

# 超高压提取木瓜中齐墩果酸的研究

董海丽<sup>1</sup>, 陈怡平<sup>2</sup>

1(淮南联合大学化工系, 安徽淮南, 232001) 2(郑州轻工业学院食品与生物工程学院, 河南郑州, 450002)

**摘要** 研究了采用超高压提取木瓜中齐墩果酸的最佳工艺条件, 并且同回流提取和超声提取方法进行了比较。在单因素实验的基础上, 采用正交实验法对木瓜中齐墩果酸的超高压提取工艺进行优选, 选用  $L_9(3^4)$  进行正交实验, 以齐墩果酸的得率为指标, 考察粉碎度、超高压压力、保压时间、固液比(g:mL)对齐墩果酸得率的影响。得到的最佳工艺条件为: 粉碎度 80 目、超高压压力 350 MPa, 超高压时间 4 min, 固液比(g:mL) 1:20。齐墩果酸的提取得率可达 2.72%, 同回流提取和超声提取方法相比, 超高压提取方法得率高, 提取时间短, 是提取木瓜中齐墩果酸的适宜方法。

**关键词** 超高压, 木瓜, 齐墩果酸, 提取

木瓜中含有大量齐墩果酸, 它具有消炎、增强免疫功能、降转氨酶、改善病状和肝功能、纠正体内异常蛋白代谢、防止肝硬化、降血脂、降血糖等功能作用<sup>[1]</sup>。

目前, 齐墩果酸的提取方法有回流提取法、超声波提取法等方法<sup>[2,3]</sup>。超高压提取技术是在常温条件下, 提取植物原料中有效成分的新技术<sup>[4]</sup>。与传统提取技术相比较, 超高压提取技术可以大大缩短提取时间、降低能耗、减少杂质成分的溶出, 提高有效成分的收率, 因此, 其提取成本得以降低, 同时, 由于超高压提取是在常温下进行, 避免了因热效应引起的有效成分结构变化、损失以及生理活性的降低, 而且超高压提取是在一个密闭的环境下进行的, 没有溶剂的挥发, 因此该技术更加符合“绿色”环保的要求。

本文研究了超高压处理对木瓜中齐墩果酸提取的影响, 设定不同粉碎度、不同压力、加压时间、及其不同固液比, 比较提取得率, 确定最佳提取条件。

## 1 材料和方法

### 1.1 材料

JY88-II 超声波细胞粉碎机, 上海新芝生物技术研究所; 800 型离心沉淀器, 上海手术器械厂; UHP900×2-Z 超高压处理装置, 装置由 2 个 2 L 900 MPa 级超高压容器、低压泵、增压器、超高压输出系统, 电控系统, 温控装置等部件组成, 装置可在室温~100℃内控温, 由郑州轻工业学院研制。

齐墩果酸对照品(含量>95%), 天津尖峰天然产物研究开发有限公司; 水为蒸馏水, 其他试剂均为分

析纯。木瓜片为市售, 粉碎备用。

### 1.2 超高压提取齐墩果酸

称取一定量的不同粒度的木瓜粉碎物, 加入不同体积 95% 乙醇, 混合成悬浊液; 装入聚乙烯塑料袋, 真空包装, 包装后的试样浸泡于高压容器的传压介质油中, 在不同的压力下处理悬浊液不同的时间, 处理后过滤, 去除固体颗粒得提取液, 相同条件提取 3 次, 合并提取液, 用于分析齐墩果酸得率。

### 1.3 直接回流提取齐墩果酸

称取 25 g 木瓜粉碎物加入 500 mL 95% 乙醇在 85℃ 回流 6 h, 相同条件提取 3 次, 收集 3 次滤液, 合并, 分析齐墩果酸得率。

### 1.4 超声提取齐墩果酸

称取 25 g 木瓜粉碎物加入 500 mL 95% 的乙醇, 在 200 W 下超声提取 20 min, 相同条件提取 3 次, 收集 3 次滤液, 合并, 分析齐墩果酸得率。

### 1.5 齐墩果酸的测定

采用薄层分离-分光光度法进行<sup>[5]</sup>。

## 2 结果与分析

### 2.1 单因素实验

#### 2.1.1 压力对齐墩果酸得率的影响

分别将粉碎度 80 目的木瓜粉以固液比(g:mL) 1:20 与 95% 乙醇混合, 经 0.1、100、200、300、350、400 MPa 高压处理, 超高压时间 4 min, 结果见图 1。

图 1 结果表明, 压力在 0.1~350 MPa 之间, 提取率随压力的增加而提高, 压力高于 350 MPa, 得率反而略有下降。

超高压提取的过程是先对物料加压, 保持一定时间后, 然后突然泄压, 造成细胞内外的压差在急剧上

第一作者: 硕士, 副教授。

收稿日期: 2007-09-21, 改回日期: 2007-10-31

升,以使细胞中的内含物释放出来。由于齐墩果酸游离到细胞外主要是在泄压瞬间,加压的时间对其影响不大;在 0.1~350 MPa 压力范围内,随着压力的升高,有效成分的传质速率加快,细胞壁和细胞膜被破坏的数量增加,因此造成了提取率随压力的增加而提高的现象,压力 > 350 MPa,细胞的细胞壁和细胞膜已充分被破坏,再提高压力,反而使得很多杂质释放出来,影响齐墩果酸游离到细胞外。

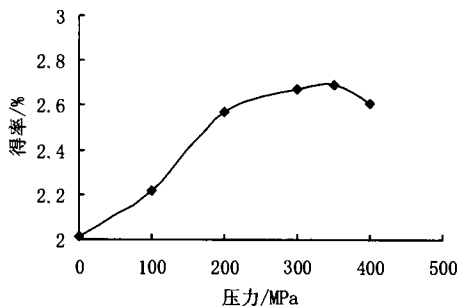


图1 压力对齐墩果酸得率的影响

#### 2.1.2 保压时间对齐墩果酸得率的影响

分别将粉碎度 80 目的木瓜粉以固液比(g : mL) 1 : 20 与 95%乙醇混合,在 350 MPa 压力下,超高压处理不同时间,结果见图 2。

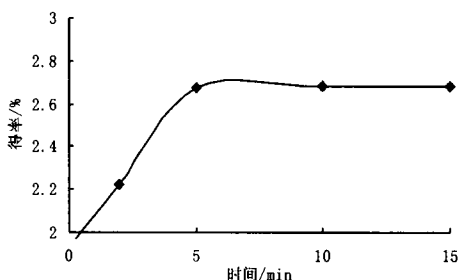


图2 保压时间对齐墩果酸得率的影响

由图 2 可以看出,在前 5 min,齐墩果酸得率随时间增加而增加,超过 5 min 后,保压时间在 5~15 min 之间时,得率基本未发生变化。

#### 2.1.3 粉碎度对齐墩果酸得率的影响

分别将不同粉碎度的木瓜粉以固液比(g : mL) 1 : 20 与 95%乙醇混合,在 350 MPa 压力下,超高压处理 4 min,结果见图 3。

原料的粉碎粒度对提取有很大的影响,从图 3 可见,随着粉碎度的增高,齐墩果酸得率增加,但粉碎度超过 80 目高,得率反而略有下降。因为在一定的超高压压力下,细胞虽然已破裂,但原料颗粒是由大量细胞组成的,如果颗粒过大,溶质从颗粒传递到颗粒表面仍然需要较大的传质阻力;但粉碎度太大,大量杂质也溶出,影响齐墩果酸从细胞中溶出,且粉碎度

的太高,会增加后续过滤的困难。

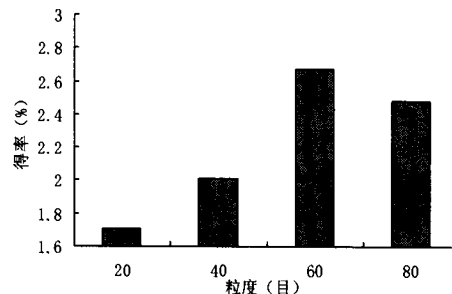


图3 粉碎度对齐墩果酸得率的影响

#### 2.1.4 固液比对齐墩果酸得率的影响

分别将粉碎度 80 目的木瓜粉以不同固液比(g : mL)与 95%乙醇混合,在 350 MPa 压力下,超高压处理 4 min,结果见图 4。

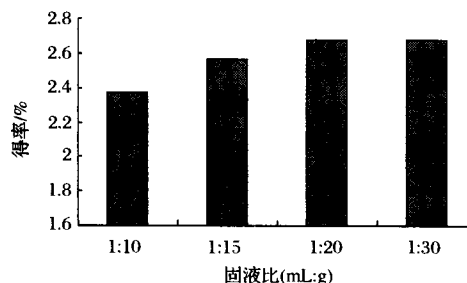


图4 固液比对齐墩果酸得率的影响

从图 4 可以看出,当固液比在 1 : 10~1 : 30 范围内时,随着加入的溶剂量增加,提取液中齐墩果酸得率增加,当固液比超过 1 : 20,提取得率增加缓慢,趋于稳定。通常情况下,当样品量一定,增加溶剂量可以降低原料颗粒周围的浓度,使细胞壁内外两侧的浓度差增大,从而加速有效成分的扩散,有利于有效成分的溶出,但在实际生产中,如果选择太大的固液比,不仅会消耗大量的溶剂,而且会降低提取液中有有效成分的浓度,在后续的分选纯化中消耗更多的能源,因此,固液比 1 : 20 左右提取效果较好。

#### 2.2 优化提取工艺条件的确定

采用正交实验法对齐墩果酸的提取工艺进行优选,选用  $L_9(3^4)$  进行正交实验,以齐墩果酸的得率为指标,考察常温(25℃)下粉碎度、超高压压力、保压时间、及其固液比对齐墩果酸得率的影响,因素与水平的设计和实验结果见表 1 和表 2。

表1 正交实验因素与水平表

水平	(A)	(B)	(C)	(D)
因素	时间/min	压力/MPa	粉碎度(目)	固液比(g : mL)
1	3	250	40	1 : 18
2	4	300	60	1 : 20
3	5	350	80	1 : 22

表 2 正交实验结果

实验号	A	B	C	D	得率/%
1	3	250	40	1:18	2.22
2	3	300	60	1:20	2.38
3	3	350	80	1:22	2.42
4	4	250	60	1:22	2.57
5	4	300	80	1:18	2.70
6	4	350	40	1:20	2.72
7	5	250	80	1:20	2.71
8	5	300	40	1:22	2.12
9	5	350	60	1:18	2.69
$k_1$	2.340	2.500	2.353	2.537	
$k_2$	2.663	2.400	2.547	2.603	
$k_3$	2.507	2.610	2.610	2.370	
R	0.323	0.210	0.257	0.273	

表 2 极差分析结果可知,各因素对齐墩果酸得率的影响程度依次为:A>D>C>B,即:保压时间>固液比>粉碎度>压力。最佳提取条件为  $A_2B_3C_3D_2$ ,即:保压时间 4 min,压力 350 MPa,粉碎度 80 目,固液比 1:20。对表 2 的试验结果进行方差分析和 F 检验,结果见表 3。F 检验结果表明,保压时间和粉碎度对齐墩果酸得率在所考察的范围内影响显著,而超高压压力和固液比对齐墩果酸得率在所考察的范围内影响均不显著。

表 3 方差分析结果

因素	偏差平方和	自由度	F/ $F_{0.05}$	显著性
A	0.517	2	1.506	显著
B	0.066	2	0.633	不显著
C	0.107	2	1.026	显著
D	0.087	2	0.835	不显著
误差	0.42			

按上述最佳条件进行实验,得到齐墩果酸得率为 2.71%。采用木瓜 2 kg,按上述最佳条件进行放大实验,齐墩果酸得率为 2.72%。

### 2.3 超高压提取和其他提取方法的比较

## Study on Optimum Process for Extraction Oleanolic Acid from Chinese Quince by Ultra High Pressure

Dong Haili, Chen Yipin

1 (Department of Chemistry Engineering, Huainan Union University, Huainan 232001, China)

2 (School of Food and Biological Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450002, China)

**ABSTRACT** The optimum process of extracting oleanolic acid from Chinese quince by ultra high pressure (UHP) was studied and compared to ultrasonic wave and heating method. The optimum UHP extraction process was obtained with orthogonal test. Experiments were made by using  $L_9(3^4)$  orthogonal design with extractive yield of oleanolic acid as index, the influence of grinding degree, UHP pressure, UHP time, and the ratio of solid to liquid were investigated. Optimum extraction conditions were determined as follows: grinding degree 80mesh, UHP pressure 350 MPa, UHP time 4min, stock ratio 1:20 (g:mL). The yield of oleanolic acid was 2.72%. The UHP extraction process was a suitable method for it has higher yield and shorter extraction time compared to ultrasonic wave and heating method.

**Key words** ultra high pressure, extraction, Chinese quince, oleanolic acid

分别将木瓜采用超高压提取、回流提取和超声方法进行提取,比较提取后提取得率和提取所用时间,结果见表 4。

表 4 不同提取方法的得率和提取时间

方法	超高压提取	回流提取	超声方法
得率/%	2.72	2.45	2.58
所用时间/min	4	360	20

从表 4 中可见,3 种提取方法中,常规的回流提取,提取时间长,齐墩果酸得率低;超高压提取木瓜中齐墩果酸,不仅得率高,而且时间短,是提取木瓜中齐墩果酸的适宜方法。

### 3 结论

(1) 超高压提取齐墩果酸得率的最佳工艺条件为压力 350 MPa,保压时间 4 min,粉碎度 80 目,固液比 1:20,提取 3 次,齐墩果酸得率可达 2.72%。

(2) 超高压提取木瓜中齐墩果酸,时间短,得率高,在天然产物的提取中具有很好的应用前景。

### 参 考 文 献

- 田丽婷. 齐墩果酸药理作用研究进展[J]. 中国中药杂志, 2002,27(12):884~886
- 唐春红,项昭保,任绍光,等. 木瓜中齐墩果酸的提取工艺研究[J]. 食品工业科技,2000,21(4):10~12
- 连桂香,刘玉芬,李 琰. 女贞子中有效成分齐墩果酸的提取[J]. 齐齐哈尔大学学报,2005,21(4):24~28
- Zhang S Q, Zhu J J, Wang C Z. Novel high pressure extraction technology[J]. International Journal of Pharmaceutics, 2004,278:471~474
- 纵 伟,夏文水. 薄层分离-分光光度法测定大叶紫薇中总三萜的研究[J]. 食品科学,2005,4:222~225