

荔枝核中总皂苷的提取工艺优选

王玉芝, 于天霞, 王嘉滨
(黑龙江省质量监督检测研究院, 哈尔滨 150050)

[摘要] 目的:以荔枝核为原料,采用乙醇浸提和超声波辅助提取法对荔枝核中总皂苷进行提取工艺优选。方法:以人参 R_{g_1} 为对照品,采用香草醛-高氯酸比色法测定皂苷含量。乙醇浸提法选用浸提时间、液固比、温度、乙醇浓度作为影响因素,超声波辅助提取法选超声波提取时间、液固比、乙醇浓度作为影响因素。结果:乙醇浸提法提取皂苷的最佳工艺参数提取时间为 3 h,液固比 22:1,70% 乙醇 80 °C 提取,总皂苷质量分数为 1.714%。超声波辅助提取皂苷的最佳工艺参数为 70% 乙醇提取 50 min,液固比 22:1,总皂苷的提取率为 1.818%。结论:超声波辅助提取法的提取效果优于乙醇浸提法。

[关键词] 荔枝核;总皂苷;乙醇;超声波;提取

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2011)12-0048-02

荔枝核为无患子科植物荔枝 *Litchi chinensis* Sonn 的干燥成熟种子,产于我国西南、华南和东南地区,是我国特有的植物,具有理气、祛寒、止痛等功效。皂苷是荔枝核中的主要成分之一,是一种具有广泛应用价值的天然生物活性物质^[1],具有预防高脂血症^[2]、高血压、抗氧化^[3]、抗自由基、抑制肿瘤细胞生长^[4]、抑制血小板凝聚、免疫调节^[5]等作用。是一类很值得开发利用的营养保健、功能疗效性食品添加剂、饲料添加剂^[6]。

本文以荔枝核为原料,使用超声波辅助提取法对荔枝核总皂苷进行提取,选用溶剂浓度、液固比、超声波提取时间作为影响因素,进行正交试验,确定最佳提取工艺参数,并与传统提取方法(乙醇浸提法)进行对比,分析其优越性。通过本课题研究,为荔枝核的开发与利用创造条件。

1 材料

AL204 型电子天平(梅特勒-托利多仪器有限公司),TG-328A 型分析天平(上海实验仪器厂),722S 型可见分光光度计上海精密科学仪器有限公司,人参皂苷 R_{g_1} 对照品(批号 0703200117,中国药品生物制品检定所),所用试剂均为分析纯。

2 方法及结果

2.1 总皂苷含量测定

2.1.1 对照品溶液的制备 精密称取人参皂苷 R_{g_1} 对照品 5.0 mg,置 50 mL 量瓶中,加甲醇溶解并

稀释至刻度,得到 $0.1 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的溶液作为对照品贮备液。

2.1.2 吸收波长的确定 准确吸取对照品贮备液 1.0 mL 于试管中,水浴挥干溶剂,加 5% 香草醛-冰醋酸溶液 0.2 mL,高氯酸 0.8 mL,混匀、密塞,置 70 °C 恒温水浴中加热 30 min,取出立即以冰水冷却 15 min,加入冰醋酸 5.0 mL,摇匀后静置 30 min,以试剂作空白,于 450 ~ 700 nm 处测定吸光度,并确定最大吸光度。香草醛-高氯酸能与皂苷形成特征性的紫红色,是最常用的皂苷显色法。结果显示,对照液以高氯酸体系显色后,人参皂苷对照品在 560 nm 处有最大吸收,故选择 560 nm 为测定波长。

2.1.3 人参皂苷标准曲线 精密吸取人参皂苷 R_{g_1} 对照品溶液 0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7 mL 置试管中,挥干溶剂,加入新配制的 5% 香草醛-冰醋酸溶液 0.2 mL,高氯酸 0.8 mL,混匀、密塞在 70 °C 水浴中加热 15 min,立即置冰水中冷却 5 min,加入冰醋酸 5.0 mL 摇匀,放置 30 min,相应试剂随行空白对照测吸光值。以人参皂苷 R_{g_1} 的质量浓度为横坐标,以其吸光值为纵坐标,绘制标准回归曲线方程 $A = 0.0088C + 0.0481$ ($R^2 = 0.9989$)。

2.1.4 荔枝核总皂苷提取率的测定 将粗皂苷用甲醇定容至 20 mL,吸取 50 μL 用香草醛-高氯酸显色法测吸光度,计算 1 g 荔枝核的总皂苷提取率 X ,如下所示:

$$X = 400(A - a) / bM$$

式中, A 为吸光度; M 为样品的质量; a 为常数项; b 为回归直线的系数。

2.2 乙醇浸提法工艺优化

[收稿日期] 20101021(002)

[第一作者] 王玉芝,高级工程师,从事分析化学工作, Tel: 15146629205, E-mail: yu.zhi2009@163.com

2.2.1 正交试验 考虑到各单因素的交互动态影响,在单因素试验的基础上,进行了正交试验,确定优化的工艺条件。选择提取温度、乙醇浓度、液固比、浸提时间进行4因素3水平的试验。

荔枝核经干燥粉碎,过40目筛,称取1g于100 mL锥形瓶,9份,按正交试验因素水平(表1)安排试验,将提取液过滤浓缩,浓缩液经15 mL水饱和正丁醇萃取,去除糖、蛋白质等亲水性成分后,上清液浓缩至干,移入量瓶中用甲醇定容至20 mL,摇匀备用。用香草醛-高氯酸显色法测吸光度,按上述绘制标准曲线方法,测定其含量(表2)。

表1 乙醇浸提正交试验因素水平

水平	A 温度/℃	B 乙醇体积分数/%	C 液固比	D 浸取时间/h
1	60	70	18:1	3
2	70	80	20:1	4
3	80	90	22:1	5

表2 乙醇浸提正交试验 $L_9(3^4)$ 数据及分析

No.	A	B	C	D	总皂苷提取率/%
1	1	1	1	1	1.679
2	1	2	2	2	1.231
3	1	3	3	3	1.159
4	2	1	2	3	1.199
5	2	2	3	2	1.581
6	2	3	1	1	1.186
7	3	1	3	2	1.704
8	3	2	1	3	1.540
9	3	3	2	1	1.613
K_1	1.356	1.527	1.468	1.624	
K_2	1.322	1.451	1.348	1.374	
K_3	1.619	1.319	1.481	1.299	
R	0.297	0.208	0.133	0.325	

由表可知,比较R值大小,可以看出影响总皂苷提取因素的顺序为浸提时间>提取温度>乙醇浓度>液固比。其最佳提取条件为 $A_3B_1C_3D_1$,即浸提时间3 h,乙醇体积分数70%,提取温度80℃,液固比22:1。

2.2.2 精密度试验 按照最优条件进行了5组验证试验,结果平均提取率1.714%,RSD 1.36%。

2.3 超声波辅助提取工艺优化

2.3.1 正交试验 考虑到各单因素的交互动态影响,在单因素试验的基础上,进行了正交试验,确定优化的工艺条件。因此,选择选定液固比、提取时间、乙醇体积分数3个因素进行3因素3水平的试验。样品量及测定方法同2.2.1。正交试验因素水平见表3,结果见表4。

表3 超声波辅助提取正交试验因素水平

水平	A 液固比	B 提取时间/min	C 乙醇体积分数/%
1	18:1	40	70
2	20:1	50	80
3	22:1	60	90

表4 超声波辅助提取正交试验 $L_9(3^3)$ 数据及分析

No.	A	B	C	总皂苷提取率/%
1	1	1	1	1.322
2	1	2	2	1.727
3	1	3	3	1.686
4	2	1	2	1.722
5	2	2	3	1.754
6	2	3	1	1.517
7	3	1	3	1.795
8	3	2	1	1.813
9	3	3	2	1.736
K_1	1.578	1.613	1.551	
K_2	1.664	1.765	1.728	
K_3	1.781	1.646	1.745	
R	0.203	0.152	0.194	

由表可知,比较R值大小,可以看出影响总皂苷提取因素的顺序为液固比>乙醇体积分数>提取时间。其最佳提取条件为 $A_3B_2C_3$,即浸提时间50 min,乙醇体积分数90%,液固比22:1。

2.3.2 精密度试验 按照最优条件进行了5组验证试验,按荔枝核总皂苷提取率的测定方法,用标准曲线计算其提取率RSD 1.42%,表明试验结果比较准确。

3 结论

通过正交试验及对试验结果进行的分析,确定了醇提的最佳工艺条件和超声波辅助提取的最佳工艺参数,超声波辅助提取法提取周期短,需要50 min,能耗低,0.42 kW;醇提取法提取周期长,需要180 min,能耗高,3 kW。超声波辅助提取法从提取率、能耗、周期等各方面都优于乙醇回流提取法。

[参考文献]

[1] 苏汉材. 荔枝全身都是宝[J]. 南方论刊,1998,7(2):160.
 [2] 宁正祥,彭凯文,秦燕,等. 荔枝研究进展[J]. 营养学报,2006,18(2):150.
 [3] 郁利平. 食物的抗氧化作用[J]. 中国免疫学杂志,1992,2(3):191.
 [4] 徐长福,杨艳萍. 绞股兰总皂苷与阿霉素、5-氟尿嘧啶联用的抑瘤效果[J]. 西安医科大学学报,1996,17(2):170.
 [5] Shiraiwa M. Composition and structure of 'group A saponin' in soy bean seed[J]. Agric Biol Chem,1991,55(2):315.
 [6] 王章存,刘卫东. 皂苷一具有研究开发价值的天然活性物质[J]. 食品科学,1996,16(2):3.

[责任编辑 全燕]