

瓜蒌皂甙的超声波辅助提取工艺研究

盛桂华¹, 周泉城^{2*}

(1. 山东理工大学生命科技学院, 山东 淄博 255049; 2. 山东理工大学轻工与农业工程学院, 山东 淄博 255049)

摘要: 目的 确定超声波辅助提取瓜蒌皂甙的数学模型和最佳条件。方法: 用瓜蒌做试验材料, 通过单因素试验和响应曲面试验确定瓜蒌皂甙提取的数学模型和最佳条件。结果: 超声波时间40 min、液料比30 (V/W), 浸置时间40 min, 乙醇浓度为40%, 超声波功率150 W, 提取OH⁻浓度为1.5 mol/L, 超声波温度为70 °C, 提取次数1次。此条件下瓜蒌皂甙得率为0.93%。结论: 超声波辅助提取瓜蒌皂甙的方法得率高且稳定可行。

关键词: 瓜蒌; 皂甙; 超声波; 提取; 响应曲面

中图分类号: R 28412

文献标识码: A

文章编号: 1000-2324 (2008) 03-0376-05

收稿日期: 2006-07-27

基金项目: 山东理工大学科研基金资助项目 2004KJM09

作者简介: 盛桂华(1976-), 女, 讲师, 硕士, 主要从事天然产物化学及农产品加工。

*通讯作者: Author for correspondence. E-mail: zhqch04@sohu.com

EXTRACTION OF SAPONIN OF FRUCTUS TRICHOSANTHIS BY ULTRASONIC WAVE

SHENG Gui-hua¹, ZHOU Quan-cheng^{2*}

(1. School of Life Science; 2. School of Lighter Industry and Agricultural Engineering, Shandong University of Technology, Zibo 255049, China)

Abstract: Objects: the optimal extracting conditions of saponin of Fructus trichosanthis by ultrasonic wave were confirmed. Methods: with Fructus trichosanthis as experiment materials, the optimal extracting conditions were studied through single factor experiment and response surface experiment design. Results: the optimal extraction condition as follows: the time of ultrasonic wave extraction was 40 min, the ratio of extraction solution to the weight of Fructus trichosanthis was 30, the time of immersion was 40 min, the content of ethanol was 40%, the power of ultrasonic wave was 150 W, the content of OH⁻ in solution was 1.5 mol·L, the temperature of ultrasonic wave was 70 °C, the number of extraction was one. Under the above extraction condition, the yield of saponin of Fructus trichosanthis was 0.93%. Conclusion: it was confirmed that the extracting conditions were veracious and feasible.

Key words: Fructus trichosanthis ; saponin; ultrasonic wave; extract; response surface methodology

瓜蒌 (Fructus trichosanthis) 亦称栝楼, 系葫芦科多年生藤本植物, 也是我国北方地区庭园经济主要作物。据《本草纲目》记载其有润肺、化痰、散结、润肠作用, 主治痰热咳嗽、肺痰咳血、胸闷、消泻和便秘等症[1]。近年来又发现瓜蒌具有消炎、抗癌等功效[1]。瓜蒌含有皂甙、有机酸、树脂、糖类和色素等物质[1-3]。皂甙是一类具有重要生理活性的物质, 如大豆皂甙、人参皂甙等。瓜蒌皂甙几乎全为新发现的天然化合物, 其作用主要包括抑制炎症, 抑制肿瘤细胞等。提取方法、组成和结构等均未深入研究。本文利用超声波辅助提取瓜蒌皂甙, 探讨影响其提取的各因素作用规律, 并确定提取的最佳工艺。

1 材料与方 法

1.1 试验材料

瓜蒌购自张店中药材公司, 经有关专家鉴定为瓜蒌。齐墩果酸为中国药品生物制品检定所产品。临用前根据需 要配制相应浓度的标准液。所用其他试剂均为国产分析纯。

1.2 试验设备

超声波提取装置JAC-300购自济宁市奥波超声电气有限公司, 超声波发射方式为连续式。紫外-可见分析仪为 岛津UV-1700。

1.3 试验方法

1.3.1 试验操作 超声波提取试验操作: 称取定量瓜蒌于烧瓶中, 加入定量溶剂, 静置一定时间后, 于超声波提取 器中, 按设定的超声波功率、时间和温度进行试验。试验结束后, 抽滤, 滤液定容, 取样测定。

1.3.2 样品中瓜蒌皂甙得率计算

1.3.2.1 标准曲线绘制[5-6] 标准溶液的配制: 精确称取齐墩果酸20.0 mg, 置于25 mL容量瓶中, 以甲醇溶解并定 容至刻线, 制得浓度为0.80 μg·μL溶液, 摇匀, 备用。

分别吸取标准溶液0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.2、1.6 mL, 置于10 mL容量瓶中, 挥干甲醇。加10%的香草 醛溶液0.5 mL, 于冰水浴中加入65%硫酸5 mL, 摇匀, 于50 °C水浴中加热20 min, 取出后冰水浴中冷却10 min

后。在545 nm的波长处测定瓜蒌皂甙的A值。以浓度X为横坐标，A值为纵坐标绘制标准曲线，得瓜蒌皂甙回归方程 $A=3.122X-0.0093$, $R^2 = 0.9994$ 。

1.3.2.2 得率计算 称取样品提取液50 μL ，其他操作按标准曲线操作进行，测定瓜蒌皂甙A值。做3个平行，取平均值。根据标准曲线方程求出提取物中瓜蒌皂甙的含量，按下面方法计算瓜蒌皂甙得率。瓜蒌皂甙得率(%) = 提取物中瓜蒌皂甙质量/用于提取的瓜蒌挤压膨化物质质量 $\times 100$

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 超声波功率的影响 一般来说，超声波的功率越高越容易获得较大的声强，超声强度对得率的影响却不能一概而论，要考虑超声波与介质相互作用的程度和提取物的性质。由图1可知在功率范围50~150 W内，随着功率提高瓜蒌皂甙得率上升，功率为150 W时瓜蒌皂甙得率最高，功率在增加，皂甙得率开始下降。这说明在所选试验功率范围内，功率为150 W时，超声波与瓜蒌相互作用的程度最大，瓜蒌皂甙的结构、性质导致在此功率下，最有利于提取。

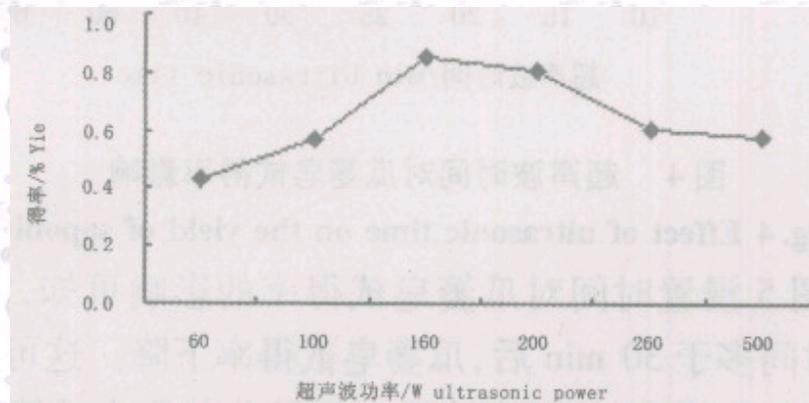


图1 超声波功率对瓜蒌皂甙得率影响

Fig.1 Effect of saponin yield on ultrasonic power

2.1.2 液料比的影响 由图2液料比对瓜蒌皂甙得率的影响可知，液料比(V/W)为25时，瓜蒌皂甙得率最高。液料比低于25时，液料比增加，瓜蒌皂甙得率升高，当液料比高于25时，瓜蒌皂甙得率开始下降。

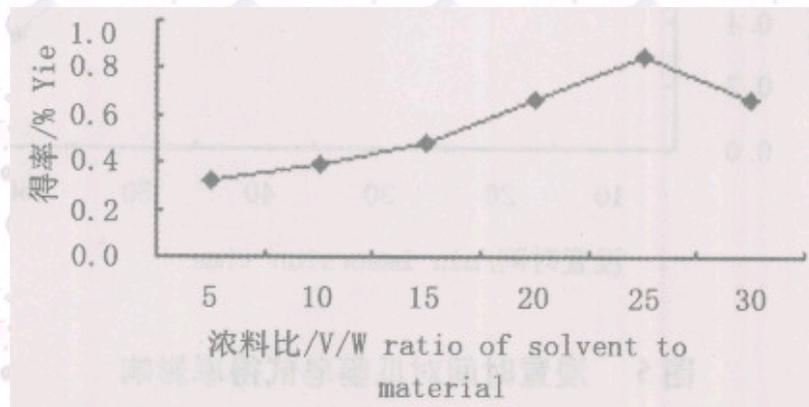


图2 液料比对瓜蒌皂甙得率影响

Fig.2 Effect of the ratio of solvent to material on saponin yield

2.1.3 超声波温度的影响 超声波作用时对物料会产生加热作用，但其确切温度为多少，却与许多因素有关系，如超声波功率、超声波作用时间等。由图3可知，超声波温度小于70 $^{\circ}\text{C}$ 时，超声波温度越高，瓜蒌皂甙得率越高，当温度为70 $^{\circ}\text{C}$ 时，瓜蒌皂甙得率最高。温度高于70 $^{\circ}\text{C}$ ，可能是温度比较接近乙醇沸点，导致乙醇开始气化，不利于瓜蒌皂甙提取，从而得率下降。

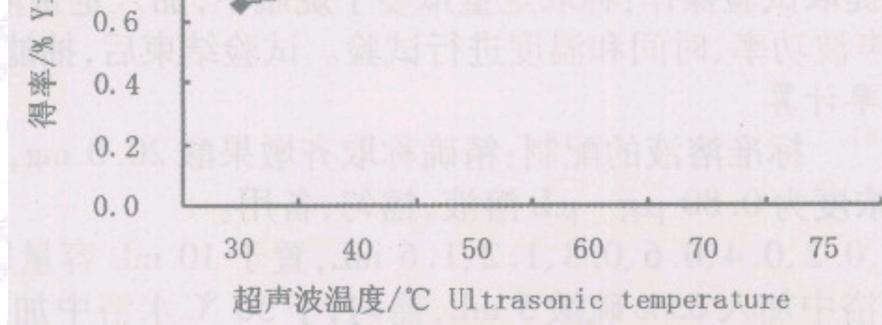


图3 超声波温度对瓜蒌皂甙得率影响

Fig.3 Effect of ultrasonic temperature on the yield of saponin

2.1.4 超声波时间的影响 由图4可知, 超声波辐射时间为40 min时, 瓜蒌皂甙得率最高。当超声波时间超过40 min后, 随着超声波辐射时间延长, 瓜蒌皂甙得率开始下降, 这是由于超声波作用时间过长, 长时间的超声强度导致瓜蒌皂甙分解、破坏。

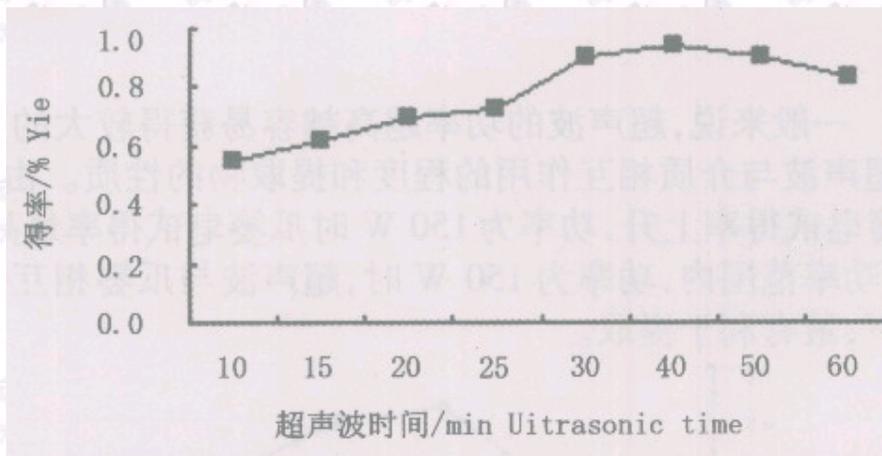


图4 超声波时间对瓜蒌皂甙得率影响

Fig.4 Effect of ultrasonic time on the yield of saponin

2.1.5 浸置时间的影响 由图5浸置时间对瓜蒌皂甙得率的影响可知, 浸置时间低于30 min, 时间越长, 瓜蒌皂甙得率越高。浸置时间多于30 min后, 瓜蒌皂甙得率下降。这可能是由于浸置时间过长, 提取液中瓜蒌皂甙含量较高, 当进行超声提取时, 超声波强度把部分萃取出瓜蒌皂甙降解, 使瓜蒌皂甙得率下降。

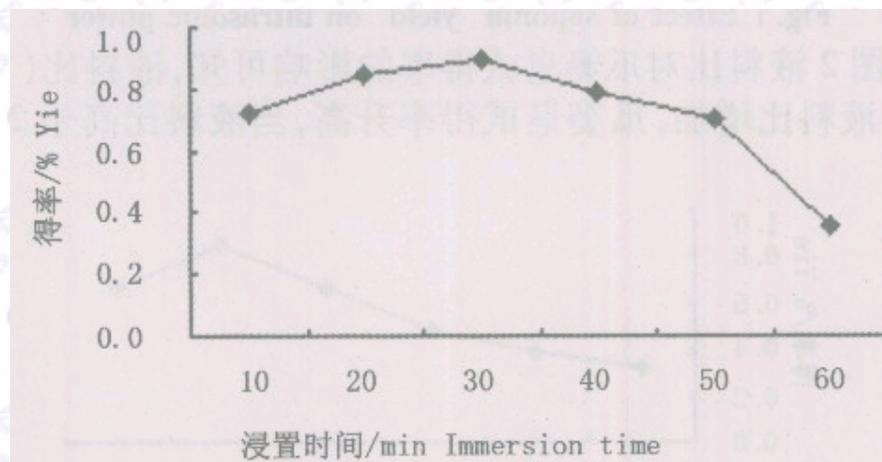


图5 浸置时间对瓜蒌皂甙得率影响

Fig.5 Effect of immersion time on the yield of saponin

单因素试验结果经方差分析, 选取最显著的超声波时间、液料比和浸置时间为试验因素进行响应曲面试验, 优化提取工艺, 其他条件为乙醇浓度为40%, 超声波功率150 W, 提取OH⁻浓度为1.5 mol·L, 超声波温度为70 ℃, 提取1次。试验结果见表1~3。

表1 试验方案及试验结果

Table 1 Result and design of experiments

| 编号 Number | 超声波时间/min Time of ultrasonic extracting | 液料比/V/W Ratio of solvent to material | 浸置时间/min Immersion time | 皂甙得率/% Yield of saponin |
|--------------|--|---|----------------------------|----------------------------|
| 1 | -1(30) | -1(20) | 0(50) | 0.42 |
| 2 | -1 | 0(25) | -1(40) | 0.58 |
| 3 | -1 | 0 | 1(60) | 0.66 |
| 4 | -1 | 1(30) | 0 | 0.69 |
| 5 | 0(40) | -1 | -1 | 0.58 |
| 6 | 0 | -1 | 1 | 0.57 |
| 7 | 0 | 1 | -1 | 0.94 |
| 8 | 0 | 1 | 1 | 0.91 |
| 9 | 1(50) | -1 | 0 | 0.56 |
| 10 | 1 | 0 | -1 | 0.69 |
| 11 | 1 | 0 | 1 | 0.78 |
| 12 | 1 | 1 | 0 | 0.90 |
| 13 | 0 | 0 | 0 | 0.76 |
| 14 | 0 | 0 | 0 | 0.70 |
| 15 | 0 | 0 | 0 | 0.73 |

表2 偏回归系数显著性测验的结果

Table 2 Results of regression coefficient

| 因素 Factors | 自由度 Degree of freedom | 估计值 Estimated value | 标准误差 Standard error | t值 t value | F值 F value |
|-----------------|--------------------------|------------------------|------------------------|---------------|---------------|
| 常数项 | 1 | -0.96500 | 1.28079 | -0.75 | 0.4851 |
| x ₁ | 1 | 0.06125 | 0.02463 | 2.49 | 0.0554 |
| x ₂ | 1 | 0.03875 | 0.05508 | 0.70 | 0.5132 |
| x ₃ | 1 | -0.02437 | 0.02754 | -0.89 | 0.4167 |
| x ₁₁ | 1 | -0.00080000 | 0.00023419 | -3.42 | 0.0189 |
| x ₂₂ | 1 | -0.00030000 | 0.00093675 | -0.32 | 0.7617 |
| x ₃₃ | 1 | 0.00027500 | 0.00023419 | 1.17 | 0.2932 |
| x ₁₂ | 1 | 0.00035000 | 0.00045000 | 0.78 | 0.4719 |
| x ₁₃ | 1 | 0.00002500 | 0.00022500 | 0.11 | 0.9159 |
| x ₂₃ | 1 | -0.00010000 | 0.00045000 | -0.22 | 0.8329 |

由表2结果表明, 除超声波时间的二次项与瓜蒌皂甙得率呈显著的正相关关系外, 其余的一次项, 二次项和交互项均不显著。在所选的三个试验因素中, 对瓜蒌皂甙得率影响作用顺序为液料比>超声波时间>浸置时间。

表3 方差分析

Table 3 Analysis of regression

| 方差来源 | 自由度 | 平方和 | 均方差 | F值 | 概率 |
|---------------------|-------------------|---------------|---------------|---------|-------------|
| Source | Degree of freedom | Sum of square | Even standard | F value | Probability |
| 回归 Model | 9 | 0.28792 | 0.03199 | 15.80 | 0.0036 |
| 残差 Error | 5 | 0.01012 | 0.00202 | | |
| 总离差 Corrected Total | 14 | 0.29804 | Corrected | | |

从表3方差分析可知, $P=0.0036 < 0.01$, 瓜蒌皂甙得率回归方程达极显著水平, 即试验数据与所采用的二次数学模型符合, 拟合情况良好。

瓜蒌皂甙得率回归模型方程为: $Y = -0.96500 + 0.06125X_1 + 0.03875X_2 - 0.02437X_3 - 0.0008X_{12} - 0.0003X_{22} + 0.000275X_{32} + 0.00035X_{12}X_2 + 0.000025X_{13}X_3 - 0.0001X_2X_3$ 。解方程得最佳条件中液料比为负数, 故选取响应曲面试验中瓜蒌皂甙得率最高的试验条件为最佳条件, 即超声波时间40 min, 液料比(V/W) 30, 浸置时间40 min, 乙醇浓度为40%, 超声波功率150 W, 提取 OH^- 浓度为1.5 mol·L, 超声波温度为70 °C, 提取1次。

2.3 验证试验

按瓜蒌皂甙最佳提取条件随机取样进行三次验证试验, 经测定瓜蒌皂甙得率0.93%。回归模型方程预测值为0.90%。经方差分析知 $P=0.2230$, 表明实测平均值和预测值之间无显著差别, 模型拟合良好, 预测准确。

3 讨论

超声波辅助提取的理论依据是利用超声波热学机理、超声波机械机制和空化作用。超声波提取法与传统的浸取法相比, 其提取过程的速率大大提高, 且提取液中的杂质较传统方法低[7-8]。

单因素试验和响应曲面试验的几个因素及水平都是在大量预试验基础上确定的。各试验因素对皂甙得率的影响是多方面因素相互作用的结果。其中超声波功率对瓜蒌皂甙得率的影响取决于瓜蒌皂甙和超声波之间先后作用的程度, 而此作用程度与瓜蒌皂甙的结构、性质等有密切关系。液料比则与瓜蒌皂甙提取的动力学和溶剂回收的温度、时间关系最密切。超声波温度, 超声波时间和浸置时间则与瓜蒌皂甙得率提取动力学规律密切相关。由此, 所选的实验因素均有一个最佳的反应, 响应曲面实验则确定了最佳的实验条件。

参考文献

- [1] 沈爱宗, 刘圣, 张明生. 瓜蒌研究进展[J]. 中医药信息, 1997, 6: 14-16
- [2] 巢志茂, 何波. 栝楼果实的化学成分研究[J]. 中国中药杂志, 1999, 24(10): 612-614
- [3] 巢志茂, 何波, 敖平. 瓜蒌的化学成分研究进展[J]. 国外医学中医中药分册, 1998, 20(2): 7-10
- [4] 李宁, 晋坤贞. 瓜蒌化学成分研究进展及产品发展展望[J]. 上海农业科技, 2001: 298-301
- [5] 魏静, 张春红, 刘长江. 比色法测定大豆总皂甙的研究[J]. 粮油加工, 2006, 10: 60-62
- [6] 黄贤校, 谷克仁, 周菲. 紫外分光光度法测定大豆皂甙含量[J]. 粮食与油脂, 2005, 10: 44-45
- [7] 罗登林, 丘泰球, 卢群. 超声波技术及应用(IV)——超声波技术在其他方面的应用[J]. 日用化学工业, 2006, 36(2): 120-123
- [8] 罗登林, 丘泰球, 卢群. 超声波技术在油脂工业中的研究进展[J]. 粮油加工与食品机械, 2005, 3: 4-6

[返回](#)