

低温豆粕中大豆皂甙的微波提取工艺优化

刘中华,葛红莲,田珊珊

(周口师范学院 生命科学系,河南 周口 466000)

**摘要:**为优化提取和纯化低温豆粕中皂甙的加工工艺,采用微波法提取低温豆粕中的大豆皂甙,通过单因素试验和正交试验研究了微波火力、乙醇浓度、料液比、微波时间对大豆皂甙提取率的影响。结果表明:在试验条件范围内各因素对大豆皂甙提取率影响的主次顺序为微波时间 > 微波火力 > 乙醇浓度 > 料液比;在微波火力为中高火、微波时间 2.5 min、乙醇浓度 60%、料液比 1:25(g:mL)的条件下得到最优工艺条件,此时大豆皂甙的提取率为 0.640%。

**关键词:**低温豆粕;大豆皂甙;微波提取

**中图分类号:**TS214      **文献标识码:**A      **文章编号:**1000-9841(2013)02-0254-03

Microwave Extraction of Soybean Saponins from Low-temperature Soybean Meal

LIU Zhong-hua, GE Hong-lian, TIAN Shan-shan

(Department of Life Science, Zhoukou Normal University, Zhoukou 466000, China)

**Abstract:** Soybean saponins were extracted from low-temperature soybean meal by microwave method and the extracting conditions were studied. The influence of various factors on the extraction rate of soybean saponins in descending order was microwave time, microwave power, concentration of ethanol and ratio of solid to liquid. The optimum extracting conditions were processed under mid-high microwave power for 2.5 min, with the ethanol concentration of 60% and solid to liquid ratio of 1:25 (g:mL). The extraction rate of soybean saponins reached 0.640% under the optimum extracting condition.

**Key words:** Low-temperature soybean meal; Soybean saponins; Microwave extraction

低温豆粕是大豆制油过程中产生的一种重要副产品,其中所含的大豆皂苷除了具有增强免疫调节、抗肿瘤、抗氧化、抗自由基、抗凝血、抗血栓及抗糖尿病等作用外,还有助于促进人体代谢胆固醇,改善心肌供氧,抗衰老,降脂减肥,预防动脉粥样硬化<sup>[1-3]</sup>。大豆皂甙主要从低温豆粕中提取,我国豆粕的产量很大,故优化提取和纯化低温豆粕中皂甙的工艺条件具有重要意义。

近些年来,传统的索氏萃取已逐渐被淘汰,超声波萃取也已不能满足发展的需要,超临界流体萃取、加速溶剂萃取和微波萃取等萃取方法应运而生。但超临界萃取、加速溶剂萃取这两种方法,由于存在技术缺陷或设备复杂、运行成本高等问题,其应用受到了限制,而微波萃取具有所用溶剂少、提取速率快、提取率高等优点<sup>[4-5]</sup>,弥补了传统浸提法溶剂用量大、提取时间长、提取效率低等缺点。

本文用微波法提取低温豆粕中的大豆皂甙,通过单因素试验和正交试验确定其最佳提取工艺条件,为实现低温豆粕中大豆皂甙的快速提取提供一定的理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

低温豆粕:周口万通粮油食品开发有限公司提供。

齐墩果酸标准品、无水乙醇、95%乙醇、石油醚等,均为分析纯。

1.2 主要仪器设备

D8023TL-K4C 微波炉(格兰仕微波炉电器有限公司)、UV-5100 型紫外分光光度计(上海元析仪器有限公司)、PL601-L 电子天平(梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司)、HC-3018 高速离心机(安徽中科中佳科学有限公司)和 JYL-C022 九阳料理机(怀化飞怪飒有限公司)。

1.3 方法

1.3.1 材料的预处理 豆粕粉碎后过 40 目筛,然后按料液比 1:20(g:mL)加入石油醚,50℃脱脂 3 h,干燥后备用。

1.3.2 标准曲线的绘制 以大豆皂甙的甙单元类似物齐墩果酸为标准品<sup>[6]</sup>,依次精确吸取 0.1 g·mL<sup>-1</sup> 齐墩果酸甲醇溶液 0.2,0.4,0.6,0.8,1.0 mL,分别

置于 10 mL 容量瓶中,用 95% 乙醇定容至刻度,以 95% 乙醇作为空白,于 546 nm 处测定其吸光度值。以吸光度(A)对质量浓度(C)进行回归,得出回归方程: $A = 0.027C + 0.0112$  ( $R^2 = 0.99986$ )。

1.3.3 大豆皂甙的提取及测定 取一定量豆粕,按比例加提取溶剂,微波处理后离心去渣得样品提取液,准确吸取样品提取液 0.1 mL 于 10 mL 容量瓶中,用 95% 乙醇定容至刻度,于 546 nm 处测定吸光度值。根据标准曲线计算样品中大豆皂甙的含量。

1.3.4 大豆皂甙提取率的计算 大豆皂甙提取率(%) = 大豆皂甙含量(g)/样品干重(g) × 100

1.3.5 大豆皂甙提取条件的优化 分别进行单因素试验,对比不同乙醇浓度、料液比、微波火力及微波时间对大豆皂甙提取率的影响,在单因素试验的基础上采用正交试验对豆粕中大豆皂甙提取条件进行优化。

1.4 数据分析

采用 Excel 2007 进行数据分析。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 不同乙醇浓度对大豆皂甙提取率的影响 分别以 30%、40%、50%、60%、70%、80%、90% 的乙醇为提取剂,在料液比为 1:20 (g:mL),微波火力为中火的条件下微波处理 2 min。如图 1 所示,随着乙醇浓度的增加,大豆皂甙的提取率呈先上升再下降的趋势,当乙醇浓度为 60% 时提取率达到最大值。故最佳乙醇浓度为 60%。

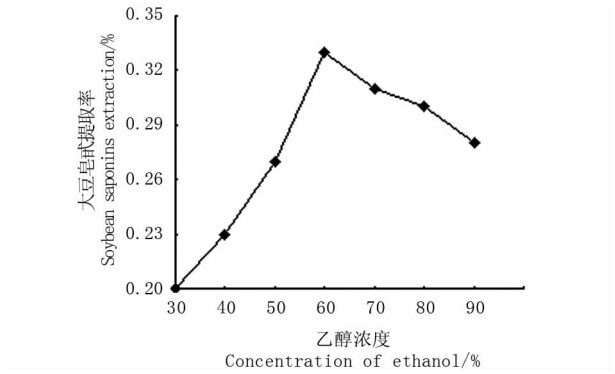


图1 乙醇浓度对大豆皂甙提取率的影响  
Fig.1 Effect of concentration of ethanol on extraction ratio of soybean saponins

2.1.2 不同微波火力对大豆皂甙提取率的影响 以 60% 乙醇为提取溶剂,在液料比为 1:20 (g:mL) 条件下,分别于低火、解冻、中火、中高火、高火的微波火力下处理 2 min。如图 2 所示,随着微波火力的增加,大豆皂甙提取率呈先上升再下降的趋势,当

微波火力为中高火时,大豆皂甙提取率达到最大值,当微波火力再增加时,提取率开始下降,原因可能是随着微波火力的增大,部分皂甙分解。故最佳微波火力为中高火。

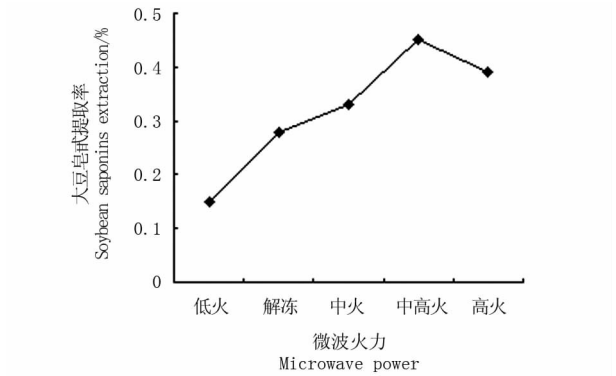


图2 微波火力对大豆皂甙提取率的影响  
Fig.2 Effect of microwave power on extraction ratio of soybean saponins

2.1.3 不同微波时间对大豆皂甙提取率的影响 采用 60% 乙醇为提取溶剂,料液比为 1:20 (g:mL),在微波火力为中火的条件下分别处理 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 min。如图 3 所示,随着微波处理时间的延长,大豆皂甙的提取率逐渐上升,微波处理时间为 2 min 时达到最高值,之后逐渐下降,原因可能是长时间高温的微波处理使豆粕中的大豆蛋白变性,影响了大豆皂甙的溶出。故最佳微波时间为 2 min。

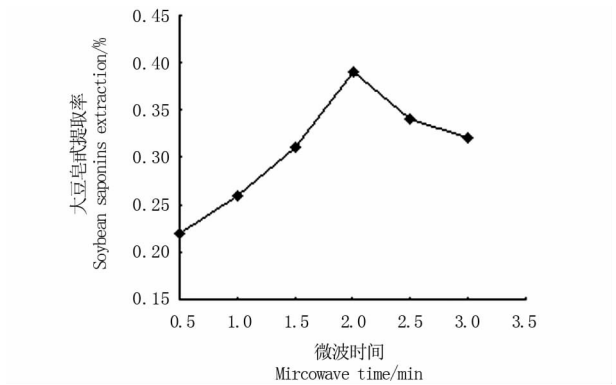


图3 微波时间对大豆皂甙提取率的影响  
Fig.3 Effect of the concentration of ethanol on the extraction of ratio soybean saponins

2.1.4 不同料液比对大豆皂甙提取率的影响 采用 60% 乙醇为提取溶剂,料液比分别为 1:5、1:10、1:15、1:20、1:25、1:30、1:35 (g:mL),在微波火力为中火的条件下微波处理 2 min。如图 4 所示,随着溶剂用量的增加,大豆皂甙提取率逐渐上升,在料液比 1:20 (g:mL) 时达到最高,当溶剂用量再增加时提取率降低。故最佳料液比为 1:20 (g:mL)。

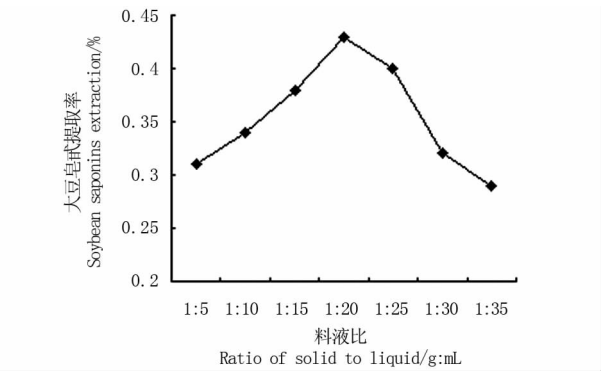


图4 料液比对大豆皂甙提取率的影响  
Fig.4 Effect of ratio of solid to liquid on extraction ratio of soybean saponins

2.2 正交试验

在单因素试验基础上,以微波功率、乙醇浓度、料液比和微波时间为考察因素,进行正交试验确定最优条件。正交试验因素水平表见表1,结果见表2。

表1 正交试验因素水平表  
Table 1 Factors and levels of orthogonal test

水平 Levels	因素 Factors			
	A 乙醇浓度 Concentration of ethanol/%	B 微波火力 Microwave power	C 微波时间 Microwave time/min	D 料液比 Ratio of solid to liquid/g : mL
1	50	中火	1.5	1:15
2	60	中高火	2.0	1:20
3	70	高火	2.5	1:25

表2 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>) 正交试验结果  
Table 2 Results of orthogonal test

试验号 Experiment number	因素 Factors				大豆皂甙提取率 Soybean saponins extraction/%
	A 乙醇浓度 Concentration of ethanol	B 微波火力 Microwave power	C 微波时间 Microwave time	D 料液比 Ratio of solid to liquid/g : mL	
1	1	1	1	1	0.424
2	1	2	2	2	0.329
3	1	3	3	3	0.501
4	2	1	2	3	0.365
5	2	2	3	1	0.634
6	2	3	1	2	0.474
7	3	1	3	2	0.488
8	3	2	1	3	0.551
9	3	3	2	1	0.267
K <sub>1</sub>	1.254	1.277	1.449	1.325	
K <sub>2</sub>	1.473	1.514	0.961	1.291	
K <sub>3</sub>	1.306	1.242	1.623	1.417	
k <sub>1</sub>	0.418	0.425	0.483	0.442	
k <sub>2</sub>	0.491	0.505	0.320	0.430	
k <sub>3</sub>	0.435	0.414	0.541	0.472	
R	0.073	0.091	0.221	0.042	

由表2 结果可知,影响大豆皂甙提取率的因素主次顺序是:微波时间(C) > 微波火力(B) > 乙醇浓度(A) > 料液比(D),优化组合为A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>C<sub>3</sub>D<sub>3</sub>,即大豆皂甙的最佳提取条件为:微波火力为中高火,提取时间为2.5 min,乙醇浓度为60%,料液比为1:25(g : mL)。为验证所优化提取工艺的可靠性和重复性,在豆粕中大豆皂甙的最佳提取条件下,进行验证性实验,得出大豆皂甙提取率为0.640%。结果表明该工艺稳定可行。

3 结 论

以低温豆粕为原料,采用微波法对大豆皂甙进行提取,通过单因素试验和正交试验得出:各因素对大豆皂甙提取率的影响主次顺序为:微波时间 > 微波火力 > 乙醇浓度 > 料液比。最佳提取条件为:微波火力中高火,提取时间2.5 min,乙醇浓度60%,料液比1:25(g : mL),此条件下大豆皂甙提取率为0.640%。此法的提取率比传统的方法较高,提取时间也大大缩短,适合工业化生产。

参考文献

[1] 王立刚,刘功权,余顺秀.大豆皂甙[J].大豆通报,2004(3):

34-36. (Wang L G, Liu G Q, Yu S X. Soybean saponins[J]. Soybean Bulletin, 2004(3):34-36.)

[2] 王储炎,艾启俊,阚建全,等.大豆皂苷的研究进展[J].粮食与食品工业,2005,12(6):31-34. (Wang C Y, Ai Q J, Kan J Q, et al. Research and development of soyasaponins[J]. Cereal and Food Industry, 2005, 12(6):31-34.)

[3] 刘素杰,关乃朋,闫海滨.大豆粕的营养价值及其品质评定[J].现代畜牧兽医,2009,10(2):30-32. (Liu S J, Guan N P, Yan H B. Nutritional and sensory evaluation of soybean meal[J]. Modern Journal of Animal Husbandry and Veterinary Medicine, 2009, 10(26):30-32.)

[4] 陈猛,袁东星,许鹏翔.微波萃取法研究进展[J].分析测试学报,2009,18(2):82-85. (Chen M, Yuan D X, Xu P X. Research progress on microwave extraction[J]. Journal of Instrumental Analysis, 2009, 18(2):82-85.)

[5] 李扬,赵树法,李婷,等.微波萃取技术在食品工业中的应用[J].中国酿造,2006(9):5-8. (Li Y, Zhao S F, Li T, et al. The application of microwave-assisted extraction technique in food industry[J]. China Brewing, 2006(9):5-8.)

[6] 腾燕平,张玉梅.分光光度法测定大豆总皂甙含量[J].中国食品卫生杂志,2000,12(4):10-13. (Teng Y P, Zhang Y M. Determination of soybean saponins by the method of spectrophotometry [J]. Chinese Journal of Food Hygiene, 2000, 12(4):10-13.)