

微波提取太和香椿黄酮类物质的研究

杨京霞,张鹏鹏

(阜阳师范学院 生命与食品工程学院抗衰老研究中心,安徽 阜阳 236037)

摘要:为比较微波提取与乙醇提取黄酮类物质的优缺点,优化微波提取黄酮类物质的方法,使用不同浓度的乙醇,提取太和香椿黄酮类成分,考察影响微波萃取的各个因素,研究不同提取温度、微波频率、萃取溶剂(椰子油脂肪酸二乙醇酰胺,别名尼纳尔)、样品基质等对太和香椿中黄酮类成分含量的影响,确定最佳萃取方案。结果表明:乙醇提取的最佳条件为乙醇体积分数为80%,沉淀10 h;微波提取0.8%质量分数尼纳尔溶液为萃取液,在微波功率为360 W时,微波提取8 min,得到提取液中黄酮类物质浓度最大。微波提取黄酮类物质相比于有机溶剂提取具有提取率高、产品纯度高、能耗小、操作费用少等优点。

关键词:黄酮类物质;香椿;微波提取

中图分类号:R932 文献标识码:A 文章编号:1002-2767(2015)12-0127-03 DOI:10.11942/j.issn1002-2767.2015.12.0127

香椿(*Toona sinensis*)为楝科香椿属多年生落叶乔木,是一种药食兼用的植物资源,其叶含有丰富的黄酮类化合物^[1],近代中医多用其果荚、树皮、根皮入药,驱风祛湿,收敛止血,抗菌止痛等功效。香椿中含有大量的黄酮类化合物,该化合物是广泛存在于植物界的一大类多酚类化合物,多以甙类形式存在^[2]。具有抗氧化、抗肿瘤、保护心血管、抗突变、调节机体免疫功能,改善皮肤过敏症状及过敏性哮喘等多种生物学作用。目前对于香椿中黄酮类物质的提取方法繁杂多样,且存在成本高,产品纯度杂质量大等不足之处。已有文献报道,微波萃取可以提高黄酮的提取率^[3]。本

试验在此基础上,拟通过多种方法的比较探索找到一种提取率高、产品纯度高、能耗小的提取方法。

1 材料与方法

1.1 材料

供试材料为太和香椿;供试试剂及仪器有尼纳尔溶液(椰子油脂肪酸二乙醇酰胺),乙酸乙酯,甲酸,紫外分光光度仪、药物粉碎机、高速冷冻离心机、超低温冰箱、干烤箱、水纯化系统、超声波清洗器等。

1.2 方法

1.2.1 乙醇提取条件优化 首先将水提液浓缩到1 g香椿粉至10 mL左右水提液,将其分别用40%、50%、60%、70%、80%和90%梯度乙醇沉淀2、4、6、8、10、15 h时间梯度,其后过滤,杂质烘干、称量,用20%乙醇溶解后进行黄酮薄层层析定性分析^[4](乙酸乙酯:甲酸:水=13:1:1作为展开剂,2%三氯化铝无水乙醇溶液作为显色剂)。

收稿日期:2015-09-29

基金项目:安徽省高等学校省级质量工程资助项目(FS201310371099)

第一作者简介:杨京霞(1982-),女,山东省烟台市人,硕士,讲师,从事中草药及活性研究。E-mail: yangjingxia1228@126.com。

Optimization of Enzymatic Extraction of Protein from Grape Seeds by Bromelain

ZHAO Yi-hong, ZUO Yin-hu

(Changzhou Vocational Institute of Engineering, Changzhou, Jiangsu 213164)

Abstract: Bromelain extraction was used for protein production from grape seeds as a byproduct of grape wine making. The orthogonal tests were used to find the most suitable process for enzyme. The results showed that the parameters had different effect on protein extraction, and the order was pH>temperature>enzyme concentration>time, the best parameters was 0.20 g·mL⁻¹, extraction temperature 45℃, extraction time 70 min and pH 7.5. Under the optimal values and 1:30 solid-liquid ratio, obtained protein yield was 93.6%.

Keywords: grape seed protein;bromelain;extraction

1.2.2 微波萃取条件优化 将太和香椿包括茎和叶用中药粉碎机粉碎成粉末状,约2 min,每份2 g分别加入水40 mL,在90℃的温度预煮10 min后依次加入质量分数为0、0.2%、0.4%、0.6%、0.8%、1.0%尼纳尔溶液60 mL,微波辅助萃取不同时间梯度,不同功率,不同提取次数等条件下萃取,其后过滤,定容,于415 nm处测定吸光度^[5]。

2 结果与分析

2.1 乙醇提取条件优化结果

由表1可以看出,由于不同体积分数乙醇溶液提取黄酮的纯度也不同。40%的乙醇进行醇沉后杂质质量最低,体积分数为80%乙醇溶液醇沉后杂质含量最高,其后醇沉后杂质质量下降,说明随着乙醇体积分数的增加,杂质被沉下的量也在递增,80%为醇沉的最佳条件。

表1 不同体积分数乙醇溶液对总黄酮纯度的影响

Table 1 Effect of different volume ethanol solution on flavonoids purity

乙醇浓度/%						
Ethanol concentration	40	50	60	70	80	90
杂质质量/g	0.1026	0.1266	0.1424	0.1627	0.1783	0.1706
Quality of impurities						

由表2可以看出,以80%的乙醇作为醇沉所用试剂,分别对前期水浸提所得的黄酮进行醇沉2、4、6、8、10、15 h,醇沉时间为10 h时,吸光值最大,所得黄酮的杂质质量最少。

表4 微波时间及功率对吸光值的影响

Table 4 Effect of microwave time and power on the absorbance value

时间/min	Time	4	6	8	10	12	功率/W	180	360	540	720	
吸光度	Absorbance value	0.244	0.248	0.293	0.269	0.274	吸光度	Absorbance value	0.280	0.250	0.209	爆沸

由表5可以看出,随着提取次数的增多,吸光值也不断增大,当提取次数达到5次时,吸光值达

表5 提取次数对吸光值的影响

Table 5 Effect of extraction times on the absorbance value

提取次数	Extraction times	1	2	3	4	5
吸光度	Absorbance value	0.260	0.419	0.540	0.580	0.625

表2 乙醇不同沉淀时间对吸光值的影响(n=5)

Table 2 Effect of ethanol precipitation time on the absorbance value

沉淀时间/h Precipitation time	2	4	6	8	10	15
吸光度 Absorbance value	0.271	0.279	0.243	0.283	0.297	0.275

2.2 微波萃取条件优化

由表3可以明显看出,随着尼纳尔溶液浓度不断增大,吸光值也不断增大,当尼纳尔溶液质量分数达到0.8%时,吸光值达到最大值,继续增加尼纳尔溶液质量分数,吸光值反而有所下降。由此可知,尼纳尔溶液质量分数过高或过低都达不到最佳提取效果,尼纳尔溶液质量分数在0.8%时,吸光度值最大。故试验选择质量分数为0.8%尼纳尔溶液作为提取香椿叶中总黄酮的最佳质量分数。

表3 不同质量分数尼纳尔溶液对吸光值的影响

Table 3 Effect of Ninaer with different mass fraction on the absorbance value of the solution

尼纳尔质量分数/% Mass fraction of Ninaer	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
吸光度 Absorbance value	0.170	0.183	0.199	0.220	0.265	0.231

由表4数据可以看出,最适条件为0.8%质量分数尼纳尔溶液为萃取液,在微波功率为360 W时,微波萃取8 min,得到萃取液中黄酮类物质浓度最大。

3 结论与讨论

微波萃取是利用微波来提高萃取率的一种最新发展起来的工艺技术,具有设备简单、选择性高,重现性好、提取时间短、易挥发性成分的提取

得率高等优点,这是微波特殊的工作原理所致^[6]。随着技术的不断完善,微波萃取已广泛应用于中草药的有效成分萃取分离。本试验进行了微波萃取方面的条件研究,努力优化微波萃取这一具有萃取率高、产品纯度高、能耗小、操作费用少等优点的新型方法。并尽可能地取代传统的有机溶剂萃取,以克服该方法在提取过程中时间长、用量大、易残留且杂质多,纯化浓缩较为繁琐等缺点^[7-8],使黄酮类物质的提取更加简单有效。

本试验采用控制变量法确定了水提的最佳条件为料液比1:25,微沸3 h,提取3次;醇沉的最佳条件为乙醇体积分数为80%,沉淀10 h;微波萃取0.8%质量分数尼纳尔溶液为萃取液,在微波功率为360 W时,微波萃取8 min,得到萃取液中黄酮类物质浓度最大。试验确定了乙醇提取及微波萃取黄酮类物质的最佳条件。通过对试验结果的分析,选择最佳的提取溶剂,优化提取工艺,达到了本试验的最优条件。经比较,加入表面活

性剂尼纳尔后微波萃取黄酮类物质相比于有机溶剂提取具有萃取率高、产品纯度高、能耗小、操作费用少等优点。

参考文献:

- [1] 刘忠良.香椿的研究概况[J].基层中药杂志,2001,16(4):57-58.
- [2] 陈铁山,罗忠萍,崔宏安,等.香椿化学成分的初步研究[J].陕西林业科学,2000(2):1-2,20.
- [3] 赵二劳,范建凤,张小燕.表面活性剂-尼纳尔增效微波提取沙棘叶黄酮的研究[J].日用化学工业,2009,39(1):36-40.
- [4] 杨喜花,陈敏,朱蕾,等.超声循环提取沙棘叶中总黄酮的研究[J].农业机械学报,2006,37(3):166-168.
- [5] 王昌禄,高蕾,刘常金,等.不同产地香椿籽风味物质提取及成分分析[J].食品与机械,2007,23(2):83-85.
- [6] 曹洪斌,申明金,陈莲惠.微波萃取在中药提取中的应用[J].广州化学,2013(1):72-76.
- [7] 唐志华.微波萃取法提取豆渣中大豆异黄酮工艺研究[J].陕西理工学院学报:自然科学版,2013(2):71-74.
- [8] 邓丽芳.微波萃取技术在提取黄酮类化合物中的应用[J].西安文理学院学报:自然科学版,2013(4):16-21.

Microwave Extraction of Flavonoids from Taihe Toon

YANG Jing-xia, ZHANG Peng-peng

(Fuyang Teachers College of Life and Food Engineering, Anti-aging Research Center, Fuyang, Anhui 236037)

Abstract: In order to compare the advantages and disadvantages of microwave extraction and ethanol extraction of flavonoids, optimization of microwave extraction of flavonoids. Different concentrations of ethanol were used to extract Taihe toon flavonoids. The impact of various factors of microwave extraction was investigated, the effect of different extraction temperature, microwave frequency, the extraction solvent (coconut oil fatty acid di-ethanol Thalidomide, Ninaer), the sample matrix and other ingredients of flavonoids in Taihe toon were studied, and the most good extraction program was determined. The results showed that the optimal conditions for the extraction of ethanol was ethanol volume fraction of 80%, precipitation 10 h; microwave extraction 0.8% mass fraction Nina Er solution to extract, in the microwave power of 360 W, microwave extraction for 8 min, then an extract the maximum concentration of flavonoids was obtained. The microwave extraction of flavonoids had a high extraction rate, high product purity, low energy consumption, low operating cost advantages compared with organic solvent extraction.

Keywords: flavonoids; *Toona sinensis*; microwave extraction

欢迎加盟理事会、协办单位