

# 枳椇总皂苷提取工艺研究

兰 光, 李 扬, 孙 莉 佳

(吉林农业科技学院 食品工程学院, 吉林 吉林 132101)

**摘 要:**以枳椇为试材,采用酸碱泡沫法、 $\alpha$ -萘酚-硫酸沉淀法、乙醇-硫酸显色法对枳椇的各部分(包括叶片、枝干、果梗、果渣、种子、种壳)总皂苷含量进行定性分析,用重量法和溴量法进行定量分析,按正交实验设计,研究了提取温度、料液比和提取时间对总皂苷的提取率的最佳工艺。结果表明:枳椇果梗中总皂苷含量最高。最优的提取工艺是纯水提取,提取温度 60℃,料液比 1:15 mg/L,提取时间 4 h(回流 1 次,每次 2 h),枳椇果梗中总皂苷提取量为 16.5 mg/g。

**关键词:**枳椇;总皂苷;提取工艺

**中图分类号:**TS 255.36 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2013)20-0129-02

枳椇是含有丰富的达玛烷型三萜皂苷类化合物<sup>[1-6]</sup>,其具有镇静、催眠、降压、抗脂质过氧化、解酒毒、抑制组胺释放、甜味觉和应激性胃溃疡等多种生理活性<sup>[7]</sup>,目前对枳椇化学成分在枳椇植物中的分布与含量及其活性分子群优化的提取、分离工艺等研究尚鲜见报道。现以枳椇为试材进行枳椇总皂苷提取工艺研究,以期更好的开发和利用枳椇皂苷资源。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

供试枳椇采自陕西太白山。将新鲜枳椇的叶子、枝干、果梗洗净、去杂处理,清水漂洗并沥干水分。取一部分果梗打浆,除去果汁,保留果渣。分离种子与种壳。将叶片、枝干、果梗、果渣、种子、种壳分别在 50℃ 干燥至恒重,粉碎,过 40 目筛,其中果渣过 80 目筛,备用。

FW-177 中草药万能粉碎机,天津泰斯特仪器有限公司;FA2004 电子分析天平,上海精科天平;CS101-3 型干燥箱,重庆银河试验仪器有限公司;R502B 型旋转蒸发仪,上海申生科技有限公司。HZQ-F160 全温振荡培养箱,哈尔滨东联电子技术开发有限公司;冷凝管;水浴锅;圆底烧瓶。

### 1.2 试验方法

**1.2.1 枳椇皂苷的定性、定量分析** 取原料粉末 5 g,加 50 mL 的蒸馏水,在 50~60℃ 的水浴上加热约 1 h 后过滤,得温水浸液。采用酸碱泡沫法、 $\alpha$ -萘酚-硫酸沉淀法、乙醇-硫酸显色法<sup>[8]</sup>对枳椇皂苷进行定性分析,如果以上 3 个试验都呈现阳性反应则认为含有三萜皂苷,选择含有三萜皂苷的原料进行下一步的试验。枳椇

皂苷含量测定采用重量法<sup>[9]</sup>、溴量法<sup>[9]</sup>进行定量分析。

**1.2.2 热回流提取法的正交设计** 以果梗中的总皂苷含量为指标,采用热回流提取法,设提取温度、料液比、提取次数 3 因素 3 水平,设计正交实验  $L_9(3^4)$ ,优化最佳提取工艺条件,因素水平见表 1。

表 1  $L_9(3^4)$  正交实验因素与水平

Table 1 Factors and levels of  $L_9(3^4)$  orthogonal tests

水平	提取温度/℃	料液比/mg · L <sup>-1</sup>	提取时间(回流 1 次,每次 2 h)/h
1	55	1:10	3
2	60	1:15	4
3	65	1:20	5

## 2 结果与分析

### 2.1 枳椇中不同部位总皂苷含量

定性分析结果表明枳椇的各个部位均含有三萜皂苷。从图 1 可以看出,枳椇果梗中总皂苷含量最高,接下来依次是种子、枝干、果渣、种壳及叶片。

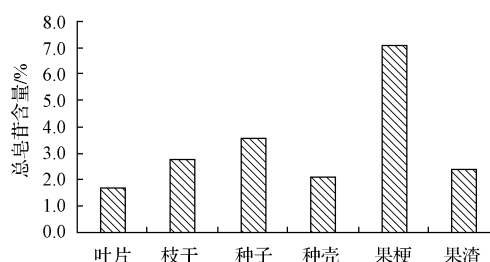


图 1 枳椇不同部位总皂苷含量

Fig. 1 The contents of saponins in different organs

### 2.2 热回流法提取枳椇总皂苷的最佳工艺

**2.2.1 提取剂的选择** 比较纯水和不同体积分数的乙醇对枳椇总皂苷提取率的影响。从图 2 可以看出,纯水作为提取剂时提取效率最高,因此该试验选用纯水作提取剂。

**2.2.2 正交实验最佳提取条件** 由表 2 可知,提取温

**第一作者简介:**兰光(1982-),女,满族,吉林松原人,硕士研究生,讲师,研究方向为食品科学。E-mail:languangxinxiang@sina.com.  
**收稿日期:**2013-05-15

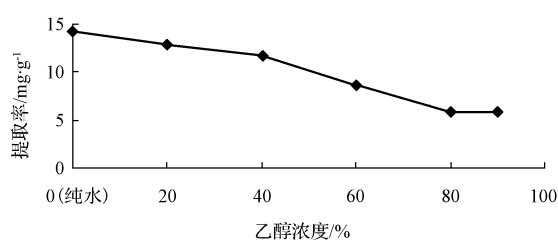


图2 乙醇浓度对总皂苷得率的影响

Fig. 2 The effect of alcohol concentration on extraction ratio of total saponins

度、料液比、提取时间各因素对总皂苷提取量影响的主次顺序为:提取时间>提高温度>料液比,最佳因素组合为  $A_2B_2C_2$ ,即最佳提取工艺条件为:纯水提取,提取温度 60℃,料液比 1:15 mg/L,提取时间 4 h(回流 1 次,每次 2 h)。在最佳工艺条件下,进行平行试验,测得枳椇果梗总皂苷平均提取量为 16.5 mg/g。

表2  $L_9(3^4)$  正交实验结果

Table 2 Orthogonal test results

试验号	提取温度 /℃	料液比 /mg·L <sup>-1</sup>	提取时间(回流 1 次, 每次 2 h)/h	提取量 /mg·g <sup>-1</sup>
1	1	1	1	14.2
2	2	2	2	16.5
3	3	3	3	13.9
4	1	2	3	14.6
5	2	3	1	14.8
6	3	1	2	15.1
7	1	3	2	15.4
8	2	1	3	14.3
9	3	2	1	14.7
$K_1$	44.2	43.6	43.7	
$K_2$	45.6	45.8	47.0	
$K_3$	43.7	44.1	42.8	
$k_1$	14.3	14.5	14.6	
$k_2$	15.2	15.3	15.7	
$k_3$	14.6	14.7	14.3	
$r$	0.9	0.8	1.4	
最优水平因素主次	$A_2$	$B_2$	$C_2$	
	$C>A>B$			

### 3 结论与讨论

该试验结果表明,影响枳椇中总皂苷提取量的因素大小是:提取温度>料液比>提取次数,最佳组合为  $A_2B_2C_2$ ,即最佳提取工艺条件为:纯水提取,提取温度 60℃,料液比 1:15 mg/L,提取时间 4 h(回流 1 次,每次 2 h),枳椇果梗总皂苷平均提取量为 16.5 mg/g。

虽然该试验选择了可以减少溶剂消耗的同时提高浸出率的热回流法提取枳椇中的总皂苷。但是皂苷的提取方法还有很多,如有易于热敏性物质提取的浸渍法;简单的煎煮法;溶剂消耗更少的索式提取法等,哪种方法能将枳椇中的总皂苷最大限度的提取,还有待进一步的研究。

### 参考文献

- [1] Kawai K I, Akiyama T, Ogihara Y, et al. A new saponin in the saponins of *Zizyphus jujuba*, *Hovenia dulcis* and *Bacopa monniera* [J]. Phytochemistry, 1974, 13(12): 2829-2832.
- [2] 吉川和子, 津村慎一, 山田惠子, 等. Antisweet Natural Products. VII. Hodulosides I, II, III, IV, and V from the leaves of *Hovenia dulcis* THUNB [J]. Chemical and Pharmaceutical Bulletin, 1992, 40(9): 2287-2291.
- [3] Kimura Y, Kobayashi Y, Takeda T, et al. Three new saponins from the leaves of *Hovenia dulcis* (Rhamnaceae) [J]. J Chem Soc Perkin Trans, 1981 (1): 1923-1927.
- [4] Yoshikawa K, Nagai Y, Yoshida M, et al. Antisweet natural products. VIII. Structures of hodulosides VI-X from *Hovenia dulcis* Thunb. var. tomentella Makino [J]. Chemical and Pharmaceutical Bulletin, 1993, 41(10): 1722-1725.
- [5] 梁桥丽, 丁林生. 枳椇叶化学成分研究 (Ⅲ) [J]. 中国药科大学学报, 1996, 27(7): 401-404.
- [6] Yoshikawa M, Murakami T, Ueda T, et al. Bioactive saponins and glycosides. IV. Four methyl-migrated 16, 17-seco-dammarane triterpene glycosides from Chinese natural medicine, *hoveniae semen seu fructus*, the seeds and fruit of *Hovenia dulcis* THUNB.; Absolute stereostructures and inhibitory activity on histamine release of hovenidulcosides A1, A2, B1, and B2 [J]. Chemical and Pharmaceutical Bulletin, 1996, 44(9): 1736-1743.
- [7] 陈泉生. 枳椇皂苷的药理性质 [J]. 国外医学·药学分册, 1980 (1): 45.
- [8] 石仁兵, 李祥. 中药化学 [M]. 北京: 科学出版社, 2005.
- [9] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 [M]. 北京: 中国医药出版社, 2010.

## Study on the Extraction Technology of Total Saponins from *Hovenia dulcis*

LAN Guang, LI Yang, SUN Jia-li

(College of Food Engineering, Jilin Agricultural Science and Technology College, Jilin, Jilin 132101)

**Abstract:** Taking *Hovenia dulcis* as material, using acid-base foam method,  $\alpha$ -naphthol-sulfuric acid precipitation method, acetic anhydride and sulfuric acid method for qualitative analysis of total saponin content, weight method and bromine method for quantitative analysis in each part of the *Hovenia dulcis* (including the leaves, branches, fruit, fruit residue, seed, shell), according to the total saponin extracting rate, the extracting techniques, including extracting temperature, solid to liquid ratio, extracting time were optimized by orthogonal design. The results showed that the total saponin content in stems was the highest. The sample was extracted by pure water, the extracting temperature was 60℃, the ratio of solid-solution was 1:15 mg/L, the extracting time was 4.0 h (refluxing extraction for 1 times, 2 h for each time), and the total extraction rate of *Hovenia dulcis* fruit was 16.5 mg/g.

**Key words:** *Hovenia dulcis*; total saponins; extraction technology