

文章编号: 1673-1689(2007)01-0051-03

超声波辅助提取烟叶中的茄尼醇

张泽生, 冯旭

(天津科技大学 食品与生物技术学院, 天津 300457)

摘要: 茄尼醇是一种重要的医药中间体。通过正交试验确定超声波辅助提取烟叶中的茄尼醇最优工艺条件为: 以丙酮为提取溶剂, 料液比 1: 17.5 (g/mL), 温度 60 °C, 浸提 2 h, 超声波功率 160 W, 其中浸提时间是影响茄尼醇提取率的主要因素。

关键词: 茄尼醇; 烟叶; 超声波; 提取

中图分类号: Q 5-3

文献标识码: A

Study on Ultrasonic-Assisted Extraction of Solanesol from Tobacco Leaves

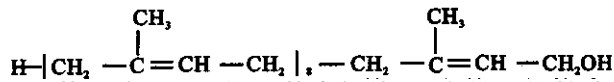
ZHANG Ze-sheng, FENG Xu

(College of Food Engineering & Biotechnology, Tianjin University of Science & Technology, Tianjin 300457, China)

Abstract Solanesol is an important intermediate material of medicine. Ultrasonic-assisted extraction was used to extract solanesol from tobacco leaves, the optimum extraction parameters were chosen as follows by orthogonal design: acetone as solvent, temperature 60 °C, extraction time 2 h, ratio of leaves: solvent at 1: 17.5 and ultrasonic power 160 W, extraction time was the key factor affect the extraction rate.

Key words: solanesol; tobacco leaves; ultrasonic; extraction

茄尼醇(壬异戊二烯醇, Solanesol)是一种不饱和的聚异戊二烯醇, 是由 9 个异戊二烯单元组成的一种非环萜烯醇, 分子式为 $C_{45}H_{74}O$, 相对分子质量为 631.079, 熔点是 41 °C, 其结构式为



茄尼醇是重要的医药中间体, 具有较强的抗癌活性, 也可作为合成心血管、抗癌、抗溃疡等药物的中间体, 如合成辅酶 Q_{10} 和维生素 K_2 的侧链。近年来, 国际上以茄尼醇为原料的新药研制工作非常活跃^[1]。

茄尼醇主要存在于烤烟的烟叶中, 1956 年 Rowland 等首先将其作为非挥发性中性物质从烤烟

中提取出来, Narasimha C. V. 等报道了从土豆叶和桑叶中提取茄尼醇的方法^[2]。

茄尼醇可通过化学方法合成^[3], 但是工业生产上还是从烟草中提取茄尼醇。茄尼醇提取的原料可以是烟叶、霉烟或碎烟末等废弃烟叶以及提取过烟碱的烟叶。由于原料的不同提取工艺流程有所不同, 但都是有机溶剂萃取, 但萃取效率较低, 耗时长。为了提高生产效率, 有学者研究了超临界萃取^[4-5]和微波萃取^[6]技术。但此方法工业化生产困难。

超声技术用于植物有效成分的提取具有明显的优势, 利用超声波产生的强烈振动、空化效应、搅拌作用等可以加速植物有效成分进入溶剂, 提高提

收稿日期: 2006-08-19.

作者简介: 张泽生(1956-), 男, 天津市人, 教授, 博导, 主要从事食品营养、天然产物开发与研究. Email: zhangzesh-

万方数据 hotmail.com

取率,有效缩短提取时间。作者应用超声技术对烟叶中的茄尼醇进行提取,通过正交试验探讨溶剂种类、萃取时间、超声波功率、料液比、萃取温度 5 种因素对超声波提取效果的影响。

1 材料与方法

1.1 实验材料及仪器

茄尼醇标准品:质量分数为 97.73%,潍坊安隆生物医药技术有限公司产品;烟叶:天津卷烟厂生产;甲醇和乙醇为色谱纯,正己烷、丙酮、乙酸乙酯和氢氧化钾为分析纯。

KQ5200DB 型数控超声波清洗器:昆山市超声仪器有限公司生产。LabAliance 高效液相色谱仪:美国蓝博公司产品;色谱条件:Kromasil C18 (5U 250×4.6 mm)色谱柱,检测波长 213 nm,柱温 30℃,流动相 V(甲醇):V(乙醇)=4:1 混合液,体积流量 1.0 mL/min,进样量 20 μL,灵敏度 1.0×10⁻⁵。

1.2 实验方法

称取粉碎后的烟叶 10 g 加入 250 mL 的烧瓶

中,再加入一定体积的萃取溶剂,置于超声波发生器中,设置超声波功率和时间,在 50 Hz 下萃取,萃取完成后,用冷水冷却至室温,过滤,旋转蒸发脱除溶剂得茄尼醇粗品。

取 5 g/dL KOH 的 CH₃OH 溶液置于三颈瓶中,加热至 60℃,取茄尼醇粗品溶于少量石油醚中,将该溶液缓缓倒入三颈瓶中,同时进行搅拌,反应 4 h 后冷却,加入少量去离子水,用石油醚萃取 3 次,在萃取液中加入无水 Na₂SO₄,除去水分,用高效液相色谱仪检测茄尼醇的提取率。

为确定超声波辅助萃取的最佳条件,选择主要因素:溶剂种类(A)、萃取时间(B)、超声波功率(C)、料液比(D)、萃取温度(E),确定不同水平,以茄尼醇提取率为指标,采用 L₁₆(4⁵)正交法设计实验,实验因素水平见表 1。

2 结果与讨论

2.1 正交实验结果及最佳提取工艺
正交实验设计见表 2。

表 1 因素与水平表

Tab.1 Factors and levels

水平	因素				
	溶剂种类	萃取时间/h	超声波功率/W	料液比/(g/mL)	萃取温度/℃
1	A ₁ = 正己烷	B ₁ = 0.5	C ₁ = 112	D ₁ = 1: 10.0	E ₁ = 30
2	A ₂ = 丙酮	B ₂ = 1.0	C ₂ = 128	D ₂ = 1: 12.5	E ₂ = 40
3	A ₃ = 乙酸乙酯	B ₃ = 1.5	C ₃ = 144	D ₃ = 1: 15.0	E ₃ = 50
4	A ₄ = 乙醇	B ₄ = 2.0	C ₄ = 160	D ₄ = 1: 17.5	E ₄ = 60

表 2 正交实验设计 L₁₆(4⁵)及结果

Tab.2 Orthogonal design L₁₆(4⁵) and results

实验序号	A	B	C	D	E	茄尼醇 提取率/%
	溶剂	萃取时间	超声波功率	料液比	萃取温度	
1	1	1	1	1	1	56.32
2	1	2	2	2	2	72.85
3	1	3	3	3	3	83.98
4	1	4	4	4	4	91.26
5	2	1	2	3	4	80.65
6	2	2	1	4	3	84.4
7	2	3	4	1	2	84.48
8	2	4	3	2	1	92.31
9	3	1	3	4	2	72.73
10	3	2	4	3	1	77.56
11	3	3	1	2	4	85.39
12	3	4	2	1	3	90.87
13	4	1	4	2	3	73.02

续表 2

实验序号	A 溶剂	B 萃取时间	C 超声波功率	D 料液比	E 萃取温度	茄尼醇 提取率/%
14	4	2	3	1	4	76.4
15	4	3	2	4	1	77.46
16	4	4	1	3	2	81.64
k_1	76.102	70.680	76.938	77.018	75.912	
k_2	85.460	77.803	80.457	80.892	77.925	
k_3	81.638	82.828	81.355	80.957	83.067	
k_4	77.130	89.020	81.580	81.463	83.425	
R	9.358	18.340	4.642	4.445	7.513	

由表 2 直观分析的结果可以看出 ,延长超声时间 ,可以有效提高茄尼醇提取率 ,增加超声波功率、增加料液比、提高萃取温度都可以少量提高茄尼醇提取率 ,最佳的提取溶剂是丙酮。最佳水平组合是 $A_2B_4C_4D_4E_4$ (即用丙酮作提取剂 ,料液比 1: 17.5 (g/mL) ,温度 60 ℃ ,浸提 2 h ,超声波功率 160 W) 。而上述正交实验中没有此组合 ,按照该组合进行提取实验所得到的茄尼醇提取率为 94.7% 。

2.2 方差分析

方差分析的结果见表 3。

表 3 方差分析结果
Tab.3 Variace analysis

方差来源	离差平方和	自由度	F 比	F 临界值	显著性
A	223.573	3	4.394	9.280	
B	724.077	3	14.231	9.280	*
C	55.574	3	1.092	9.280	
D	50.881	3	1.000	9.280	
E	168.505	3	3.312	9.280	
误差	50.880	3			

注 : $\alpha=0.05$

参考文献(References):

[1] 宋金勇,王超杰,赵瑾,等. 茄尼基胺类化合物的合成方法研究(I):N,N-二(酰氧基乙基)茄尼基胺的合成[J]. 应用化学, 2002,19(6):600-602.
Song Jinyong, Wang Chaojie, Zhao jin, et al. Study on synthesis of solanesol[J]. **Applied chemistry**, 2002, 19(6):600-602. (in Chinese)

[2] Narasimha C V, Chakraborty M K. Solanesol from tobacco waste[J]. **Research and Industry**, 1979, 24:83-86.

[3] Tsuji Masahiro. Preparaton of (2Z)-solanesol as antihypertensive, antihyperlipidemic, and antitumor agen[P]. 日本专利(JP): 0665128, 1994-03-08.

[4] Wang Z. Process and equipment for rectifying tobacco by supercritical multi—element fluid extraction [P]. 中国专利(CN): 1302568, 2001-07-11.

[5] Yang Q, Wu J. Process for extracting solanesol[P]. 中国专利(CN): 1294111, 2001-05-09.

[6] 张征,武永昆. 微波辅助萃取废烟叶中茄尼醇工艺研究[J]. 云南化工, 2005(2):7-10.
Zhang Zhen, Wu Yongkun. Microwave-assisted Extraction of solanesol from tobacco leaves[J]. **YunNan Chemical Industry**, 2005(2):7-10. (in Chinese)

(责任编辑:杨萌)