# 浅究微波辅助提取白头翁皂苷

来源：网络 作者：诗酒琴音 更新时间：2024-01-02

*> 摘要：利用响应面法对白头翁(Pulsatilla chinensis)皂苷的微波提取条件进行了优化。在单因素试验基础上，利用Box-Behnken中心组合设计原理及响应面法分析并建立二次回归模型。以乙醇体积分数、微波功率、微波时间为考察...*

> 摘要：利用响应面法对白头翁(Pulsatilla chinensis)皂苷的微波提取条件进行了优化。在单因素试验基础上，利用Box-Behnken中心组合设计原理及响应面法分析并建立二次回归模型。以乙醇体积分数、微波功率、微波时间为考察因素，以白头翁皂苷提取率为响应值，研究了各因素对白头翁皂苷提取率的影响。确定最佳微波提取条件为乙醇体积分数50%、微波功率300 W、微波时间4 min，在此条件下，白头翁皂苷提取率达到5.33%。

> 关键词：白头翁(Pulsatilla chinensis);皂苷;响应面法;微波辅助提取

中药白头翁为毛茛科植物白头翁(Pulsatilla chinensis)的干燥根，始载于《神农本草经》，其性味苦寒，具有清热解毒、凉血止痢、燥湿杀虫之功效[1，2]。它的化学成分有白头翁皂苷、胡萝卜甙、白头翁素等，主要有效成分为白头翁三萜皂苷[3，4]。现代药理研究表明，它具有增强免疫力、抗炎、抗肿瘤、抗病原微生物等作用[5，6]，尤其在抗肿瘤及抗癌的新药开发方面有很大的应用潜力[7，8]。近年研究还发现其所含的某些活性成分对治疗老年性痴呆(阿尔茨海默病)效果显著[9，10]。

微波辅助提取技术(MAE)利用每秒几亿次周期变化的微波透入物料内，使物料内的各部分在同一瞬间获得能量促使细胞破裂，使细胞液溢出并扩散到溶剂中，从而达到提取有效成分的目的[11]，具有省时、高效，操作简便、提取成本低等优点[12]。本研究以白头翁为原料，白头翁皂苷B4含量为指标，采用微波辅助溶剂提取白头翁皂苷，考察了乙醇体积分数、微波功率、微波时间等因素对白头翁皂苷提取率的影响，并通过响应面法对主要因素进行了优化，旨在为白头翁皂苷的综合利用提供借鉴和参考。

> 一、材料与方法

1.1 材料与试剂

白头翁干燥根，购自牡丹江市老百姓大药房;白头翁皂苷B4标准品，纯度98%，贵州迪大生物科技有限公司;甲醇、乙腈(色谱纯)，JK CHEMICAL LTD公司;甲醇、乙醇(分析纯);水为实验室自制超纯水。

SB-5200DTN型超声波清洗机(宁波新芝生物科技股份有限公司);XH-MC-1型实验室微波合成仪(祥鹄科技发展公司);Waters 2695型高效液相色谱仪(Waters公司);Waters 2998型紫外检测器(Waters公司);色谱柱(4.6 mm150 mm);MF 22R型台式微量冷冻离心机(美国贝克曼库尔特公司);BSA2245S-CW型电子分析天平(德国赛多利斯科学仪器有限公司);FZ102微型植物粉碎机(苏州江东精密仪器有限公司)。

1.2 方法

1.2.1 标准曲线的制作 精密称取白头翁皂苷B4标准品3.00 mg，置于5 mL容量瓶中，加入甲醇溶液定容配得浓度为0.600 mg/mL的母液，梯度稀释为0.600、0.300、0.200、0.100、0.050、0.025 mg/mL的标准品溶液，分别标记为1、2、3、4、5、6，经4 000 r/min离心10 min后，依次取6组标准品溶液，在检测波长为201 nm，流动相为乙腈∶水∶磷酸(27∶73∶0.1)，等度洗脱，洗脱流速为1.0 mL/min;25 ℃柱温的高效液相色谱条件下进样10 L。绘制标准曲线，得出回归方程。

1.2.2 单因素试验 将白头翁干燥根于微型植物粉碎机中粉碎，0^50目筛，准确称取5.0 g，若干份，分别加入一定体积分数的乙醇溶液，配制成不同料液比(g∶mL，下同)的样品溶液，在一定的微波功率下提取一定的时间，趁热抽滤，4 000 r/min离心10 min，取上清液入高效液相色谱仪，将得到的峰面积代入回归方程，依下式计算白头翁皂苷B4提取率，重复操作3次取平均值，考察不同因素对白头翁皂苷提取率的影响。

式中，Y为提取率，%;C为目的成分的浓度，mg/mL;V为提取液体积，mL;M为原料重量，g。

1.2.3 响应面试验设计 综合单因素试验的分析结果，选择乙醇体积分数、微波功率及微波时间为考察因素，以白头翁皂苷提取率为响应值，利用Box-Behnken设计试验，见表1。

> 二、结果与分析

2.1 标准曲线方程

以质量浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，得到回归方程为Y=2 586.4X-26.734，R2=0.999 6，白头翁皂苷在0.025～0.600 mg/mL。

2.2 单因素试验结果

单因素试验结果见图1。初步选定过50目的白头翁粉末，乙醇体积分数60%、料液比1∶8、微波功率300 W、微波时间4 min为最佳提取条件，采用响应面法对微波辅助提取白头翁皂苷的条件进行优化。

2.3 响应面试验结果

2.3.1 回归模型的建立及方差分析 通过软件Design expert 7.0对试验设计及结果(表2)中的试验数据进行分析，可得到白头翁皂苷提取率与各个影响因素之间的关系模型为：

Y=5.150-0.021A-0.100B+0.081C-0.031AB-0.410AC+0.490BC-0.500A2-0.620B2-0.160C2

在试验设计范围内，对一次项系数进行分析可知，各因素影响顺序为：乙醇体积分数微波时间微波功率。对模型的各项因素数据进行方差分析，具体结果见表3。由表3可知，整个响应面的回归方程模型的P值小于0.01，呈极显著水平，而失拟项F=2.14，P=0.238 1，二者均大于0.05可知，失拟项不显著，且试验误差小，说明这是一项拟合度较高的回归模型;此外，该模型R2=0.967 5，模型校对系数R2adj=0.925 8，表明模型可以解释92.58%的响应值变化范围，因此，该模型可以对微波辅助溶剂法提取白头翁皂苷效果进行分析和预测。

2.3.2 响应面图分析 响应面图形是反映响应值与各个试验因素之间变化的三维图形，可从中分析出参数与最佳参数间的相互作用关系[13，14]。基于二次回归模型进行响应面绘图，分别给出了各因素间交互影响显著的响应面图(图2)。3个响应曲面均为开口向下的凸形曲面，乙醇体积分数、微波功率、微波时间3个因素与白头翁皂苷的提取率呈抛物线关系，各因素对白头翁皂苷提取效果的影响较为显著，且在考察范围内存在响应值的极高值。乙醇体积分数在45%～55%，微波功率在250～350 W，微波时间在3～5 min的范围内有较大的响应值。运用 Design expert 7.0软件对试验结果进行优化，得出皂苷提取率最大时乙醇体积分数48.7%、微波功率295.8 W、微波时间4.25 min，考虑到操作的简便及实际情况，选择最优条件为微波时间4 min、微波功率300 W、乙醇体积分数50%。采用上述优化条件进行重复试验，得出实际提取率为5.33%。因此，在实际应用提取时，可利用本研究响应面法优化后的提取条件，该参数可靠、准确、实用。

> 三、结论

微波辅助溶剂提取法进行了单因素试验研究，考察了料液比、乙醇体积分数、微波功率、微波时间等因素对白头翁皂苷提取率的影响，发现微波功率、微波时间、乙醇体积分数的影响较为显著，因此，利用Design expert 7.0软件的响应面设计对主要影响因素进行了优化，得出各因素的影响顺序：微波功率微波时间乙醇体积分数，确定最佳微波提取条件为乙醇体积分数50%、微波功率300 W、微波时间4 min，此条件下白头翁皂苷提取率达到5.33%。

> 参考文献：

[1] 国家药典委员会.中华人民共和国药典：一部[M].北京：中国医药科技出版社，202\_.

[2] 刘 琳，金凤燮.白头翁皂苷的分离提纯[J].大连轻工业学院学报，202\_，23(1)：18-21.

[3] 钟长斌，李 祥.白头翁的化学成分及药理作用研究述要[J].中医药学刊，202\_，21(8)：1338.

[4] BANG S C，KIM Y，LEE J H，et al. Triterpenoid saponins from the roots of Pulsatilla koreana[J].J Nat Prod，202\_，68(2)：268-272.

[5] 舒莹，韩广轩，刘文庸，等.中药白头翁的药材、化学成分和药理作用的研究[J].药学实践杂志，202\_，18(6)：387.

[6] 蔡 鹰，唐永明，梁秉文.白头翁体外抗肿瘤实验研究[J].中草药，1999，30(6)：441-443.

[7] XU Q M，SHU Z，HE W J，et al.Anti-tumor activity of Pulsatilla chinensis(Bunge)Regel saponins in human liver tumor 7402 cells in vitro and in vivo[J].Phytomedicine，202\_，19(3/4)：293-300.

[8] 庄贤韩，耿宝琴，雍定国.白头翁抗肿瘤作用实验研究[J].实用肿瘤杂志，1999，12(5)：94-97.

[9] HAN C K，PARK Y H，JIN D Q，et al.SK-PC-B70M from Pulsatilla koreana improves scopolamine-induced impairments of memory consolidation and spatial working memory[J].Brain research，202\_，1184(12)：254-259.

[10] XUE J F，LIU Z J，HU J F，et al. Ginsenoside Rb1 promotes neurotransmitter release by modulating phosphory-lation of synapsins through a cAMP-dependentprotein kinase pathway[J].Brain Res，202\_，11(6)：91-98.

[11] 李 杨.微波辅助萃取技术在食品工业中的研究进展[J].中国酿造，202\_(9)：5-8.

[12] 王 菲.响应面分析法优化微波辅助提取软枣猕猴桃黄酮[J].食品研究与开发，202\_，9(31)：6-10.

[13] YIN X，YOU Q，JIANG Z.Optimization of enzyme assisted extraction of polysaccharides from Tricholoma matsutake by response surface methodology[J].Carbohydrate Polymers，202\_， 86(3)：1358-1364.

[14] ZHANG J，JIA S，LIU Y，et al. Optimization of enzyme-assisted extraction of the Lycium barbarum polysaccharides using response surface methodology[J].Carbohydrate Polymers，202\_， 86(2)：1089-1092.

本DOCX文档由 www.zciku.com/中词库网 生成，海量范文文档任你选，，为你的工作锦上添花,祝你一臂之力！