

魏赫楠, 谭红, 包娜, 等. 核桃青皮中胡桃醌的提取工艺[J]. 江苏农业科学, 2014, 42(2): 215-217.

核桃青皮中胡桃醌的提取工艺

魏赫楠^{1,2}, 谭红², 包娜², 李占彬², 袁鑫^{1,2}, 李青^{1,2}, 何锦林²

(1. 贵州大学化学与化工学院, 贵州贵阳 550002; 2. 贵州省分析测试研究院, 贵州贵阳 550002)

摘要:为充分利用核桃青皮资源, 研究提取溶剂、提取时间、提取温度、固液比、超声时间对胡桃醌提取效果的影响, 以正交试验对超声辅助溶剂提取核桃青皮中胡桃醌提取工艺进行探讨。最终得到超声波辅助提取的最佳工艺组合为: 提取溶剂为无水乙醇, 在常温下提取 8 h, 固液比 1 g : 10 mL, 超声时间 40 min。在此条件下得到的胡桃醌得率为 0.006 703%。

关键词:核桃青皮; 胡桃醌; 提取工艺; 正交试验

中图分类号: R284.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2014)02-0215-02

核桃青皮是核桃鲜果外部的一层厚厚的绿色果皮。我国传统中药及临床上有用核桃青皮来治疗胃痛、胃溃疡、皮肤病以及子宫脱落等疾病的记载^[1]。核桃成熟期间, 大量核桃青皮堆放于田间, 造成环境污染^[2]。已有研究表明, 从核桃青皮中提取的有效成分有萜醌类、多酚类、多糖、二芳基庚烷类等^[3], 在核桃楸树皮^[2]和青龙衣^[3]中也提取到了胡桃醌, 但是报道较少。目前, 天然产物中活性成分的提取方法主要有溶剂提取法、微波萃取法、超声提取法、升华法、水蒸气蒸馏法、压榨法、超临界流体提取法等^[4-7]。本试验采用超声辅助溶剂提取核桃青皮中的胡桃醌, 在超声波的细胞破碎作用下可以将细胞中的胡桃醌充分释放并溶于提取剂中, 最终达到提高产品质量和产率的作用。本研究以胡桃醌含量为评价指标, 对其在核桃青皮中的提取方法及工艺进行研究, 旨在为核桃青皮的充分利用及药用价值提供依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

核桃鲜果(贵州赫章)。芸香苷, 色谱纯, 美国 Sigma 公司; 甲醇, 色谱纯, 美国 Tedia 公司; 磷酸、磷酸二氢钠、磷酸氢二钠、无水乙醇、硝酸铝、浓盐酸、三氯甲烷、亚硝酸钠、氢氧化钠, 分析纯。

1.2 仪器

PHS-3C 型精密 pH 计(上海精密科学仪器有限公司); XS-20B 多功能粉碎机(上海兆申科技有限公司); ALC-110.4 电子天平(北京赛多利公司医疗设备厂); THS-10 智能型超级恒温水浴锅(浙江宁波天恒仪器厂); H-1850R 型台式高速冷冻离心机(湖南长沙湘仪离心机仪器有限公司); Agilent1100 高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司); 超声提取仪(上海科导超声仪器有限公司)。

1.3 原料的预处理

收稿日期: 2013-07-10

基金项目: 贵州省林业厅项目(编号: 黔林科合[2012]18 号); 国家自然科学基金项目(编号: 2011DFB41640)。

作者简介: 魏赫楠(1989—), 女, 河北石家庄人, 硕士研究生, 研究方向为化学工艺及资源综合利用。E-mail: whn1011070223@163.com。

将核桃鲜果进行称重, 手工剥皮, 将剥皮得到的核桃青皮再次称重。用恒温干燥箱在 40 ℃ 以下进行干燥, 再将干燥以后的核桃青皮用中药粉碎机进行粉碎, 弃去过大的颗粒, 即得试验所需的原料。

1.4 胡桃醌的提取工艺流程

称取核桃青皮粉 10 g, 并加入 50 L 溶剂浸泡 8 h, 然后再超声提取 40 min, 离心提取液; 将残渣继续加入 10 倍量的溶剂进行提取, 在同样的条件下超声提取 40 min, 离心提取液; 药渣弃掉, 合并 2 次的提取液, 然后用旋转蒸发仪进行减压浓缩(温度不超过 40 ℃)至干。

1.5 胡桃醌含量的测定

胡桃醌得率的计算公式为:

$$\text{胡桃醌得率} = \frac{\text{胡桃醌重量(g)}}{\text{原料重量(g)}} \times 100\%$$

1.6 单因素试验

浸提时间为 2、4、6、8、10 h, 浸提温度为 20、30、40、50、60、70 ℃, 固液比为 1 g : 5 mL、1 g : 7 mL、1 g : 10 mL、1 g : 12 mL、1 g : 15 mL, 超声时间为 10、20、30、40、50 min, 所有试验提取 1 次, 进行单因素试验, 根据胡桃醌得率选择合适的提取时间、提取温度、固液比、超声时间进行正交试验。

1.7 正交试验

在单因素试验选出的浸提时间、浸提温度、固液比、超声时间条件下进行正交试验, 因为提取温度在常温区间对提取的胡桃醌得率影响不大, 所以选取提取时间、固液比和超声时间作为正交试验的 3 个因素, 进行 $L_9(3^3)$ 正交试验, 因素水平如表 1 所示。

表 1 核桃青皮中胡桃醌提取条件优化的正交试验因素水平

水平	因素		
	A: 提取时间 (h)	B: 固液比 (g : mL)	C: 超声时间 (min)
1	7	1 : 9	30
2	8	1 : 10	40
3	9	1 : 11	50

2 结果与分析

2.1 浸提时间对胡桃醌含量的影响

从图 1 可以看出, 随着提取时间的延长, 胡桃醌得率逐渐

升高,这是由于随着提取时间的延长,溶剂与核桃青皮粉充分接触,因而越来越多的胡桃醌溶解到提取溶剂之中。但当提取时间超过 8 h 后,由于大部分的胡桃醌已被提取出来,所以胡桃醌得率的升高趋势不明显。因此,提取时间宜为 8 h。

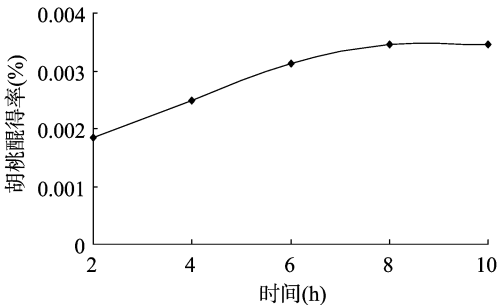


图1 提取时间对胡桃醌得率的影响

2.2 浸提温度对胡桃醌含量的影响

从图 2 可以看出,当提取温度低于 50 ℃ 时,胡桃醌得率没有明显的变化;而当提取温度高于 50 ℃ 时,胡桃醌得率明显下降。这是因为胡桃醌随着提取温度的升高会随水蒸气升华,从而使胡桃醌得率下降。常温对胡桃醌含量影响并不大,考虑到节约成本的因素,因此提取温度宜选择常温。

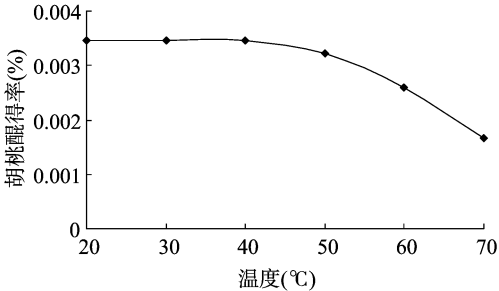


图2 提取温度对胡桃醌得率的影响

2.3 固液比对胡桃醌含量的影响

从图 3 可以看出,随着提取剂用量的增加,胡桃醌得率逐渐增加,当固液比在 1 g : 5 ~ 10 mL 范围内时,胡桃醌得率上升较快;但当固液比低于 1 g : 10 mL 时,胡桃醌得率增长趋势比较平缓,基本持平。因此,考虑到降低生产成本,固液比宜选择 1 g : 10 mL。

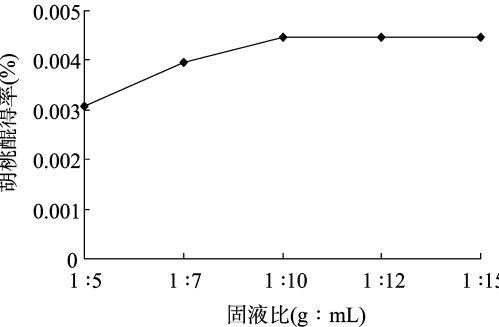


图3 固液比对胡桃醌得率的影响

2.4 超声时间对胡桃醌含量的影响

从图 4 可以看出,当超声时间在 10 ~ 40 min 范围内时,胡桃醌得率逐渐增加,这是因为随着超声时间的延长,超声波对底物产生的搅拌和空化作用增强,进而使溶出物质增多;而

当时间超过 40 min 后,胡桃醌得率反而下降,这可能是持续的超声波作用使已经溶出的胡桃醌分子结构遭到破坏,使胡桃醌得率下降。因此,超声时间宜选择 40 min。

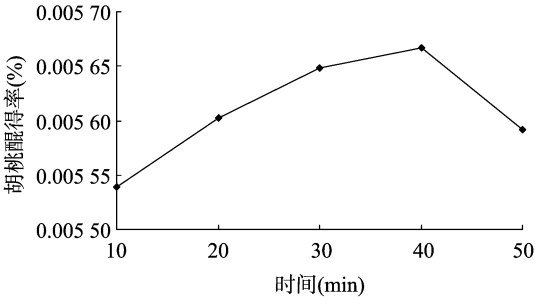


图4 超声时间对胡桃醌得率的影响

2.5 正交试验优选最佳工艺组合

根据 $L_9(3^3)$ 正交试验原理进行核桃青皮中胡桃醌提取的正交试验,以确定最佳的提取工艺条件。试验结果及数据处理如表 2 所示。

表 2 核桃青皮中胡桃醌提取工艺的 $L_9(3^3)$ 正交试验结果

编号	A	B	C	胡桃醌重量 (mg)
1	1	1	1	0.112 4
2	1	2	2	0.184 7
3	1	3	3	0.154 2
4	2	1	2	0.578 7
5	2	2	3	0.670 3
6	2	3	1	0.566 4
7	3	1	3	0.452 1
8	3	2	1	0.445 6
9	3	3	2	0.449 9
k_1	0.150 4	0.381 1	0.374 8	
k_2	0.605 1	0.433 5	0.404 4	
k_3	0.449 2	0.390 2	0.425 5	
R	0.454 7	0.052 4	0.050 7	

从表 2 可知,5 号试验得到的胡桃醌最多,为 0.670 3 mg; 4 号次之,为 0.578 7 mg; 1 号最少,为 0.112 4 mg。各提取因素对核桃青皮中胡桃醌提取量影响的主次顺序依次为 $A > B > C$,即提取时间 > 固液比 > 超声时间。提取的最佳工艺为 $A_2B_2C_3$,即提取时间 8 h、固液比 1 g : 10 mL、超声时间 40 min。而 $A_2B_2C_3$ 的最佳工艺组合正好在正交试验表中,由此可以看出该组合条件的胡桃醌提取量最高,证明所选取的工艺确为最佳工艺,核桃青皮中胡桃醌得率为 0.006 703 %。

为进一步验证以上分析结果,进行方差分析,结果(表 3)显示,A 因素为显著因素,而 B、C 等 2 个因素均不显著。

表 3 核桃青皮中胡桃醌提取工艺的方差分析结果

变异来源	离差平方和	自由度	均方	F 值	P 值
A	0.118 3	2	0.059 2	164.292 4	0.048
B	0.012 2	2	0.006 1	0.083 5	0.753
C	0.049 1	2	0.024 6	0.328 2	0.924
误差	0.105 0	2	0.005 2		

3 结论

对核桃青皮中胡桃醌提取工艺的影响因素进行单因素试

王 燕,刘书伟,黄绵佳,等. 头孢菌素处理对切花月季水分胁迫的影响[J]. 江苏农业科学,2014,42(2):217-219.

头孢菌素处理对切花月季水分胁迫的影响

王 燕¹, 刘书伟¹, 黄绵佳², 赵牧秋¹, 史云峰¹

(1. 琼州学院生物科学与技术学院, 海南三亚 572022; 2. 海南大学园艺园林学院, 海南海口 570228)

摘要:采用不同种类、不同浓度的头孢菌素处理切花月季“卡罗拉”,研究头孢菌素处理对切花月季水分胁迫的影响,结果表明:5 个头孢菌素处理均不同程度地降低了切花月季鲜重损失率,提高了切花吸水能力、水分代谢能力和水分平衡值,并提高了鲜切花的观赏性品质;改善切花水分胁迫效果的大小顺序为:0.01% 头孢曲松钠 > 0.01% 头孢呋辛钠 > 0.1% 头孢呋辛钠 > 0.01% 头孢唑肟钠 > 0.025% 头孢曲松钠。

关键词:头孢菌素;切花月季;水分胁迫

中图分类号: S685.120.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2014)02-0217-03

月季(*Rosa chinensis*),蔷薇科蔷薇属植物,多指用于切花的现代月季,它是中国月季与欧洲玫瑰的杂交后代。月季花型高雅,气味芬芳,色彩绚丽,深受世界各国人民的喜爱。但是,切花月季相对不耐失水,夏季瓶插寿命短,容易导致花蕾无法开放。如何改善月季切花水分平衡、保持花枝相对高的紧张度、维持正常的生理代谢功能等问题成为月季采后一个世界性难题。黄娇研究发现,切花切口微生物感染导致了切花生理和病理堵塞,从而导致切花水分胁迫^[1]。头孢菌素又称先锋霉素,于 20 世纪中期被人类发现并开发利用^[2-3],1964 年,第一个头孢菌素头孢噻吩上市^[4],此后,相继合成 60 多种新型头孢菌素,产量占抗生素总量的 60% 以上^[5]。头孢菌素类(Cephalosporins)是由冠头孢菌培养液中分离的头孢菌素 C^[6-7],经改造侧链而得到的一系列半合成抗生素^[8-9],具有抗菌谱广、毒性低、疗效高等优点,在抗感染治疗中占有十分重要的地位^[10-11],并从第一代逐步发展到第五代,其抗

菌范围和抗菌活性也不断扩大和增强^[12-14]。

本试验采用在动物消炎方面用途最广、效果最明显的头孢菌素杀菌剂处理切花切口,研究头孢菌素处理对切花月季水分胁迫的影响,以寻求切花月季更好的杀菌剂和保鲜剂,延长切花月季保鲜期。

1 材料与方法

1.1 试验材料与试验环境

月季“卡罗拉”采自海南佳裕生物开发有限公司花圃,采摘标准为外观一致,且外层花瓣开始松散。为防止或减弱空腔化,采摘时尽量保留足够长的花茎,采摘时切口为平切。采摘后,20 支 1 扎用聚乙烯保鲜膜包裹,在 1 h 内运送到实验室。试验地点在海南琼州学院生物科学与技术学院实验中心,室内温度为 17~28℃,空气相对湿度为 80%~90%。

1.2 试剂、仪器与设备

试验选用第一代头孢、第二代头孢和第三代头孢中抗菌谱最广、具有代表性的头孢菌素:第一代头孢菌素选用注射用头孢唑肟钠,广州白云山天心制药股份有限公司生产,规格为 0.5 g/瓶(按 C₁₄H₁₄N₈O₄S₃ 计算);第二代头孢菌素选用注射用头孢呋辛钠,深圳致君制药有限公司生产,规格为 1.0 g/瓶(按 C₁₆H₁₆N₄O₈ 计算);第三代头孢选用注射用头孢曲松钠,海南思迈药业有限公司生产,规格为 1.0 g/瓶(按 C₁₈H₁₆N₈O₇S₃ 计算)。另外,准备好蒸馏水、电子天平、滤纸、干湿球湿度计、抽真空注射器、三角瓶、剪刀等。

收稿日期:2013-04-14

基金项目:国家自然科学基金(编号:41101285);海南省三亚市院地科技合作(编号:2012YD04,2011YD27)。

作者简介:王 燕(1979—),女,河南太康人,硕士,讲师,现从事园艺产品采后生理、土壤肥力研究与教学。E-mail: wysw119@163.com。

通信作者:刘书伟,硕士,讲师,现从事园艺产品采后生理研究与教学。E-mail: hnlsw@163.com。

验,再根据单因素试验结果设计正交试验,最终确定超声波辅助提取的最佳提取工艺为:在常温下提取时间 8 h、固液比 1 g:10 mL、超声时间 40 min。在此条件下得到的胡桃醌得率为 0.006 703%,为提取核桃青皮中的胡桃醌提供了较为科学、合理的理论依据。

参考文献:

- [1] 江苏新医学院. 中药大辞典[M]. 上海:上海科学技术出版社,2005.
- [2] 赵 岩,刘淑萍,吕朝霞. 核桃青皮的化学成分与综合利用[J]. 农产品加工,2008(11):66-68.

- [3] 李海洋,韩军岐,李志西. 核桃青皮有效化学成分提取分离研究综述[J]. 现代园艺,2012(15):9-11.
- [4] Toma M, Vinatoru M, Paniwnyk L, et al. Investigation of the effects of ultrasound on vegetal tissues during solvent extraction[J]. Ultrasonics Sonochemistry, 2001, 8(2):137-142.
- [5] 徐怀德. 天然产物提取工艺学[M]. 北京:中国轻工业出版社,2006.
- [6] 陈尚研,刘 诚,范国荣,等. 天然产物中活性成分提取分离及分析技术[J]. 江西林业科技,2005(3):32-36.
- [7] Vinatoru M, Toma M, Radu O, et al. The use of ultrasound for the extraction of bioactive principles from plant materials[J]. Ultrasonics Sonochemistry, 1997, 4(2):135-139.