

正交试验优选苦瓜黄酮超声波提取工艺

郭青枝, 赵二芳, 陈 婕

(忻州师范学院化学系, 山西 忻州 034000)

摘 要: 用正交试验对苦瓜黄酮的超声波提取工艺进行了优化, 确定的最佳工艺为: 超声波功率 80 W, 提取时间 20 min, 提取液为体积分数 90 % 的乙醇溶液, 料液比 1:30 (g/mL)。并与传统提取法进行了比较, 结果表明, 超声波提取苦瓜黄酮优于传统提取法, 具有省时、高效的优点。

关键词: 苦瓜; 黄酮类化合物; 超声波; 提取; 正交试验

中图分类号: O622.4; S642.5 文献标识码: A 文章编号: 1001-9286(2007)01-0036-02

Optimization of Ultrasonic Extraction Technology of Momordica charantia L. Flavones by Orthogonal Test

GUO Qing-zhi, ZHAO Er-lao and CHEN Jie

(Department of Chemistry, Xinzhou Normal College, Xinzhou, Shanxi 034000, China)

Abstract: The ultrasonic extraction techniques of momordica charantia L. flavones were optimized by orthogonal test. The optimum extraction conditions were summed up as follows: ultrasonic power as 80 W, 20 min extraction time, ethanol solution (volume fraction as 90 %) as extraction solution, and the ratio of materials to solution as 1:30 (g/mL). Besides, this method was compared with traditional extraction method and the comparison results suggested that ultrasonic extraction method was better because of its advantages such as time-saving and high efficiency.

Key Words: Momordica charantia L.; flavonoids; ultrasonic; extraction; orthogonal test

苦瓜(*Momordica charantia* L.) 别名锦荔枝、凉瓜、癞葡萄, 是葫芦科苦瓜属蔓性草本植物, 在我国各地均有种植。苦瓜药食两用, 为著名的民间中草药。我国传统医学记载, 苦瓜味苦性寒, 具有清热解毒、滋养强壮、降血脂、降血糖功效, 对提高机体的免疫能力, 防治湿疹等皮肤病有一定作用。现代科学研究表明, 苦瓜中的活性成分可抑制正常细胞的癌变和促进突变细胞的恢复过程, 具有抗癌作用^[1-2]。苦瓜活性成分的传统提取方法中操作步骤多, 溶剂消耗大, 时间长, 生产成本低, 本实验用正交设计的方法, 以苦瓜中黄酮类化合物提取率为指标, 对超声波提取苦瓜黄酮的工艺进行优化, 为苦瓜黄酮的提取提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料

苦瓜购于忻州市农贸市场, 洗净晾干, 去瓢, 切片, 烘干, 固体样品粉碎机粉碎, 装瓶备用。槲皮素(生化试

剂), 中国医药上海化学试剂公司; 其他试剂均为分析纯, 水为二次蒸馏水。

1.2 仪器

UV-2550 紫外可见分光光度计, 日本岛津公司; 722 型可见分光光度计, 上海分析仪器总厂; KQ-100DB 型超声波清洗器, 昆山市超声仪器有限公司; AB204-N 电子分析天平, 梅特勒-托利多仪器上海有限公司; XA-1 固体样品粉碎机, 金坛市荣华仪器制造有限公司。

1.3 方法

1.3.1 因素水平的确定

根据预试验, 提取液用体积分数为 90 % 的乙醇溶液, 选取超声波功率、提取时间、料液比(样品与提取溶液之比)为考察因素, 每个因素设计 3 个水平, 拟定的因素与水平见表 1。

1.3.2 苦瓜总黄酮的提取

精确称取苦瓜粉末 0.2 g, 按正交试验 $L_9(3^3)$ 设计, 进行 9 组试验条件下的苦瓜总黄酮提取。提取液经抽滤

基金项目: 山西省高校科技研究开发项目(200611041)。

收稿日期: 2006-09-29

作者简介: 郭青枝(1965-), 女, 硕士, 山西省宁武县人, 讲师, 主要从事植物成分分析研究。

表 1 因素水平

水平	因素		
	A 功率(W)	B 提取时间(min)	C 料液比(g:mL)
1	60	10	1:30
2	70	20	1:40
3	80	30	1:50

后, 冷藏待测。

1.3.3 苦瓜中总黄酮的测定

按参考文献[3]的方法, 以槲皮素为标准对照品、硝酸铝为显色剂, 进行苦瓜中总黄酮的测定。

1.3.3.1 溶液的配制

准确称取 0.0125 g 槲皮素, 用 90 % 的乙醇水溶液微热溶解, 室温定容至 100 mL, 浓度为 0.125 g/L, 作为槲皮素储备液。精确吸取 0.125 g/L 的槲皮素储备液 10 mL, 用 90 % 乙醇稀释为 100 mL, 浓度为 0.0125 g/L, 作为槲皮素工作液。

1.3.3.2 测定波长的选择

准确吸取 2 mL 槲皮素工作液于 10 mL 比色管中。加入 40 g/L 的硝酸铝溶液 1 mL, 90 % 的乙醇稀释至刻度, 摇匀, 静置 20 min 后, 以试剂空白作参比, 在紫外可见分光光度计上进行光谱扫描, 发现在 430 nm 处有最大吸收峰, 故选择检测波长为 430 nm。

1.3.3.3 样品测定

准确吸取 1.0 mL, 2.0 mL, 3.0 mL, 4.0 mL, 5.0 mL, 6.0 mL, 7.0 mL 和 8.0 mL 槲皮素工作液分别置于 8 支 10 mL 的比色管中, 按 1.3.3.2 的方法, 在 430 nm 处测吸光度。以吸光度为纵坐标, 质量浓度为横坐标, 进行线性回归, 其回归方程为 $A=0.0626C+0.0023$, $r=0.9999$ 。式中 C 为槲皮素浓度(mg/L), A 为吸光度。取供试样品溶液依法在 430 nm 处测吸光度, 代入回归方程, 求苦瓜黄酮的提取量, 再根据总黄酮提取率=(总黄酮质量/苦瓜质量)×100 %, 计算苦瓜中总黄酮的提取率。

2 结果与分析

2.1 正交试验结果及方差分析

正交试验结果见表 2, 方差分析结果见表 3。

由表 2 可知, 极差最大的为 A 因素, 其次为 B 因素和 C 因素, 说明 A 因素即超声波功率的改变对苦瓜总黄酮的提取影响最大, 其次为提取时间和料液比。根据正交试验结果, 提取工艺最佳组合条件为 $A_3B_2C_2$ 。但方差分析的结果说明超声波功率和提取时间对结果有显著性影响, 而料液比对苦瓜黄酮提取无显著影响。综合考虑, 确定超声波提取苦瓜黄酮的最佳工艺为超声波功率 80 W, 提取时间 20 min, 料液比 1:30(g/mL)。

2.2 验证试验

表 2 正交试验结果

试验号	A	B	C	总黄酮提取率(%)
1	1	1	1	0.188
2	1	2	2	0.201
3	1	3	3	0.197
4	2	1	2	0.202
5	2	2	3	0.207
6	2	3	1	0.205
7	3	1	3	0.200
8	3	2	1	0.208
9	3	3	2	0.209
K_1	0.586	0.590	0.601	
K_2	0.614	0.616	0.612	
K_3	0.617	0.611	0.604	
R	0.031	0.026	0.011	

表 3 方差分析结果

方差来源	离差平方和	自由度	方差	F 值	显著性
A	1.9488×10^{-2}	2	9.744×10^{-3}	125.730 ^{**}	$P < 0.01$
B	1.2688×10^{-2}	2	6.344×10^{-3}	81.864 ^{**}	$P < 0.05$
C	2.1550×10^{-2}	2	1.077×10^{-3}	13.907	
误差	0.1550×10^{-3}	2	0.0775×10^{-3}		

$F_{0.05}(2,2)=19.0$ $F_{0.01}(2,2)=99.0$

按优选的最佳提取工艺制备 3 批样品, 测定样品中总黄酮。并与传统提取法进行比较, 结果见表 4。

表 4 超声波提取与传统提取法的比较

提取方法	苦瓜量(g)	提取时间(min)	料液比(g:mL)	黄酮提取量(mg/g)	提取率(%)
超声波	0.2	20	1:30	2.160	0.216
传统提取法	0.2	180	1:60	1.590	0.159

由表 4 可知, 苦瓜总黄酮超声波提取量大, 是传统法的 1.36 倍, 而提取时间是传统提取法的 1/9。可见超声波提取具有省时、高效的优点。

3 结论

通过正交试验优选的苦瓜黄酮超声波提取工艺为超声波功率 80 W, 提取时间 20 min, 提取液为体积分数 90 % 的乙醇溶液, 料液比 1:30(g/mL), 苦瓜黄酮的提取量为传统法的 1.36 倍, 提取时间为传统法的 1/9。说明用超声波提取苦瓜黄酮具有较大优点, 本实验为中试提供了很好的依据。

参考文献:

- [1] 向亚林, 凌冰, 张茂新. 苦瓜化学成分和生物活性的研究进展[J]. 天然产物研究与开发, 2005, 17(2): 242-246.
- [2] 华景清, 蔡健. 苦瓜总黄酮提取工艺[J]. 食品与发酵工业, 2004, 30(6): 131-134.
- [3] 赵二芳, 盖青青, 张海容. 微波萃取沙棘黄酮的研究[J]. 食品与发酵工业, 2004, 30(12): 148-150.