

桑椹籽油提取工艺优选

吕志强¹, 李乔¹, 巩丽丽¹, 陈智², 王超¹, 田景振^{1*}

(1. 山东中医药大学药学院, 济南 250355; 2. 济南市第二人民医院, 济南 250022)

[摘要] 目的: 确定正己烷索氏提取桑籽油的最佳工艺。方法: 将桑籽粉碎, 用正己烷对桑籽油进行提取。以桑籽油提取率为指标, 分别考察了浸提溶剂、回流温度、提取时间、溶剂倍量等因素对桑籽油提取率的影响, 进行了工艺优化的正交设计, 确定了桑籽油提取的最佳工艺。结果: 对提取率影响主次次序为回流温度、提取时间、溶剂倍量。提取桑籽油最佳提取工艺为回流温度 80 ℃, 提取时间 4 h, 溶剂倍量 (g: mL) 1: 24。桑籽油的提取率 32.33%。结论: 该工艺稳定、可行、节能, 生产周期短, 提取效率高, 适于工业化生产。

[关键词] 桑籽油; 正交试验; 提取; 正己烷

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)17-0045-03

Extraction Process of the Seed-Oil from *Morus alba*

LV Zhi-qiang¹, LI Qiao¹, GONG Li-li¹, CHEN Zhi², WANG Chao¹, TIAN Jing-zhen^{1*}

(1. College of Pharmacy, Shandong University of Traditional Chinese Medicine, Jinan 250355, China;
2. Second People's Hospital of Ji'nan City, Ji'nan 250022, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize the extraction process of the seed-soil from *Morus alba* L. by SoxhLet with hexane. **Method:** Crushed seeds from *Morus alba*, and extracted the seed-oil with hexane. Orthogonal design was used to optimize the extraction process of the seed-soil from *Morus alba* With the yield of seed-oil as index. Four factors were investigated to determine the optimum extraction process, which including extraction solvent, refluxing temperature, extraction time, solvent volume. **Result:** The order of factors which affected extracting was: refluxing temperature, extraction time, solvent volume. The optimum extraction process was to reflux the seeds at 80 ℃, extraction time was 4 h with 24 times amount of hexane. The extraction rate was 32.33%. **Conclusion:** The optimum extraction process is achieved, which is stable, feasible, energy-saving, short production cycle, high extraction efficiency, suitable for industrialization.

[Key words] seed-oil from *Morus alba* L.; orthogonal experiment; extraction; hexane

桑椹为桑科植物桑 *Morus alba* L. 的干燥果穗, 又名桑果, 早在 2000 多年前, 桑椹已是中国皇帝御用的补品。《本草经疏》中提到: “桑椹, 甘寒益血除热, 为凉血补血益阴之药”^[1]。而《本草纲目》谓“捣

汁饮, 解酒中毒; 酿酒服, 利水气, 消肿”^[2]。因桑树特殊的生长环境使桑果具有天然生长, 无任何污染的特点, 所以桑椹又被称为“民间圣果”。鉴于桑椹的诸多营养保健功能, 其被卫生部正式列为首批“既是食品又是药品”的名单^[3]。

我国桑分布广, 桑椹资源丰富, 在我国桑椹绝大多数用于榨汁, 而榨汁后的果渣、籽被弃去, 没有充分开发利用^[4]。桑籽油具有降血脂、抗动脉粥样硬化作用的作用, 这对延缓机体衰老显然有益。并且, 桑椹籽油可能是桑椹抗衰老作用的有效成分之一^[5]。因此开发研究提取桑籽油十分必要。但是,

[收稿日期] 20101223(012)

[第一作者] 吕志强, 在读硕士研究生, 从事中药制剂的研究,
Tel: 15253122618, 0531-89628597, E-mail:
Lvzhiqiang10000@126.com

[通讯作者] * 田景振, 教授, 博士生导师, 从事中药新剂型、新技术的研究工作, Tel: 0531-89628597, E-mail:
tianjingzhen@163.com

目前我国对桑椹的报道还不多,尤其是关于桑椹籽的基础研究方面更是少见。因此,本研究通过单因素试验、正交试验研究了桑籽油的提取,为桑资源的综合利用开发提供依据。

1 材料

桑椹籽(购于山东省蚕业研究所,经山东中医药大学教授周凤琴鉴定为桑科植物桑 *M. alba* 的干燥果穗),BS110S 型电子天平(北京赛多利斯天平公司),试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 含油率测定方法^[6] 精密称取已烘干桑籽粉(约 5 g, m_1),用滤纸将称取的桑籽粉包好,置于干燥箱中,105 ℃干燥 30 min 后取出,放置于干燥皿中冷却后称取质量为 m_2 。将提油后的桑籽粉包置于干燥箱中 105 ℃干燥 30 min 后取出,放置于干燥皿中冷却后称取质量为 m_3 。粗脂肪含量 = $(m_2 - m_3) \times 100 / m_1$ 。

2.2 不同提取方法的对桑籽油提取率的影响 分别考察了 80% 乙醇提取后石油醚萃取、石油醚 40 ℃直接回流提取、石油醚索式提取等方法对桑籽油提取率的影响,结果分别为 9.81%, 19.58%, 30.00%。索式提取法较其他 2 种方法提取率要高,故选择索式提取法。

2.3 溶剂对桑籽油提取率的影响 分别考察了石油醚、三氯甲烷、乙醚、丙酮、正己烷等作为提取溶媒对桑籽油提取率的影响,取 5 g 左右桑籽粉,各加 90 mL 上述溶剂,索式提取 4 h,提取率分别为 30.00%, 26.89%, 29.21%, 31.08%, 31.97%。石油醚、丙酮、正己烷对桑籽油的提取率都比较高,但正己烷最高。而且从提取的桑籽油的色泽和气味来评价,正己烷提取的桑籽油色泽鲜黄,气味清香,石油醚和乙醚提取的桑籽油色泽较好,丙酮提取的桑籽油有较多杂质,有刺激气味,三氯甲烷提取的桑籽油颜色较暗,而且乙醚、丙酮、三氯甲烷都有毒性,综合各方面考虑,选取正己烷为提取溶剂。

2.4 提取时间对桑籽油提取率的影响 精密称取 5 g 左右的桑籽粉 4 份,各加入 90 mL 正己烷,80 ℃分别索提取 1, 2, 3, 4, 6, 8 h,提取率为 22.62%, 26.46%, 26.56%, 31.97%, 31.62%, 30.62%。随提取时间的增加,桑籽油提取率逐渐增加,当提取时间为 4 h 时,提取率最大。继续增加提取时间,提取率基本不变,考虑大生产的需要,时间增加会延长生

产周期,最终确定提取时间为 4 h。

2.5 溶剂倍量对桑籽油提取率的影响 精密称取 5 g 左右的桑籽粉 4 份,各加入 30, 60, 90, 120 mL 正己烷,80 ℃索提 4 h,结果提取率分别为 22.28%, 27.31%, 31.97%, 32.33%。随着溶剂倍量的增加,提取率开始有明显的提高,当溶剂为 18 倍量时,提取率基本达到最大,再增加溶剂,提取率没有明显的增加,而且增加溶剂会增加成本。因此选用 18 倍量溶剂。

2.6 提取温度对桑籽油提取率的影响 精密称取 5 g 左右的桑籽粉 3 份,各加入 90 mL 正己烷,在 70, 80, 90 ℃下分别索提 4 h,结果分别为 25.87%, 31.97%, 30.78%。当提取温度为 80 ℃时,提取率最大,提取温度再增加时,提取率不再增加,而且温度增加有破坏桑籽油成分的可能,因此提取温度选用 80 ℃。

2.7 桑籽油提取的正交试验 通过预试验考察,确定提取时间(A)、溶剂倍量(B)、提取温度(C)等因素进行考察,按 $L_9(3^4)$ 正交表进行试验(表 1),以桑籽油提取率作为考察指标,探讨最佳提取工艺条件。结果及方差分析见表 2~3。

表 1 桑籽油提取工艺正交试验因素水平

水平	A 回流温度/℃	B 提取时间/h	C 溶剂倍量 /g·mL ⁻¹
1	70	2	1:12
2	80	4	1:18
3	90	6	1:24

表 2 桑籽油提取工艺正交试验安排及结果

No.	A 回流温度 /℃	B 提取时间 /h	C 溶剂倍量 /g·mL ⁻¹	空白	提取率/%
1	1	1	1	1	23.69
2	1	2	2	2	25.87
3	1	3	3	3	25.75
4	2	1	2	3	26.46
5	2	2	3	1	32.33
6	2	3	1	2	27.49
7	3	1	3	2	26.60
8	3	2	1	3	26.62
9	3	3	2	1	30.80
K_1	25.10	25.58	25.93	28.94	
K_2	28.76	28.27	27.71	26.65	
K_3	28.01	28.01	28.23	26.28	
R	3.66	2.69	2.29	2.66	

表3 方差分析

变异来源	SS	f	MS	F	P
A	22.368	2	11.184	1.795	0.358
B	13.209	2	6.604	1.060	0.485
C	8.683	2	4.341	0.697	0.589
误差	12.464	2	6.232	1.000	

由表2的结果说明,各因素对桑籽油提取效果的影响程度依次为 $A > B > C$,即由大到小依次是回流温度、提取时间、溶剂倍量。综合个因素的 K 值直接比较, $A_2B_2C_3$ 为最佳的提取条件。

由表3可知,因素 A, B, C 都没有显著性差异,因此只能选择在正交试验中有最大 K 值的水平,结合单因素试验,综合考虑经济性等因素,最后确定提取的最佳工艺参数为 $A_2B_2C_3$,即回流温度 $80\text{ }^\circ\text{C}$ 、提取时间 4.0 h 、溶剂倍量 $1:24$ 。

2.8 验证试验 为进一步考察上述优选工艺的稳定性,以工艺 $A_2B_2C_3$ 。重复试验3次,即选用回流温度 $80\text{ }^\circ\text{C}$ 、提取时间 4.0 h 、溶剂倍量 $1:24$,进行重复3次提取。按上述含油率测定法分析桑籽油的提取率,结果3次桑籽油提取率分别为 32.27% , 32.10% , 32.34% 。

3 讨论

桑籽油的提取方法有索氏提取法、溶剂浸提法、冷榨技术、超临界 CO_2 流体萃取等^[7],综合考虑提取成本,桑籽油提取率,故选择索氏提取法提取。

试验得出的最佳工艺条件中的溶剂倍量为 $(1:24)$ 与单因素实验得到的溶剂倍量 $(1:18)$ 不一致,为此在最佳工艺其他条件固定不变的情况下对二者进行考察,结果后者桑籽油提取率为 31.97% ,低于

按最佳工艺进行提取得到的桑籽油提取率 32.33% ,但是没有明显提高,从节省成本方面考虑,可采用溶剂倍量 $(1:18)$ 。本试验通过正交法对桑籽油的提取条件进行优选,按最佳工艺进行重复性试验,桑籽油提取率高、稳定性好,适合于大生产,通过正交试验极差分析可知,与文献报道的相差不大^[7-9]。

[参考文献]

- [1] 黄勇,张林,赵卫国,等. 桑椹的化学成分及药理作用研究进展[J]. 广西蚕业,2006,43(3):15.
- [2] 徐玉娟,廖森泰,肖更生,等. 蚕桑功能食品研究与开发进展[J]. 中国食品学报,2006,6(1):417.
- [3] 金杰,张锋,解成骏. 桑椹籽与桑椹籽油的营养成份特性研究[J]. 食品与发酵科技,2009,45(2):42.
- [4] 李国章,于华忠,卜晓英,等. 桑椹籽中黄酮的 CO_2 超临界流体萃取及抑菌作用研究[J]. 现代食品科技,2006,22(2):86.
- [5] 杨小兰. 桑椹籽油的降脂作用研究注[J]. 中国粮油学报,2001,16(4):8.
- [6] 魏芳,易建伟,王新发,等. 少量油菜种子含油量快速测定方法及应用[J]. 中国油料作物学报,2009,31(4):517.
- [7] 张志伟,杨中平,岳田利,等. 桑椹籽制油及综合开发利用[J]. 粮油加工,2005(12):50.
- [8] 吴娱明,施英,肖更生,等. 桑籽的营养成分研究[J]. 蚕业科学,2006,32(1):135.
- [9] 徐建国,胡青平,王彦彦,等. 桑椹籽油的提取及其脂肪酸组成分析[J]. 中国粮油学报,2009,24(5):88.

[责任编辑 仝燕]