中: $R$  为气体常数, $T$  绝对温度, $N$  阿弗加德罗常数, $\eta$  介质黏度, $r$  扩散物质分子的半径。

从上式也可以看出,当物料粒子大小和溶剂种类确定时,扩散系数  $D$  取决于温度的大小。浸出温度提高,就会增加溶剂分子和油脂分子的动能,加速了分子运动,促进了扩散作用。由此在薏苡仁油浸出过程中,适当提高温度有利于提高浸出速度。但温度过高会造成溶剂气化,浸出过程难以进行,对生

产安全造成威胁,也不利于提高提出物的质量。

在超声下,温度对提取速率的影响遵循同样的规律,但提取率的提高不完全归因于温度的影响。超声作用可能引起的空化效应、机械效应等也有一定的贡献。一般来说温度升高,溶剂的表面张力系数及黏滞系数下降,蒸汽压增高,超声空化域值下降,有利于空化泡的产生;另一方面,蒸汽压上升(由于温度的升高)又会导致空化强度或空化效应下降,从而不利于提取过程的强化。从超声空化引起对提取率提高的角度说,应在较低的温度条件下工作,利用在较低的温度下超声强烈的空化效应进行超声提取达到单纯提高温度时同样的效果。

### 2.3 提取料液比对薏苡仁油提取率的影响

图 2 为料液比对提取率的影响曲线,表明在超声作用下,当料液比大于 1:3.5 时,随着料液比的减少,溶剂量的增大,薏苡仁油的提取率有明显的提高,之后随着料液比的继续减小,薏苡仁油提取率增加的幅度逐渐减少,这是由于料液比小,溶剂量大,溶剂中的薏苡仁油浓度低,与物料及溶剂边界层的薏苡仁油浓度差大,扩散推动力大,因而提取速率高,在一定的时间内提取率高。但是溶剂量太大在经济上不合算。实验结果表明,比较合适的料液比为 1:3.5。

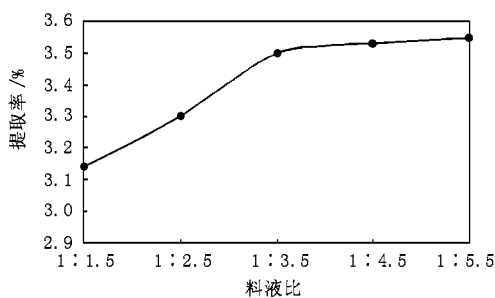


图 2 料液比对提取率的影响

### 2.4 薏苡仁粒径对超声提取的影响

实验结果见图 3,表明粒径对超声提取薏苡仁油的影响很明显,随着粒径的增大,提取率有明显的提高。但在实验过程中发现,超声强化的溶剂速率明显比无超声作用高,特别是在样品粒径比较大时,如粒径大于 12~20 目或 20~40 目,超声对提取过程的强化作用显得尤为明显。

薏苡仁油的浸出过程在时间上可分为两个阶段:一是游离薏苡仁油(即处在薏苡仁外表面上的油)的提取;二是处在未破坏或部分变形细胞中以及二次结构细胞中的薏苡仁油提取。为了更快更完全

地浸出有效成分,在薏苡仁预处理(粉碎)时,必须尽量破坏细胞结构,使薏苡仁粒径尽可能小,尽量使薏苡仁油成为游离状态,同时薏苡仁应该具有必要的机械结构性能,以保证在粒子和粒子内部之间良好的溶剂渗透。

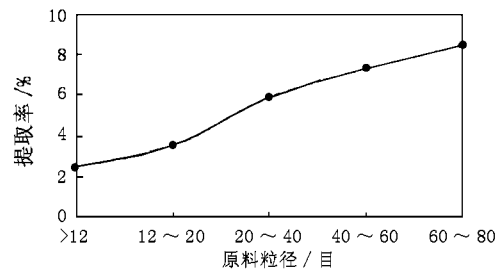


图 3 原料粒径对提取率的影响

超声作用下对薏苡仁油进行提取,物料在提取过程中由于超声的作用有一定程度的破碎。这有利于加速薏苡仁油的提取进程,提高提取率。但超声的破碎作用有一定的限度,也需要一定的时间,不可能消除不同粒径对薏苡仁油提取率所带来的差异。

### 2.5 超声提取时间的影响

图 4 为超声作用时间对提取率的影响,表明随着超声提取时间从 10 min 增加到 40 min,提取率随之增加;当提取时间超过 40 min 时,随着超声提取时间的延长,提取达到平衡后,薏苡仁油提取率基本保持不变。

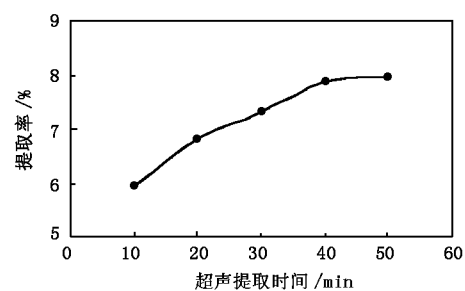


图 4 超声提取时间对提取率的影响

### 2.6 超声提取工艺优化

在单因素实验的基础上,进行  $L_{16}(4^5)$  正交实验。实验结果见表 2。

根据表 2 实验结果,进行因素水平级差分析,结果见表 3。

由表 3 可以看出,在影响超声提取的 5 个因素中,薏苡仁粒径的影响最大,提取料液比的影响最小。其影响提取率的大小次序先后为:薏苡仁粒径 > 超声提取温度 > 超声提取时间 > 超声频率及功率

> 提取料液比。为了获得较高的薏苡仁油提取率,

表2 超声提取薏苡仁油正交实验结果

试验号	A	B	C	D	E	油提取率/%
1	1	1	1	1	1	1.99
2	1	2	2	2	2	3.12
3	1	3	3	3	3	7.07
4	1	4	4	4	4	8.02
5	2	1	2	3	4	2.68
6	2	2	1	4	3	4.64
7	2	3	4	1	2	7.34
8	2	4	3	2	1	6.43
9	3	1	3	4	2	3.39
10	3	2	4	3	1	3.74
11	3	3	1	2	4	6.93
12	3	4	2	1	3	8.99
13	4	1	4	2	3	4.12
14	4	2	3	1	4	8.78
15	4	3	2	4	1	7.22
16	4	4	1	3	2	7.87

表3 以油提取率为指标的因素水平级差分析表

	因素				
	A	B	C	D	E
K <sub>1</sub>	20.2	12.18	21.43	27.10	19.38
K <sub>2</sub>	21.09	20.28	22.01	20.60	21.72
K <sub>3</sub>	27.17	28.56	25.67	21.36	24.82
K <sub>4</sub>	27.99	31.31	23.22	23.27	26.41
级差 R	7.79	19.13	4.24	6.50	7.03

各因素的优化参数为:薏苡仁粒径 60~80 目,超声提取温度 50℃,超声提取时间 40 min,超声频率及功率为 25 kHz 和 300 W,提取料液比 1:3.5。

### 3 结论

(1)超声提取薏苡仁油的理想溶剂为丙酮;随着粒径的减小,油的提取率增大;料液比对溶剂提取的影响不显著;提取率随着超声提取时间的延长而逐渐提高。正交实验结果表明,各因素对油提取率的影响次序为:薏苡仁粒径>超声提取温度>超声提取时间>超声频率、功率>料液比。

(2)通过正交实验得到优化后的工艺参数为:提取温度 50℃,薏苡仁粒径 60~80 目,料液比 1:3.5,超声频率和功率 25 kHz、300 W,提取时间 40 min。

### 参考文献

- [1] 胡爱军,郑捷.薏苡仁的开发应用[J].食品开发,2002(2):59~60
- [2] 何尔平,宋光森,雷达,等.用乙醇溶剂提取薏苡仁油的研制报告[J].武汉食品工业学院学报,1995(4):9~12
- [3] 黄仕礼.储存期间薏苡子实中薏苡仁油的苡仁酯含量、酸价、过氧化值和脂肪酸组成之变化[J].食品科学(台),1999,22(5):627~629
- [4] 李大鹏.薏苡仁中性油脂及其提取方法[P].CN,93117605.1995-09-15
- [5] 冯若,李化茂.声化学及其应用[M].合肥:安徽科学技术出版社,1992.23~25
- [6] 胡爱军,丘泰球.物理场强化萃取新技术[J].安徽化工,2002(1):26~29
- [7] Mitsuhiro N, Akihiko Y, Alsuko M, et al. Antitumor components isolated from the Chinese herbal medicine coix lachryma-jobi[J]. Plant Med, 1994,60:356
- [8] 王文一,裘爱泳.薏苡米——开发研究新热点[J].粮食与油脂,2001(12):11~13

## 《中国化工产品目录》2001~2002年第10版

该书是由中国化工信息中心、中化信富邦信息技术有限公司主编的大型化工工具书,第10次出版,经过每年的更新充实,积累了丰富翔实的信息,可满足不同读者的要求。

上册(产品):十九大类 24 000 余种(类)产品。

下册(企业):全国 18 000 余家企业。

附录:石油化工上市企业简介、化工进出口贸易公司名录、化工社团机构名录、化工企业网址名录、石油科研院所及设计院名录、化工产品中英文名称索引及 CA 登记号

索引。

订价:350元/套(含邮资)

中化信富邦信息技术有限公司

网上书店:www.cheminfo.gov.cn

地址:北京安外小关街 53 号 (100029)

联系人:马立红

电话:010-64444193 传真:010-64437173

开户行:北京农行亚运村支行

帐号:230101040004176