

权美平. 苦杏仁苷乙醇提取工艺参数优化[J]. 江苏农业科学, 2013, 41(5): 260-261.

# 苦杏仁苷乙醇提取工艺参数优化

权美平

(渭南师范学院化学与生命科学学院, 陕西渭南 714000)

**摘要:**以苦杏仁脱脂粕为原料,对乙醇分离纯化苦杏仁苷的工艺条件进行优化。结果表明:原料中苦杏仁苷的含量为 4.24%,对苦杏仁苷提取率影响程度由大到小的因素顺序是提取温度、提取时间、料液比。乙醇提取苦杏仁苷的最佳工艺参数为提取时间 45 min、料液比 1 g : 8 mL、提取温度 85 ℃,在此条件下,苦杏仁苷的提取率为 95.28%。

**关键词:**苦杏仁苷;提取工艺

**中图分类号:** TS201.1      **文献标志码:** A      **文章编号:** 1002-1302(2013)05-0260-02

苦杏仁苷为白色晶体,味苦溶于水和醇,但不溶于醚<sup>[1]</sup>。苦杏仁苷是传统中药苦杏仁中的有效成分,具有抗肿瘤、镇咳平喘等作用 and 扩张气管的功能<sup>[2]</sup>,在苦杏仁中含量约为 3%<sup>[3]</sup>,是一种抗癌食品添加剂。因此,苦杏仁苷的提取分离纯化研究具有重要意义。目前,苦杏仁主要用于提取杏仁油,但是提取油以后的脱脂粕被废弃,不但浪费资源而且易造成环境污染,但苦杏仁苷存在于提油后的杏仁脱脂粕中<sup>[4]</sup>。本试验以陕北山杏仁提取杏仁油后的脱脂粕为原料,探讨乙醇提取苦杏仁苷的工艺参数,为杏仁的综合利用和开发提供了技术支持。

## 1 材料与方法

### 1.1 供试材料与试剂

苦杏仁为陕北吴旗产野生山杏仁;试验所用试剂均为分析纯。

### 1.2 仪器与设备

SHB-111 循环水式多用真空泵(郑州长城科工贸有限公司);旋转蒸发器 RSE-52AA(上海亚荣生化仪器厂);离心机(上海安亭科学仪器厂)。

### 1.3 试验方法

**1.3.1 原料预处理** 将苦杏仁挑选、脱皮和去杂后干燥粉碎,用正己烷脱去杏仁油后所得脱脂粕备用。

**1.3.2 乙醇浸提法提取苦杏仁苷工艺流程** 杏仁脱脂粕→研磨→乙醇浸提→过滤→苦杏仁苷提取液→浓缩脱溶→苦杏仁苷粗品。

**1.3.3 苦杏仁苷含量测定** 取粗粕约 10 g,置凯氏烧瓶中,加水 100 mL,置于 37 ℃ 水浴中保温 2 h,连接冷凝管,通水蒸汽蒸馏,馏出液导入含水 10 mL 和氨溶液 2 mL 的吸收液中,接受瓶置冰浴中冷却,至馏出液达 60 mL 时停止蒸馏,馏出液中加 16.5% 碘化钾试液 2 mL,用 0.1 mol/L 硝酸银液缓缓滴定,至溶液显出的黄色浑浊不消失。1 mL 硝酸银液相当于

91.48 mg 苦杏仁苷<sup>[5-6]</sup>。试验所得苦杏仁苷总含量为 4.24%。计算方法:苦杏仁苷提取率 = 提取的苦杏仁苷质量 / 苦杏仁苷总含量 × 100%。

## 2 结果与分析

### 2.1 乙醇提取苦杏仁苷的单因素试验结果

以苦杏仁苷提取率为指标,以乙醇为提取溶剂进行单因素试验。乙醇浓度分别为 0%、20%、40%、60%、80%、100%,提取时间分别为 10、30、60、120、180 min,提取温度分别为 40、50、60、70、80 ℃,料液比(g : mL)分别为 1 : 4、1 : 6、1 : 8、1 : 10、1 : 12、1 : 14。

**2.1.1 乙醇浓度对苦杏仁苷提取率的影响** 由图 1 可知,在乙醇浓度达到 60% 以前,随着乙醇浓度升高,苦杏仁苷提取率增加;随后,苦杏仁苷提取率明显降低。因此选取 60% 为最佳乙醇浓度。

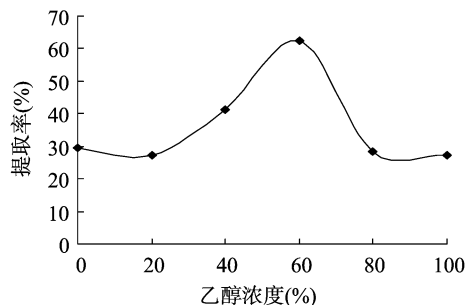


图1 乙醇浓度与苦杏仁苷提取率的关系

**2.1.2 提取时间对苦杏仁苷提取率的影响** 由图 2 可知,提取时间在 60 min 以内,苦杏仁苷提取率随提取时间的延长而上升;提取时间为 60 min 时,苦杏仁苷提取率较大,再延长提取时间提取率并无明显增加,所以,提取时间选择 60 min。

**2.1.3 提取温度对苦杏仁苷提取率的影响** 由图 3 可知,苦杏仁苷的提取率随着提取温度的升高而逐渐增大,80 ℃ 时提取率最高。这是因为苦杏仁苷在热乙醇中溶解度大的缘故,故确定最佳提取温度为 80 ℃。

**2.1.4 料液比对杏仁苷提取率的影响** 由图 4 可知,随着乙醇用量的增大,苦杏仁苷提取率增大,当料液比达到 1 g : 10 mL 时,提取率基本达到最大,此后再增加料液比,提

收稿日期:2012-10-23

基金资助:陕西省科技厅自然科学基金基础研究计划(编号:2011JQ4014)。

作者简介:权美平(1978—),女,陕西咸阳市人,博士研究生,讲师,主要从事植物资源的开发与利用研究。E-mail:qmp78@163.com。

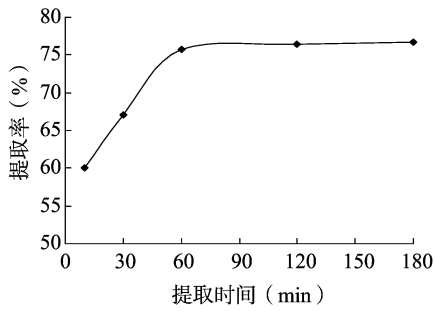


图2 提取时间对苦杏仁苷提取率的影响

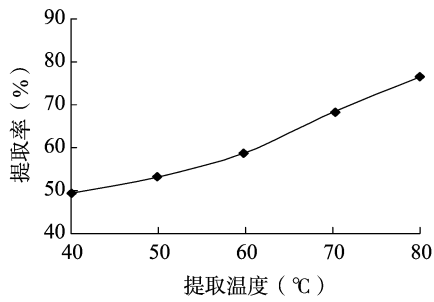


图3 温度对苦杏仁苷提取率的影响

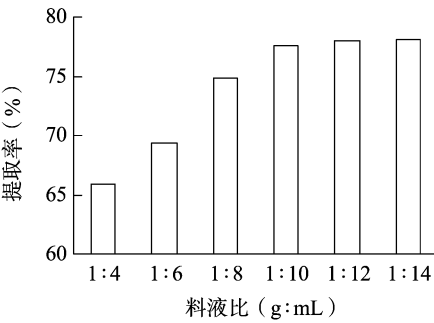


图4 料液比对苦杏仁苷提取率的影响

取率增加不明显,因此确定料液比为 1 g : 10 mL。

2.2 工艺优化正交试验

在单因素试验的基础上,采用  $L_9(3^4)$  正交试验优化提取工艺,各因素水平设置及正交试验结果见表 1。表 1 表明,各因素对苦杏仁苷提取率的影响程度由大到小为  $C > A > B$ ,即提取温度 > 提取时间 > 料液比。由表 2 可知,因素 C 有显著性差异,说明提取温度对苦杏仁的得率影响最明显,故选取苦杏仁苷得率最高水平  $C_3$ ;因素 A、B 没有显著性差异,说明提取时间和料液比在正交设计的范围内对苦杏仁苷的提取率无显著性影响,其水平可以根据实际情况进行选择,因此,从经济角度考虑,最后确定苦杏仁苷提取的最佳工艺参数是  $A_2B_1C_3$ ,即提取时间 45 min、料液比 1 g : 8 mL、提取温度 85 °C。在此条件下,苦杏仁苷的最高得率为 95.28%。

3 结论

由于苦杏仁苷在冷乙醇中的溶解度很小,在热乙醇中的溶解度很大,所以热的乙醇提取后经过乙醇冷却得到苦杏仁

表 1 工艺优化正交试验设计与结果

试验号	A:提取时间(min)	B:料液比(g : mL)	C:提取温度(°C)	D:空列	提取率 (%)
1	1(30)	1(1 : 8)	1(75)	1	76.47
2	1	2(1 : 10)	2(80)	2	85.88
3	1	3(1 : 12)	3(85)	3	94.12
4	2(45)	1	2	3	92.94
5	2	2	3	1	98.82
6	2	3	1	2	78.82
7	3(60)	1	3	2	95.29
8	3	2	1	3	80.00
9	3	3	2	1	91.76
$k_1$	85.49	88.23	78.43	89.02	
$k_2$	90.19	88.23	90.19	86.66	
$k_3$	89.02	88.23	96.08	89.02	
$R$	4.7	0	17.65	2.36	

表 2 工艺优化正交试验方差分析

变异来源	平方和	自由度	均方	$F$ 值	$P$ 值
A	35.943 27	2	17.971 63	3.240 45	>0.05
B	0	2	0	0	>0.05
C	484.394 47	2	242.197 23	43.670 35	<0.05
误差	11.092 1	2	5.546 03		

苷结晶<sup>[7-8]</sup>。用乙醇提取苦杏仁苷不仅提取率高,而且后续处理较其他方法简便。

提取杏仁油后的杏仁脱脂粕中苦杏仁苷含量丰富,可达到 4.24%,采用乙醇法将其提取出来,可作为一种新的药物或食品添加剂来源,实现苦杏仁的综合利用。

乙醇提取苦杏仁苷的各工艺条件因素中,对苦杏仁苷提取率影响由大到小依次为提取温度、提取时间、料液比。正交试验结果表明,最佳提取时间为 45 min,料液比为 1 g : 8 mL,提取温度为 85 °C,在此条件下,苦杏仁苷的最高得率为 95.28%。

参考文献:

[1] 郑建仙. 功能性食品[M]. 北京:中国轻工业出版社,1999:318 - 319.

[2] 邢国秀,李楠,杨美燕,等. 天然苦杏仁苷的研究进展[J]. 中成药,2003,12(25):107 - 109.

[3] 李科友,史清华,朱海兰. 苦杏仁氨基酸的营养评价[J]. 林业科技开发,2001(15):23 - 24.

[4] 李科友,史清华. 苦杏仁的综合开发利用[J]. 西北林学院学报,2003,18(3):63 - 65.

[5] 国家药典委员会. 中国药典[M]. 北京:化学工业出版社,2000:160.

[6] 许瑞定. 实用药物化学[M]. 杭州:浙江科学技术出版社,1992:259.

[7] 车凤斌. 苦杏仁苷提取工艺研究[J]. 食品工业科技,1997(3):11 - 13.

[8] 苏碧茹,黄小虹. 正交试验法优选苦杏仁成分的提取工艺[J]. 中药材,1999(2):93 - 94.