

# 超声辅助溶剂法提取肉桂总皂苷工艺的研究

李 健<sup>1</sup>, 陈姝娟<sup>1</sup>, 张若男<sup>2</sup>, 黄 艳<sup>1</sup>

(1. 哈尔滨商业大学食品学院, 黑龙江 哈尔滨 150076

2. 黑龙江省卫生学校, 黑龙江 哈尔滨 150036)

**摘 要:** 采用超声辅助溶剂法提取肉桂总皂苷。以肉桂总皂苷含量为考察标准, 研究了超声温度、超声功率、超声时间这三个因素对总皂苷含量的影响。选用 $L_9(3^4)$ 正交表进行正交试验, 确定肉桂总皂苷超声提取的最佳工艺条件为: 超声温度 $60^{\circ}\text{C}$ , 超声功率70%, 超声时间40min。验证实验测得肉桂总皂苷含量为4.393%, 传统溶剂法提取的肉桂总皂苷含量为3.407%, 结果表明超声辅助溶剂法的提取效果优于普通溶剂法, 同时也缩短了提取时间。

**关键词:** 肉桂; 皂苷; 超声; 提取

Study on Total Saponins Extracting Technology in Cinnamon by Ultrasonic-assisted Solvent Method

LI Jian<sup>1</sup>, CHEN Shun-juan<sup>1</sup>, ZHANG Ruo-nan<sup>2</sup>, HUANG Yan<sup>1</sup>

(1. College of Food Engineering, Harbin University of Commerce, Harbin 150076, China;

2. Heilongjiang Province Health School, Harbin 150036, China)

**Abstract:** The ultrasonic-assisted solvent method was applied to extract of total saponins from cinnamon. Regarding the content of total saponins in cinnamon as the index of investigation, the factors such as the ultrasonic temperature, ultrasonic power and ultrasonic time as affecting the content of total saponins were studied. The  $L_9(3^4)$  orthogonal array was adopted to the experiment. According to the results of orthogonal experimental design, the optimum extracting conditions of total saponins in cinnamon are as follows: ultrasonic temperature  $60^{\circ}\text{C}$ , ultrasonic power 70%, ultrasonic time 40 min with of the total cinnamon saponins content 4.393%, but according to the common solvent method the content of total saponins was 3.407% only. Hence the extracting effect of ultrasonic assisted solvent method is more effective and the extracting time is also shortened.

**Key words:** cinnamon; saponin; ultrasonic; extraction

中图分类号: TS202.1

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2008)04-0177-04

肉桂为樟科(*Lauraceae*)植物肉桂(*Cinnamomum cassia* Presl)的干燥树皮。主产于广东、广西等省区, 云南、福建等省亦产。现代医学研究发现肉桂提取物具有降血糖、降血脂、驱蚊、抗菌、预防骨质疏松、提高免疫力、抗氧化等功能。国外学者研究发现肉桂中含有大量的活性物质——肉桂皂苷。皂苷除用作药物外, 还可以作为高级化妆品和食品添加剂, 如作为抗菌剂、抗氧化剂、发泡剂等。在化妆品和食品工业中具有广泛的应用, 但目前国内外尚无对肉桂皂苷提取的研究报道。因此, 开展对肉桂总皂苷的提取工艺的研究具有十分重要的现实意义。超声提取技术主要是利用超声波的空化作用加速植物有效成分的浸出提取, 同时超声波的次级效应也有利于提取。超声波提取皂苷具有省时、节能、提取率高等优点。本研究采用超声波溶剂

法提取肉桂总皂苷, 以总皂苷含量为考察指标, 确定了最佳工艺条件。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料、试剂与设备

肉桂 市购 人参皂苷Rg1对照品 黑龙江省药检所。  
无水乙醇、乙醚、甲醇、正丁醇、香草醛、冰乙酸、高氯酸等均为分析纯试剂。

FZ102 型植物粉碎机 天津泰斯特仪器有限公司;  
KQ3200DE型数控超声波清洗器 昆山市超声仪器有限公司;  
PC-1000 数显式电热恒温水浴锅、GZX-DH-30  $\times$  35 电热恒温箱 上海跃进医疗器械厂; SHZ-D(III) 循环水式真空泵 巩义市英峪予华医疗器械厂; RE52-98 旋转蒸发器 上海亚荣生化仪器厂; FA2004N 电子天平 上

收稿日期: 2007-04-10

基金项目: 黑龙江省研究生创新科研项目(YJSCX2007-0224HLJ)

作者简介: 李健(1956-), 男, 教授, 研究方向为食品科学。E-mail: lijian4852147@163.com

海精密科学仪器有限公司; 721E分光光度计 上海光谱仪器有限公司。

## 1.2 方法

### 1.2.1 样品的制备

将肉桂粉碎、过筛后经乙醚脱脂, 准确称取处理过的脱脂肉桂粉 2.5000g 于 250ml 碘量瓶中, 加入 60% 的乙醇 35ml, 在一定的温度、功率等条件下超声提取一定时间, 取出抽滤, 将滤液减压浓缩后用水饱和的正丁醇萃取过夜, 收集正丁醇层, 然后减压浓缩干燥得粗皂苷产品。

### 1.2.2 肉桂总皂苷含量的测定方法(香草醛-高氯酸法)

#### 1.2.2.1 最大波长的确定

精密称取干燥至恒重的人参皂苷对照品 Rg1、粗肉桂皂苷样品 6.5mg, 加甲醇溶解定容至 5ml, 摇匀, 作为对照品、样品溶液。分别精密吸取对照品溶液、样品溶液各 0.2ml 于具塞试管中, 水浴挥去溶剂, 加入新配制的 5% 香草醛-冰乙酸溶液 0.2ml, 高氯酸 0.8ml, 在 60℃ 水浴中加热 15min, 流水冷却, 加冰醋酸 5ml, 摇匀, 放置 20min, 在 480~800nm 下扫描, 同时甲醇溶液作空白对照。对照品和样品的吸光度最大处即为最大吸收波长处。

#### 1.2.2.2 标准曲线的绘制

分别精密吸取对照品溶液 30、60、90、120、150、180  $\mu$ l 于具塞试管中, 其余步骤同 1.2.2.1, 然后在最大吸收波长处测定吸光度, 同时甲醇溶液作空白对照。以人参皂苷浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制标准曲线。

#### 1.2.2.3 总皂苷含量测定

准确称取肉桂总皂苷样品 6.5mg, 用甲醇溶解于 5ml 容量瓶中, 定容至刻度, 准确吸取 0.2ml 于具塞试管中, 其余步骤同 1.2.2.2。

#### 1.2.2.4 总皂苷含量的计算方法

$$\text{总皂苷}(\%) = \frac{\text{测得肉桂皂苷含量}}{\text{所用脱脂肉桂粉量}} \times 100$$

## 2 结果与分析

### 2.1 最大吸收波长的确定

由图 1、2 可以看出, 对照品人参皂苷 Rg1 和样品肉桂总皂苷均在 588nm 下有最大吸光度, 因此确定 588nm 为最大吸收波长。

### 2.2 绘制标准曲线

通过实验结果绘制得到标准曲线(图 3, 得吸光度 y 与皂苷浓度 x(mg/ml) 之间的回归方程为:  $y=21.571x-0.0018$  ( $r=0.9975$ )。

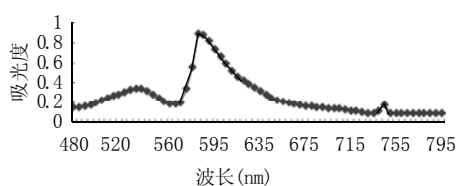


图 1 人参皂苷 Rg1 的吸收曲线

Fig.1 Absorption curve of panax saponin Rg1

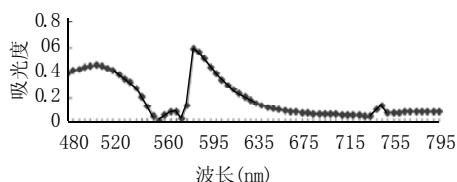


图 2 肉桂皂苷的吸收曲线

Fig.2 Absorption curve of cinnamon saponin

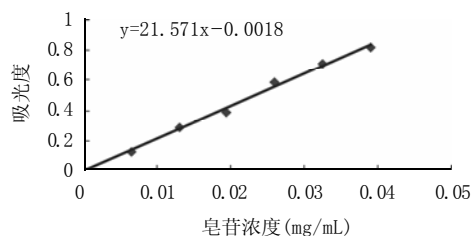


图 3 肉桂总皂苷标准曲线图

Fig.3 Specification curve of total saponins in cinnamon

0.0018( $r=0.9975$ )。

### 2.3 超声辅助提取单因素试验

选择超声温度、超声功率、超声时间等因素考察对提取物总皂苷含量的影响, 以确定相关因素及其范围。

#### 2.3.1 超声温度选择

由图 4 可见, 随着温度的升高总皂苷含量增大, 温度达到 60℃ 时, 总皂苷的含量最高, 温度再升高总皂苷含量呈下降趋势。原因是随着温度升高增大了皂苷在溶剂中的溶解度, 同时提取液的黏度减少, 扩散系数增加, 促使提取速度加快, 从而提高了提取物的含量; 但温度再升高, 活性成分易被破坏, 杂质的溶出量增加, 给后续操作带来不便, 成本费用增大。因此, 超声提取温度以 60℃ 为宜。

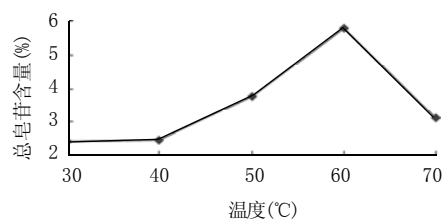


图 4 超声温度对提取效果的影响

Fig.4 Effects of ultrasonic temperature on extracting effect

### 2.3.2 超声功率选择

由图5所示,超声功率从40%增大到80%时,总皂苷含量增大幅度较大,超过80%后,含量下降。原因是随着超声功率的提高,加强了胞内物质的释放、扩散及溶解,从而提高了提取物的含量,随着超声功率的进一步提高,肉桂中的杂质溶出,从而降低了总皂苷的含量。

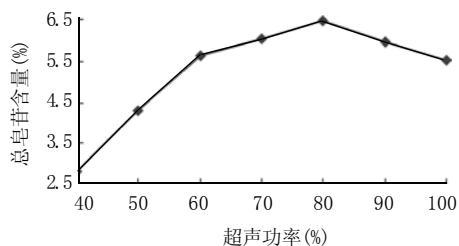


图5 超声功率对提取效果的影响

Fig.5 Effects of ultrasonic power on extracting effect

### 2.3.3 超声时间选择

由图6所示,超声时间在40min内,皂苷的溶出随时间的延长而增大,超过40min后,呈下降趋势。在50min内,随超声时间的延长,细胞的破裂越来越完全,因而总皂苷含量也随之增大;继续延长时间植物组织中大量细胞破裂,导致细胞内大量不溶物及较多黏液质等混入提取液中,使溶液中杂质增多,黏度增大,从而增大了传质阻力,影响了有效成分的溶出。因此,超声提取时间40min为最佳点。

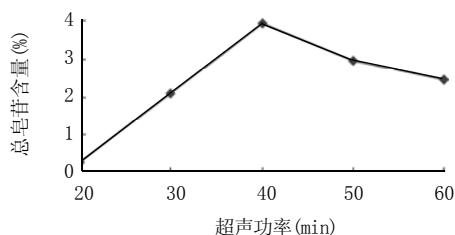


图6 超声时间对提取效果的影响

Fig.6 Effects of ultrasonic time on extracting effect

### 2.4 超声辅助提取正交试验

在单因素试验的基础上,确定以超声温度、超声功率、超声时间三个因素进行正交试验设计(表1)。选用 $L_9(3^4)$ 正交表进行正交试验,对结果进行方差分析和显著性检验(表2)。

由表1实验结果可知,肉桂总皂苷的最佳提取工艺为:超声温度60℃,超声功率80%,超声时间50min。各种因素对提取效果影响的主次顺序依次为:超声温度>超声功率>超声时间。通过方差分析检验可知,超声温度、超声功率这两种因素对总皂苷的提取影响显

著,超声时间对总皂苷含量的影响不显著。

表1 正交试验表

Table 1 Table of orthogonal test

试验号	因素				总皂苷含量(%)
	A 超声温度(℃)	B 超声功率(P%)	C 超声时间(min)	e 空白	
1	1(50)	1(70)	1(30)	1	2.888
2	1(50)	2(80)	2(40)	2	3.593
3	1(50)	3(90)	3(50)	3	3.606
4	2(60)	1(70)	2(40)	3	3.833
5	2(60)	2(80)	3(50)	1	4.401
6	2(60)	3(90)	1(30)	2	4.147
7	3(70)	1(70)	3(50)	2	3.739
8	3(70)	2(80)	1(30)	3	4.328
9	3(70)	3(90)	2(40)	1	4.304
均值1	3.362	3.487	3.788	3.864	
均值2	4.127	4.107	3.910	3.826	
均值3	4.124	4.019	3.915	3.922	
极差	0.765	0.620	0.127	0.096	
优水平	A <sub>2</sub>	B <sub>2</sub>	C <sub>3</sub>		

表2 正交试验方差分析表

Table 2 Analysis of variance table of orthogonal test

因素	偏差平方和	自由度	F 比	F 临界值	显著性
超声温度	1.164	2	83.143	F <sub>0.05(2, 2)</sub> =19.000	*
超声功率	0.676	2	48.286		*
超声时间	0.031	2	2.214		
误差	0.01	2			

### 2.5 验证实验

按正交试验确定的最佳提取条件,即超声温度60℃,超声功率80%,超声时间50min进行提取,测得的总皂苷含量为4.393%,比正交试验结果中的较优组4.328%含量高,表明此正交试验得出的最优组合是符合实际的。

### 2.6 对比实验

分别按照超声辅助溶剂法和传统溶剂法的正交实验所确定的最佳工艺条件来提取肉桂总皂苷,然后对比这两种方法的提取效果和提取时间,对比结果如表3所示。

表3 超声辅助溶剂法和传统溶剂法的提取效果及时间对比表

Table 3 Comparison of extracting effect and time between ultrasonic assisted solvent method and traditional solvent method

工艺参数	超声辅助溶剂提取法	传统溶剂提取法
肉桂总皂苷含量(%)	4.393	3.407
提取时间	50min	5h

由表3可知,超声提取的最好提取效果优于传统的溶剂提取法,而且超声提取能在较短的时间内促进溶剂的提取过程,因此,从节能和技术的经济角度来看,超声辅助溶剂提取法优于常规的溶剂提取法,可对传统

的提取方法形成有益的补充。

### 3 结 论

3.1 按照定量方法实验结果绘制标准曲线, 得吸光度值  $y$  与皂苷浓度  $x$  (mg/ml) 之间的回归方程为:  $y=21.571x-0.0018$  ( $r=0.9975$ )。

3.2 各因素对提取效果影响的主次顺序依次为: 超声温度 > 超声功率 > 超声时间。通过方差分析检验可知, 超声温度、超声功率这两种因素对总皂苷的提取影响显著, 超声时间对总皂苷含量的影响不显著。

3.3 通过单因素和正交试验, 考虑各因素对总皂苷含量的影响, 肉桂总皂苷超声提取的最佳工艺条件为: 超声温度  $60^{\circ}\text{C}$ , 超声功率 80%, 超声时间 50 min。

3.4 通过正交试验确定的最佳提取条件所做的验证实验测得的总皂苷含量为 4.393%, 高于正交试验中较优组的含量, 表明此正交试验得出的最优组合是符合实际的。

3.5 对比实验结果证明, 利用超声辅助溶剂法提取的肉桂总皂苷含量为 4.393%, 而传统溶剂法提取的肉桂总

皂苷含量为 3.407%, 总皂苷含量提高了 0.986%, 同时, 提取时间缩短了 4.17 h。因此, 超声辅助溶剂提取法优于常规的溶剂提取法, 可对传统的提取方法形成有益的补充。

### 参考文献:

- [1] 李家实. 中药鉴定学[M]. 上海科学技术出版社, 1996: 299.
- [2] EUGEN J, VERSPOHL. Antidiabetic effect of cinnamomum cassia and cinnamomum zeylanicum in vivo an in vitro[J]. Phytotherapy Research, 2005, 19: 203-206.
- [3] 徐任生. 天然产物化学[M]. 北京: 科学出版社, 1993: 510-514; 788-791.
- [4] 李健, 张令文, 刘宁, 等. 苦瓜总皂苷提取工艺的研究[J]. 食品工业科技, 2005, 10(26): 117-120.
- [5] 李健, 张令文, 闫恩志, 等. 苦瓜皂甙的研究进展[J]. 食品研究与开发, 2005, 6(26): 21-25.
- [6] 肖崇厚. 中药化学[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1997: 387-390.
- [7] 高声传, 郭涛, 夏维杰, 等. 比色法测定酸枣仁提取物中总皂苷的含量[J]. 实用药物与临床, 2005, 8(1): 15-16.
- [8] GIORDANI R. Potentiation of antifungal activity of amphotericin B by essential oil from cinnamomum cassia[J]. Phytotherapy Research, 2006, 20: 58-61.