

苦荞麦麦心粉中黄酮的提取工艺条件研究

肖诗明, 张 忠, 李 勇, 曾继光

(西昌学院 四川西昌 615013)

摘 要 :采用乙醇溶液浸提、水溶液浸提、乙醇抽提三种方法提取苦荞麦麦心粉中的黄酮类化合物。结果表明 :乙醇溶液浸提的最佳提取工艺条件是 :A2B3C2D2, 即用 10 倍 95%乙醇在 60℃—65℃下浸提 4h; 水浸提的最佳工艺条件是 :A3B3C3即用 20 倍水量再 70℃—75℃下浸提 6h; 乙醇溶液抽提的最佳工艺条件是 :95%的乙醇回流抽提 10h。

关 键 词 :苦荞麦 ;心粉 ;黄酮类化合物 ;提取工艺

中图分类号 :O622

文献标识码 :B

文章编号 :1008-4169(2004)03-0049-03

黄酮类化合物是存在于自然界的一大类化合物,在食品和医药工业上有广泛的应用。作为一种功能成分,具有增强心血管功能、抗肿瘤、增强免疫力、延缓衰老以及治疗慢性前列腺炎等作用^[1]。在国外,近年来对黄酮类化合物的研究开发虽然十分活跃,但在国内保健食品生产中开发较多的只有银杏黄酮、山楂黄酮、茶叶黄酮等^[2]。为了进一步提高黄酮的质量,降低产品的成本,有必要寻求更多种原料。

苦荞麦为蓼科,主产于大凉山的海拔 2000 米以上的山区,苦荞麦籽粒、根、茎、叶及花都含有黄酮类物质,其主要成分为芦丁,芦丁含量占总黄酮的 70%—90%^[3,4]。经调查研究,再结合凉山实际,本课题选用凉山丰富的苦荞麦麦心粉作为黄酮类化合物的提取原料,可望寻找到提取黄酮类化合物更有效的途径,同时可望能为苦荞麦麦心粉的开发利用寻找到新的途径。

1 材料与仪器

1.1 材料 :苦荞麦麦心粉,由西昌市航飞苦荞麦开发中心提供。

1.2 标样和试剂

芦丁 :生化试剂,供含量测定使用,标号为 0080—9705,中国药品生物制品检定所;无水乙醇

(分析纯),Al(NO₃)₃、NaOH、NaNO₂均为分析纯

1.3 仪器

721 分光光度计,电热恒温水浴锅,索氏抽提器

2 试验方法

2.1 标准液配制和标准曲线

准确称取芦丁标准试剂 0.152g,用 30%乙醇溶解定容至 500ml,分别取上述芦丁标准溶液 1ml,2ml,4ml,6ml,8ml 于 5 只 25ml 容量瓶中,用 30%乙醇补充至 12.5ml,加入 5%NaNO₂溶液 0.7ml,摇匀,放置 5min 后加入 10%Al(NO₃)₃溶液 0.7ml,6min 后加入 40%NaOH 溶液 5.0ml,用 30%乙醇定容,摇匀,10min 后于 500nm 处测定吸光度 A,试剂空白参比。用最小二乘法作线性回归,得芦丁含量 Y(g/L)与吸光度 A 间的回归方程为 :

$$Y=0.1109A-0.0048 \quad (r=0.9958)$$

经 F 测验 (F=354.918) 和 t 测验 (t=18.8386),相关关系达极显著水平。

2.2 乙醇浸提试验

选择浸提温度、乙醇浓度、浸提时间、乙醇用量四个因素,采用 L₃(3⁴)正交设计,因素和水平见表 1,试验安排见表 3。将乙醇浸提液过滤,用 30%乙醇定容至 250ml,取滤液的 1/20(12.5ml)放入 50ml 容量瓶中,用 30%乙醇定容,摇匀,待测定。

表 1 乙醇浸提的因素及水平

水 平	A	B	C	D
	浸提温度(℃)	乙醇浓度(%)	浸提时间(h)	乙醇用量
1	50—55	60	2	5 倍
2	60—65	75	4	10 倍
3	70—75	95	6	20 倍

收稿日期 :2004-07-21

作者简介 :肖诗明(1967—)男,食品科学系副教授,主要从事食品科学工程的教学与研究。

2.3 水浸提试验

选择浸提温度、浸提时间、用水量三个因素,采用 $L_3(3^3)$ 正交设计,因素和水平见表2,试验安排见表4。将水浸提液过滤,用30%乙醇定容至250ml,取滤液的1/20(12.5ml)放入50ml容量瓶中,用30%乙醇定容,摇匀,待测定。

表2 水浸提的因素及水平

水 平	A	B	C
	浸提温度(°C)	浸提时间(h)	用水量(倍)
1	50—55	2	5
2	60—65	4	10
3	70—75	6	20

2.4 乙醇抽提试验

准确称取2g苦荞麦麦心粉3份,用脱脂滤纸包好,分别放入3个索氏抽提器中,85°C水浴加热,用95%的乙醇分别抽提6h、8h、10h,回收乙醇。将其完全转入250ml容量瓶中,用30%乙醇定容,摇匀,待测定。

2.5 总黄酮的测定方法

取上述定容液5ml于25ml(V)容量瓶中,用30%乙醇补充至12.5ml,加入5%NaNO₂溶液0.7ml,摇匀,放置5min后加入10%Al(NO₃)₃溶液0.7ml,6min后加

入40%NaOH溶液5.0ml,用30%乙醇稀释至刻度。10min后于500nm处测定吸光度A,试剂空白参比。黄酮得率按下式计算:

$$\text{得率}(\%) = Y \times \text{分取倍数} \times V / W \times 100\%$$

其中:乙醇(水)浸提试验的得率为:得率(%) = $Y \times 5 / W \times 100\%$

乙醇抽提试验的得率为:得率(%) = $Y \times 1.25 / W \times 100\%$

式中:W为样品质量(g),Y为样品中黄酮浓度(g/l),V为25ml。

3. 试验结果与分析

3.1 乙醇浸提试验结果

从表3可以看出,各因素对提取效果影响的主次顺序为乙醇浓度>浸提温度>乙醇用量>浸提时间。根据试验结果与分析,最佳条件为A₂B₃C₂D₂,即用10倍95%乙醇在60°C—65°C下浸提4h。本试验中乙醇浓度对黄酮浸提效果的影响,当乙醇浓度的增加,黄酮的得率增加,这与廖亮等的报道相吻合^[5];温度对浸提效果的影响的趋势是随温度升高,浸提的效果越好,但当温度增加到一定时,黄酮的得率反而降低,这可能是由于苦荞麦麦心粉中所含淀粉糊化的缘故。

表3 乙醇浸提正交试验结果及分析

水 平	因 素				Y (g/l)	得率 (%)
	A浸提温度(°C)	B乙醇浓度(%)	C浸提时间(h)	D乙醇用量		
1	1	1	1	1	0.0041	0.2049
2	2	2	3	1	0.0077	0.3818
3	3	3	2	1	0.0850	0.4241
4	1	2	2	2	0.0072	0.3596
5	2	3	1	2	0.0091	0.4546
6	3	1	3	2	0.0057	0.2849
7	1	3	3	3	0.0074	0.3699
8	2	1	2	3	0.0057	0.2848
9	3	2	1	3	0.0072	0.3595
K ₁	0.9344	0.7746	1.0190	1.0108		
K ₂	1.1212	1.1009	1.0685	1.0991		
K ₃	1.0685	1.2486	1.0366	1.0142		
M ₁	0.3115	0.2582	0.3397	0.3369		
M ₂	0.3737	0.3670	0.3562	0.3664		
M ₃	0.3562	0.4162	0.3455	0.3381		
R	0.0622	0.1580	0.0165	0.0295		

3.2 水浸提试验结果

从表4可以看出,水浸提中水的温度对浸提效果影响最大,而用水量的影响最小。根据试验结果,可

见水浸提试验的最佳提取组合为A₃B₃C₃即用20倍水量再70°C—75°C下浸提6h。

表4 水浸提正交试验结果及分析

水 平	因 素			Y (g/l)	得率 (%)
	A浸提温度(°C)	B浸提时间(h)	C用水量		
1	1	1	1	0.0003	0.0149
2	2	2	3	0.0010	0.0499
3	3	3	2	0.0007	0.0348
4	1	2	2	0.0007	0.0348
5	2	3	1	0.0007	0.0349
6	3	1	3	0.0009	0.0449
7	1	3	3	0.0006	0.0300
8	2	1	2	0.0004	0.0199
9	3	2	1	0.0003	0.0149
K ₁	0.0797	0.1594	0.0647		
K ₂	0.1047	0.1992	0.0895		
K ₃	0.1892	0.1994	0.0998		
M ₁	0.0266	0.0531	0.0216		
M ₂	0.0349	0.0664	0.0298		
M ₃	0.0631	0.0665	0.0333		
R	0.0365	0.0134	0.0117		

3.3 乙醇抽提试验结果

在无水乙醇抽提试验中,影响试验结果的是抽提时间,从表5可以看出抽提10h所测得的总黄酮得率最高。

表5 乙醇抽提试验结果

水平	处理时间(h)	Y(g/l)	得率(%)
1	6	0.0005	0.0311
2	8	0.0007	0.0434
3	10	0.0010	0.0621

4. 讨论

4.1 对以上三种方法进行比较,按各种提取方法的最佳工艺进行提取试验,结果见表6。从表6可以看出,乙醇浸提法中的A₂B₃C₂D₂工艺为三种试验方法中的最佳工艺,按此法浸提后,黄酮的得率远高于其他方法。

表6 不同提取方法黄酮得率的比较

方法	最佳组合	得率(%)
乙醇浸提法	A ₂ B ₃ C ₂ D ₂	0.4825
水浸提法	A ₃ B ₃ C ₃	0.0517
乙醇抽提法	10h	0.0644

4.2 本试验采用乙醇浸提的方法提取苦荞麦麦心粉中的黄酮的得率一般较采用水浸提和回流抽提的方法好,可见乙醇浸提法简单易行,溶剂可回收利用,是一种有效的提取方法;

4.3 采用苦荞麦麦心粉提取黄酮物质,本试验中的几种提取方法的得率与郑公铭等采用黄荆籽提取总黄酮^[6],毛莉娟等采用苦丁茶提取黄酮^[7]等的报道相比较,其得率偏低;由此,苦荞麦麦心粉作为提取黄酮物质的原料是不佳的,苦荞麦麦心粉最好用于食品开发。

参考文献:

- [1]蓝航莲,孙树侠.柑橘类黄酮的生理活性研究进展.中国食物与营养,2003,2:44—46
- [2]董文斌,徐颖,孙建,张建华.花生壳中黄酮类的提取工艺条件的研究.食品工业,2003,1:45—46
- [3]王宪楷.天然药物化学.北京:人民出版社.1986,275—276
- [4]唐宇等.荞麦中总黄酮和芦丁含量的变化.植物生理学通报.1989,1:33—35
- [5]廖亮.银杏叶中总黄酮提取方法研究.食品科学,1994,8:40—42
- [6]郑公铭,罗宗铭.黄荆籽抗氧化作用研究.食品科学,1999,3:21—23
- [7]毛莉娟等.苦丁茶中黄酮的提取工艺.食品科技,2002,11:18—19

(下转60页)

参考文献：

〔1〕张厚义等主编.《中国私营经济发展报告(2000)》,社会科学出版社2002年1月版。

〔2〕刚夫编.《家族经营成功启示录》,工商出版社2002年1月

版。

〔3〕张玉利等主编.《小企业成长的管理障碍》,天津大学出版社2001年12月版。

Frustrations Faced by Private Enterprises in Minority Regions and Their Solutions

Ma San-shan

(School of Politics and Law, Jishou College, Jishou, Hunan 416000)

Abstract : Accelerating the development of private enterprises is significant to stimulate the economic development of China's minority regions. Though private enterprises in these regions boomed in recent years, problems exist and these enterprises have met with numerous obstacles. Only after these problems were solved and obstacles surmounted could private enterprises in minority regions obtain real success.

Key Words : Minority Regions ; Private Enterprise ; Development

(上接 51 页)

A Study of the Extraction Conditions of Flavonoids from Center Powder of Tartary Buckwheat

Xiao shi-ming, Zhang zhong, Li yong, Zeng ji-guang

(Xichang College, Xichang, Sichuan 615013)

Abstracts : Three approaches were used to extract Flavonoids from the center powder of Tartary Buckwheat. The results have shown that 60-65°C, 10:1 of 95% ethanol extraction 4h, 70-75°C, 20:1 of water extraction 6h and 95% ethanol buck-flow extraction 10h are all the optimum primary conditions.

Key words : Tartary Buckwheat ; Center Powder ; Flavonoids ; Extraction conditions