

微波辅助萃取马铃薯叶中茄尼醇的工艺研究

马君义^{1,2}, 张继^{1,2}, 徐小龙¹, 丁永堂¹ (1.西北师范大学生命科学学院, 兰州 730070; 2.甘肃特色植物有效成分制品工程技术研究中心, 兰州 730070)

摘要: 目的 研究微波辅助萃取马铃薯叶中茄尼醇的工艺条件。方法 以 95%乙醇为提取溶媒, 以反相高效液相色谱法为定量测定方法, 考察料液比、辐射时间、微波功率、萃取温度和萃取次数等因素对微波辅助萃取马铃薯叶中茄尼醇提取率和浸膏得率的影响, 并与索氏提取法进行了比较。结果 微波辅助萃取马铃薯叶中茄尼醇的最佳工艺条件为: 料液比 1 : 10, 微波功率 450 W, 萃取温度 55 ℃, 提取 2 次, 每次 20 min。结论 应用微波辅助萃取马铃薯叶中的茄尼醇具有萃取时间短, 萃取效率高, 节约能耗等优点, 具有较好的应用前景。

关键词: 微波辅助萃取; 茄尼醇; 马铃薯叶; 高效液相色谱法

中图分类号: R284.2

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2010)03-0218-04

Study on Extraction Technology of Solanesol from Potato Leaves by Microwave-Assisted Extraction

MA Junyi^{1,2}, ZHANG Ji^{1,2}, XU Xiaolong¹, DING Yongtang¹ (1.College of Life Science, Northwest Normal University, Lanzhou 730070, China; 2.Gansu Engineering and Technology Research Center of Effective Component Products from Characteristic Plants, Lanzhou 730070, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To study the extraction technology condition of solanesol from discarded potato leaves by microwave-assisted extraction (MAE) method. **METHODS** 95% ethanol was used as extraction solvent, the content of solanesol was determined by the reversed phase high performance liquid chromatography (RP-HPLC), the influence of ratio of material to solvent, radiation time, microwave power, temperature and extraction times were studied so as to analyze the factors which effect the extraction yield of solanesol by MAE, the effects of microwave-assisted extraction method was compared with those of soxhlet extraction method. **RESULTS** The optimum extraction parameters were chosen as follows: the ratio of material to solvent was 1 : 10, the microwave power was 450 W, the temperature was 55 ℃, extraction 2 times and 20 minutes for each time. **CONCLUSION** The results indicate that MAE is fast, efficient, and can save energy consumption, and it has good prospects of application.

KEY WORDS: microwave-assisted extraction; solanesol; potato leaves; HPLC

茄尼醇是一种不饱和的聚异戊二烯醇, 具有较强的吸收自由基和抗癌生物活性, 可作为合成辅酶 Q₁₀ 和维生素 K₂ 的侧链以及合成抗溃疡药物、抗癌药物、心血管疾病药物的原料, 茄尼醇本身还具有抗菌、消炎和止血作用。

茄尼醇主要存在于烟草、马铃薯和桑叶中,

提取方法主要有有机溶剂浸取法^[1-2]、热回流提取法^[3]、鲜叶匀浆提取法^[4], 也有报道采用超临界萃取法^[5-9]、超声波提取法^[10-12]、以及聚合态共沉淀法^[13]等。

微波是一种超高速电磁波, 具有很强的穿透作用, 使植物细胞中的水分或有机溶剂迅速升温

基金项目: 高等学校科技创新工程重大项目培育资金项目(706055), 甘肃省科技支撑计划项目(0804GKCA028)

作者简介: 马君义, 男, 博士生, 副教授

Tel: 13919056811

E-mail: skymjy@nwnu.edu.cn

升压, 细胞穿孔, 使有效成分从细胞中溶出, 而且微波电磁场使分子运动短时间内加剧, 从而缩短了提取时间, 提高了提取率。微波辅助萃取法(Microwave-assisted extraction, MAE)是目前正在研究开发的一种新的萃取技术, 具有选择性高、操作时间短、溶剂用量少、副产物少、产物易于纯化等特点, 被誉为“绿色”萃取技术, 国内外将微波辅助萃取用于天然产物的提取, 取得了一系列的成果^[14-18]。本试验应用微波辅助提取法, 以 95 %乙醇为溶媒^[19], 通过单因素试验探讨微波功率、辐射时间、料液比、萃取温度、萃取次数等因素对茄尼醇提取率和浸膏得率的影响, 从而筛选出微波辅助萃取马铃薯叶中茄尼醇的最优化工艺条件, 为茄尼醇的工业化生产提供新的途径和实验依据。

1 仪器与材料

NJC03-2 型微波提取器(南京杰全微波设备有限公司); UltiMate 3000 高效液相色谱仪(美国戴安公司); RE52-3 型旋转蒸发器(上海沪西分析仪器厂); BS-210S 电子天平(北京赛多利斯天平有限公司)。

所用样品为甘肃定西产马铃薯陇薯 3 号的废弃叶(甘肃省定西市科技局)。茄尼醇对照品(上海博蕴生物科技有限公司, 批号: S0602002, 纯度: 98%); 甲醇、无水乙醇为色谱纯, 其他试剂均为分析纯; 水为超纯水。

2 方法

2.1 茄尼醇的提取

取 2 500 mL 95%乙醇到微波萃取釜中, 经预热后加入计算量的陇薯 3 号废弃叶粉末(过 60 目筛), 设置微波功率、辐射时间、萃取温度等参数后进行微波辅助提取, 提取完毕后冷却、抽滤得提取液, 再加入一定量的 95%乙醇洗涤滤渣, 合并提取液并计量提取液的体积, 在相同条件下同法平行提取 3 次, 提取液经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后, 用反相高效液相色谱法测定茄尼醇含量。取适量提取液, 减压浓缩回收溶媒后, 低温真空干燥得浸膏, 计算得率。

3 结果与讨论

3.1 微波辅助萃取马铃薯叶中茄尼醇条件的选择

3.1.1 料液比的选择 设置微波功率为 450 W, 辐射时间为 20 min, 溶剂为 95 %乙醇, 温度为 55 $^{\circ}\text{C}$, 用料液比分别为 1 : 5, 1 : 8, 1 : 10, 1 : 12,

1 : 14, 1 : 16 进行实验, 考察料液比对茄尼醇提取率和浸膏得率的影响, 结果见图 1。提取率和浸膏得率的计算方法为: 提取率=(提取物体积 $\times$ 提取物中茄尼醇含量)/(马铃薯叶质量 $\times$ 马铃薯叶中茄尼醇含量) $\times$ 100%; 浸膏得率=(提取物质量/马铃薯叶质量) $\times$ 100%。

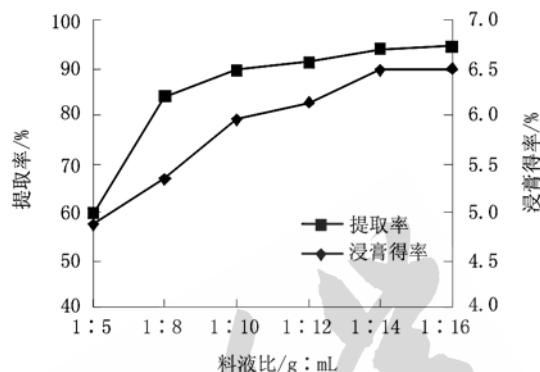


图 1 料液比对茄尼醇提取率和浸膏得率的影响($n=3$)

Fig 1 Influence of ratio of material to solvent on extraction yield of solanesol by MAE($n=3$)

图 1 说明, 随着料液比的增大, 溶剂的用量增大, 茄尼醇提取率和浸膏得率逐渐升高, 但当料液比达到 1 : 10 时, 随着溶剂用量的增加, 茄尼醇提取率和浸膏得率增加缓慢, 故选择料液比 1 : 10 为最佳溶剂用量。

3.1.2 辐射时间的选择 设置微波辐射功率为 450 W, 溶剂为 95%乙醇, 温度为 55 $^{\circ}\text{C}$, 料液比为 1 : 10, 考察辐射时间分别为 10, 15, 20, 25, 30, 40 min 对茄尼醇提取率和浸膏得率的影响, 结果见图 2。

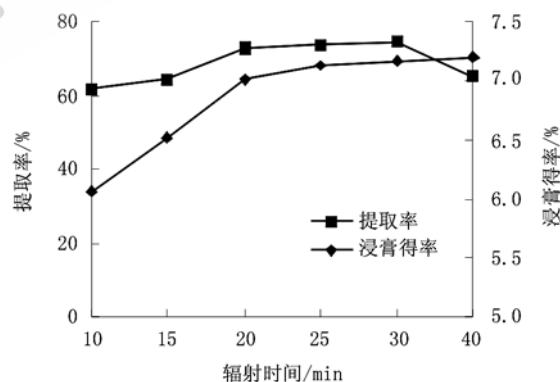


图 2 辐射时间对茄尼醇提取率和浸膏得率的影响($n=3$)

Fig 2 Influence of radiation time on extraction yield of solanesol by MAE($n=3$)

从图 2 可知, 随辐射时间的增加, 茄尼醇提取率和浸膏得率上升, 在 20 min 到 30 min 之间时趋于平衡, 相差很小。当辐射时间超过 30 min 后, 随着微波辐射时间的延长, 导致茄尼醇降解损失

而使提取率下降,故选择 20 min 为最佳辐射时间。

3.1.3 微波功率的选择 设置微波辐射时间为 20 min, 溶剂为 95%乙醇, 温度为 55 ℃, 料液比为 1 : 10, 分别以微波功率为 250, 350, 450, 550, 650 W 进行实验, 考察辐射功率对茄尼醇提取率和浸膏得率的影响, 结果见图 3。

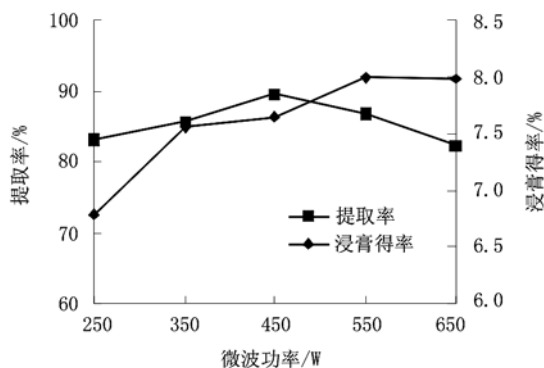


图 3 微波功率对茄尼醇提取率和浸膏得率的影响($n=3$)

Fig 3 Influence of microwave radiation power on extraction yield of solanesol by MAE($n=3$)

由图 3 可以看出,微波功率在 250 W 到 450 W 之间时茄尼醇的提取率、浸膏得率随微波功率呈上升趋势,超过 450 W 后茄尼醇提取率开始降低,其原因可能是由于微波辐射功率过高,茄尼醇结构被破坏,造成部分茄尼醇分解,同时由于非茄尼醇杂质的增加,浸膏得率仍然稍有增大,综合考虑,选择辐射功率 450 W 为最佳萃取功率。

3.1.4 萃取温度的选择 设置微波辐射功率为 450 W, 溶剂为 95 %乙醇, 料液比为 1 : 10, 萃取时间 20 min, 分别以 35, 45, 55, 65, 75 ℃进行实验, 考察萃取温度对茄尼醇提取率和浸膏得率的影响, 结果图 4。

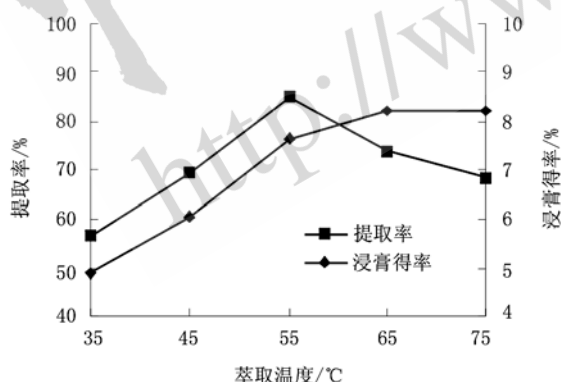


图 4 萃取温度对茄尼醇提取率和浸膏得率的影响($n=3$)

Fig 4 Influence of temperature on extraction yield of solanesol by MAE($n=3$)

由图 4 可以看出,提取温度为 55 ℃时茄尼醇提取率达到最大值,此后开始下降。茄尼醇熔点

为 41~42 ℃, 是热敏性物质, 高温条件下易氧化分解, 因此, 选择萃取温度为 55 ℃可获得较好的提取效果。

3.1.5 萃取次数的选择 设置微波辐射功率为 450 W, 辐射时间为 20 min, 溶剂为 95%乙醇, 萃取温度为 55 ℃, 料液比为 1 : 10, 考察提取次数对茄尼醇提取率和浸膏得率的影响, 结果图 5。

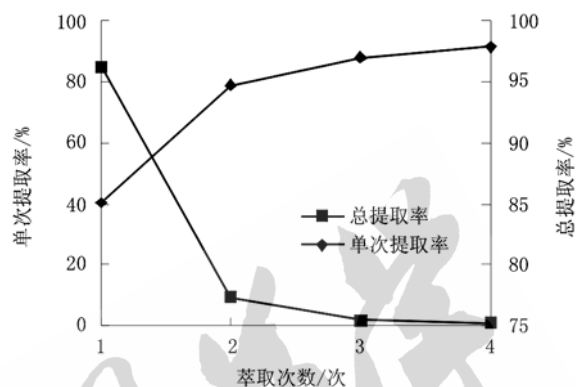


图 5 萃取次数对茄尼醇单次提取率和总提取率的影响($n=3$)

Fig 5 Influence of extraction times on extraction yield of solanesol by MAE($n=3$)

由图 5 可以看出,微波辅助萃取 2 次,茄尼醇的总提取率接近 95 %,萃取 3 次,总提取率达到 97%以上,已基本将材料中的茄尼醇完全提取,考虑到经济成本等因素,因此,在用 95 %乙醇提取茄尼醇时,以提取 2 次,每次提取 20 min 为宜。

综上,单因素分析法实验结果表明,以 95 %乙醇作为提取溶剂,利用微波辅助萃取马铃薯叶中茄尼醇的工艺条件为:料液比 1 : 10;微波功率 450 W;萃取温度 55 ℃;提取 2 次,每次 20 min。

3.2 微波辅助萃取法与索氏提取法的比较

以 95%乙醇为溶媒,以陇薯 3 号废弃叶为原料,利用索氏提取法与微波辅助萃取法进行马铃薯叶中茄尼醇提取的比较研究,结果见表 1。

表 1 不同提取方法对陇薯 3 号废弃叶中茄尼醇浸膏得率和质量分数的影响($n=3$)

Tab 1 Influence of different method on extraction yield and content of solanesol($n=3$)

提取方法	加料量/g	浸膏得率/%	质量分数/%	提取条件			
				料液比/g : mL	温度/℃	时间/min	功率/W
索氏提取法	25	2.23	0.034 1	1 : 10	78	300	—
微波萃取法	250	7.65	0.030 5	1 : 10	55	20	450

索氏提取法由于提取溶剂的连续回流而保持较高的浓度差, 尽管提取时间相对较长, 但浸液杂质少, 提取连贯, 无中间反复滤过带来的损失,

提取较完全,提取效率高,实验重复性好,是目前公认的常规溶剂提取中一种有效的溶剂回流提取方法,而微波辅助萃取在保证茄尼醇收率的同时,大大缩短了提取时间,节约能耗,特别适用于茄尼醇的工业化生产中。

4 结论

以 95 %乙醇作为提取溶媒,利用微波辅助提取马铃薯叶中茄尼醇的最佳工艺条件为:料液比 1 : 10,微波功率 450 W,萃取温度 55 ℃,提取 2 次,每次提取 20 min。

应用微波辅助提取马铃薯叶中的茄尼醇,具有萃取时间短,萃取效率高,节约能耗等优点,是一种可以取代传统提取工艺的绿色环保生产技术,具有较好的应用前景。

REFERENCES

- [1] DONG Z N, BAI J C, WU L S. Study on leaching solanesol from tobacco waste [J]. China Resources Comprehensive Utilization(中国资源综合利用), 2008, 26(1): 9-11.
- [2] HU H C, MENG C, LI F. Extraction and purification of solanesol and nicotine from discarded tobacco leaf [J]. J Fuzhou Univ: Nat Sci(福州大学学报: 自然科学版), 2008, 36(2): 308-312.
- [3] WANG Y J, LI D W, JIA J F. Micro-extracting technology of solanesol in *Nicotiana tabacum* L [J]. J Northwest Univ: Nat Sci(西北大学学报: 自然科学版), 2008, 38(2): 258-260.
- [4] ZU Y G, ZHAO C J, LI C Y, et al. Homogenate extraction of solanesol from fresh tobacco leaves [J]. J Chem Eng Chin Univ(高校化学工程学报), 2005, 19(6): 757-761.
- [5] QIU Y R, YU X H, LIANG C. Extraction of solanesol from waste tobacco leaves by supercritical CO₂ extraction technology [J]. Guangzhou Chem(广州化学), 2007, 32(1): 21-27.
- [6] ZHANG X, NI J R, HUANG W. Extraction of solanesol from tobacco with supercritical carbon dioxide [J]. Fine Chem(精细化工), 2006, 23(5): 480-482.
- [7] LI W S, YANG Y Q, LUO H A, et al. Extraction of solanesol from tobacco leaves by supercritical fluid CO₂ [J]. Bull Bot Res(植物研究), 2007, 27(4): 504-504.
- [8] LIU Y, LIN W, BAI S, et al. Supercritical fluid extraction technology and its application in tobacco industry [J]. Chem Ind Times(化工时刊), 2008, 22(2): 56-60.
- [9] HUANG W, LI Z S, NIU H, et al. Bioactivity of solanesol extracted from tobacco leaves with carbon dioxide-ethanol fluids [J]. Biochem Eng J, 2008, 42(1): 92-96.
- [10] ZHANG Z S, FENG X. Study on ultrasonic-assisted extraction of solanesol from tobacco leaves [J]. J Food Sci Biotechnol(食品与生物技术学报), 2007, 26(1): 51-53.
- [11] AI X L, WANG H X, ZHU S. Ultrasonic aided extraction of chlorogenic acid, nicotine and solanesol in tobacco [J]. Tobacco Science & Technology(烟草科技), 2007, (4): 45-48.
- [12] ZHAO C J, LI C Y, FU Y J, et al. Extraction and determination of solanesol in waste tobacco leaves by ultrasonic and HPLC [J]. Chin J Appl Chem(应用化学), 2005, 22(11): 1265-1267.
- [13] ZHANG Z. Extraction and quantitative determination of solanesol [J]. Guizhou Chem Ind(贵州化工), 2006, 31(2): 16-18.
- [14] ZHOU H Y, LIU C Z. Microwave-assisted extraction of solanesol from tobacco leaves [J]. J Chromatogr A, 2006, 1129(1): 135-139.
- [15] WANG Q H, ZHANG X L, YE C. Microwave radiation extraction of solanesol from discarded tobacco leaves [J]. Chem Ind Times(化工时刊), 2006, 20(10): 3-5.
- [16] CHEN M, YUAN D X, XU P X. Research progress on microwave extraction [J]. J Instrum Anal(分析测试学报), 1999, 18(2): 82-85.
- [17] ZHANG Z, WU Y K, YIN H C, et al. Research on the use of the microwave-assisted extraction (MAE) for the extraction of solanesol from tobacco leaves [J]. J Yunnan Univ: Nat Sci(云南大学学报: 自然科学版), 2005, 27(2): 157-160.
- [18] ZHANG Z, WU Y K, YANG R, et al. Microwave-assisted extraction of solanesol from discarded tobacco leaves [J]. Yunnan Chem Technol(云南化工), 2005, 32(1): 7-10.
- [19] MA J Y, ZHANG J, LIU G X, et al. Influence of different solvent on the extraction of solanesol in potato leaves and stems [J]. Chin J Hosp Pharm(中国医院药学杂志), 2009, 29(9): 729-731.