

超声波辅助不同提取条件 对苦荞茶中芦丁提取量的影响

关秀杰

(辽宁农业职业技术学院 辽宁 营口 115009)

摘要:以苦荞茶为原料,以乙醇溶液为萃取剂,利用超声波辅助萃取芦丁,研究提取芦丁的最佳条件。结果表明:固液比为1:10,在70℃下提取45 min,乙醇体积数为70%。在同样提取条件下,超声辅助提取的效果优于蒸馏提取,热水浸泡芦丁含量最小,磨碎的芦丁提取量大于不磨碎的芦丁提取量。

关键词:苦荞茶;芦丁;超声波;提取

中图分类号:S 517 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2011)14-0045-03

苦荞是双子叶蓼科荞麦属植物,具有健胃顺气、降血脂、降血压等作用,被当今营养学界誉为“五谷之王”,分为普通苦荞和黑苦荞^[1]。中医学上普遍认为,苦荞麦具有清热降火、消食化滞、凉血消肿等保健作用^[2]。苦荞麦中含有一种特殊的类黄酮物质-芦丁,该物质能维持血管壁的正常透性与脆性,软化血管,有促进伤口愈合、消炎、抗过敏、止咳、平喘、降血脂的作用。苦荞麦中还有一种疗效成分-VE,它具有较强的抗氧化作用,可抑制和消除人体内过剩的自由基,活化巨噬细胞,消除皮肤的色素沉积,增强人体免疫机能,减轻抗癌药物的副作用。苦荞麦中的膳食纤维能促进有毒物质的排泄,降低血清的总胆固醇及LDL胆固醇的含量。苦荞麦中的活性元素硒在人体内可与金属结合形成一种不稳定的“金属-硒-蛋白”复合物,有助于体内有毒物质的排除^[3]。这些有效成分对预防和调理心脑血管疾病,激活胰岛素,预防糖尿病及其并发症,预防和调理消化系统疾病等方面有着神奇的作用。日本、韩国、美国、加拿大等国竞相抢购苦荞制品。

苦荞茶以苦荞为原料,经过破碎、筛分、焙炒、冷却、装袋、包装等工序而生产出来的浓香型泡茶。通过饮食,可以获取其中的活性成分,有益身体健康,因而对苦荞茶的活性成分研究具有十分重要的意义。现以苦荞茶为原料,以乙醇溶液为萃取剂,利用超声波辅助萃取其中的芦丁,为芦丁的提取和苦荞食品的加工提供参考。

1 材料与方法

1.1 试验材料

黑苦荞茶,产地凉山,包装500 g。药品:芦丁标准品:UV≥98%,金测分析技术(天津)有限公司,无水乙醇、亚硝酸钠、硝酸铝、氢氧化钠均为分析纯。

1.2 试验方法

1.2.1 标准曲线的制作 ①准确称取一定量芦丁标准品,用30%(v/v)乙醇溶解,并定量转入50 mL容量瓶中,用30%乙醇定容,摇匀得标准溶液,浓度为0.1 mg/mL;②分别取芦丁标准溶液0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL于6个10 mL容量瓶中,分别加入5%NaNO₂溶液0.3 mL,摇匀,放置6 min;③分别加10%Al(NO₃)₃溶液0.3 mL,摇匀,放置6 min;④再分别加4%NaOH溶液4 mL,用30%乙醇定容至10 mL,摇匀,静置15 min后,分别在510 nm波长处测定吸光度(蒸馏水作空白)。

1.2.2 苦荞茶芦丁的提取及含量测定 苦荞干燥粉碎,过20目筛。准确称取20 g苦荞粉,加入不同体积分数的乙醇溶液,在不同条件下提取,超声波辅助萃取,取滤液5 mL,加入5%NaNO₂溶液0.3 mL,摇匀,放置6 min,加10%Al(NO₃)₃溶液0.3 mL,摇匀,放置6 min,再加4%NaOH溶液4 mL,用30%乙醇定容至10 mL,摇匀,静置15 min后,分别在510 nm波长处测定吸光度(蒸馏水作空白)。由对应的吸光度标准曲线查出相应浓度,并计算提取液样品芦丁含量。

2 结果与分析

2.1 芦丁溶液的标准曲线

采用二元线性回归法得到以吸光度(X)对芦丁浓度(Y)之间的回归方程: $Y=2.137X+0.042$, $R^2=0.9967$ 。

作者简介:关秀杰(1976),女,硕士,讲师,研究方向为食品分析。

E-mail: xjgpub@yahoo.com.cn

收稿日期: 2011-04-28

表 1 芦丁标准溶液浓度吸光度值

芦丁浓度(Y) /mg·mL ⁻¹	0	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05
吸光度(X) A	0	0.270	0.516	0.687	0.906	1.080

2.2 不同提取条件下苦荞茶中芦丁含量

2.2.1 乙醇体积分数对苦荞茶中芦丁含量的影响

称取 2 g 苦荞粉末,加入 0%、30%、50%和 70%的乙醇溶液 200 mL,于 50℃超声提取 15 min,取滤液 5 mL 测定芦丁的含量(表 2)。从表 2 可看出,以 70%的乙醇溶液提取芦丁含量比较高。

表 2 不同乙醇体积分数芦丁的提取量

乙醇体积分数/%	30	50	70	水
芦丁提取量/ mg·g ⁻¹	4.1553	4.2343	4.930	4.1321

2.2.2 提取时间对苦荞茶中芦丁含量的影响 以固液比为 1:10,提取温度为 50℃,以 70%乙醇溶液为提取剂,超声波辅助分别提取 15、30、45、60 min,结果见表 3。在同样温度、相同固液比的条件下,浸提时间不同,浸提效果也不同,随着时间的延长,苦荞提取液中芦丁含量越大,但提取 1 h 以后,时间的延长对提取效果的影响相对较小,这可能是浸提液中芦丁物质的生物活性受到破坏,有效成分不再溶解,同时杂质溶出量也随之增多。因此,为节省时间与能源,在实际操作中,提取时间不宜超过 1 h。

表 3 不同提取时间芦丁的提取量

时间/min	15	30	45	60
芦丁提取量/ mg·g ⁻¹	5.032	5.147	5.326	5.372

2.2.3 温度对苦荞茶中芦丁含量的影响 以固液比为 1:10,70%乙醇溶液为提取剂,分别在 30、50、70 和 90℃下超声波辅助提取 15 min(表 4)。在相同时间、相同固液比的条件下,随着温度的升高,苦荞提取液中芦丁含量越大。这是由于温度的升高,加快了分子的扩散能力的缘故。但有研究表明,芦丁的有效成分在高温下易受到破坏,活性成分降低,在高于 90℃浸提时,同时溶出大量蛋白质、糖类水溶性杂质,它们可能将芦丁“包裹”起来,从而减缓了芦丁的水解,而且还增加了后续提纯工艺的难度^[4]。因此,在实际生产过程中,选取浸提温度不宜超过 90℃。

表 4 不同提取温度芦丁的提取量

温度/℃	30	50	70	90
芦丁提取量/ mg·g ⁻¹	4.856	5.057	5.238	5.257

2.2.4 固液比对浸提效果的影响 超声波辅助条件下,在 50℃,以 1:4、1:6、1:8、1:10 和 1:12 的固液比分别提取 15 min(表 5)。在同样温度、相同浸提时间下,

随着固液比的增大,浸提效果呈上升趋势。固液比是提取过程中的一个重要因素,从传质速率角度讲,主要表现影响固相和液相主体之间的浓度差,即传质推动力。固液比小,提取过程中液相浓度增加快,两相间的浓度差减少加快,从而使传质推动力衰减加快。其次,固液比的大小会影响两相的混合情况,尤其在搅拌不充分的情况下,将改变传质系数,而影响传质速率。固液比的提高必然会较大程度上提高传质推动力,但也提高了生产成本及后处理难度。固液比为 1:10 效果较好,扩大固液比,对浸提效果影响不大,为节约能源,减少投入,固液比以不超过 1:10 为宜。

表 5 不同固液比芦丁的提取量

固液比	1:4	1:6	1:8	1:10	1:12
芦丁提取量/ mg·g ⁻¹	4.387	4.741	4.905	5.083	5.092

表 6 正交实验设计

水平	提取时间/h	温度/℃	固液比/g·mL ⁻¹	乙醇体积/%
	A	B	C	D
1	15	30	1:8	30%
2	30	50	1:10	50%
3	45	70	1:12	

表 7 正交实验结果

试验号	因素				芦丁平均提取量
	A	B	C	D	/mg·g ⁻¹
1	1	1	1	1	3.876
2	1	2	2	2	4.712
3	1	3	3	3	5.042
4	2	1	2	3	5.157
5	2	2	3	1	5.032
6	2	3	1	2	4.988
7	3	1	3	2	5.238
8	3	2	1	3	5.183
9	3	3	2	1	5.477
K1	13.63	14.27	14.05	14.39	
K2	15.18	14.93	15.35	14.94	
K3	15.90	15.51	15.31	15.38	
k1	4.54	4.76	4.68	4.80	
k2	5.06	4.98	5.12	4.98	
k3	5.30	5.17	5.10	5.13	
R	0.76	0.41	0.44	0.33	

2.2.5 正交实验 根据以上单因素试验结果的初步分析,提取时间、温度、固液比以及乙醇体积分数等因素对浸提效果都有一定的影响,为了确定最佳浸提条件,并能节约能源,减少工作程序,选用 L₉(3⁴)正交实验对上述 4 个因素进行检验。从极差值 R 看,因素影响顺序为 A>C>B>D,即提取时间的影响最大,其次是固液比、温度,乙醇体积影响最小。对表 7 数据进行方差分析,见表 8,其中组合 A₃B₃C₂D₃,即固液比为 1:10,在 70℃温度下提取 45 min,乙醇体积数为 70%,此时芦丁提取率

最大。方差分析结果(表 8)表明, D 因素各水平差异不显著, 说明乙醇体积对芦丁的提取率影响不大; A 因素各水平差异显著, 说明在选定的 3 个提取时间内, 其提取效率差异显著; B 因素的 3 个水平间差异达到极显著, 说明浸提温度对芦丁提取率有显著影响; C 因素间的差异达到极显著, 说明固液比对浸提效果有显著影响。因此, 在试验范围内, 浸提的最佳水平组合应为 A₃B₃C₂D₃, 即固液比为 1∶10, 在 70℃温度下提取 45 min, 乙醇体积数为 70%, 此时芦丁提取率最大。

表 8 方差分析结果						
方差来源	S ²	df	MS	F	F _{0.05}	F _{0.01}
A	0.008	2	0.004	10	4.46	8.65
B	0.08	2	0.04	40	4.46	8.65
C	0.05	2	0.025	25	4.46	8.65
D	0.02	2	0.01	2	4.46	8.65
误差	0.01	8	0.001			
总平方和	0.163	17				

2.2.6 验证试验 为进一步验证最佳工艺条件, 在最佳工艺条件: 固液比为 1∶10, 70℃温度下提取45 min, 乙醇体积数为 70%, 进行验证试验, 结果见表 9。在同样提取条件下, 超声辅助提取的效果优于蒸馏提取, 热水浸泡芦丁含量最小, 磨碎的芦丁提取量大于不磨碎的芦丁提取量。

表 9 最佳工艺条件验证结果		
芦丁提取量/ mg · g ⁻¹	磨碎	不磨碎
超声辅助	5.376	5.217
蒸馏提取	4.998	4.872
热水浸泡	3.271	3.058

3 结论

苦荞中芦丁成分含量相对较少, 且溶出率很低。试验对影响芦丁含量的 4 个因素进行了深入研究, 在选定的因素内对芦丁提取影响最大的因素为提取时间; 提取苦荞中芦丁的最佳试验条件为: 固液比 1∶10, 在 70℃温度下提取 45 min, 乙醇体积数为 70%。

在同样提取条件下, 超声辅助提取的效果优于蒸馏提取, 热水浸泡芦丁含量最小, 磨碎的芦丁提取量大于不磨碎的芦丁提取量。

参考文献

[1] 杨德全, 叶建阳, 刘鸿云, 等. 从苦荞麦中提取芦丁的研究[J]. 延安大学学报(自然科学版), 1997, 16(4): 67-71.
[2] 郭玉蓉, 韩舜愈, 刘鹏, 等. 荞麦黄酮类化合物的提取分离及结构鉴定[J]. 食品科学, 2004(11): 131-134.
[3] 张琪, 刘慧灵, 朱瑞, 等. 苦荞麦中总黄酮和芦丁的含量测定方法的研究[J]. 食品科学, 2003(7): 113-116.
[4] 张宏志, 管正学, 王建立. 荞麦中天然芦丁的提取方法研究[J]. 内蒙古农牧学院学报 1997, 18(2): 26-29.

Different Extraction Conditions on the Extraction of Buckwheat Tea Effects of Rutin by Ultrasonic-assisted

GUAN Xiu-jie
(Liaoning Agricultural Vocation Technical College, Yingkou, Liaoning 115009)

Abstract: The experiment was selected the buckwheat tea as raw materials and ethanol as an extraction agent, the use of ultrasonic assisted extraction of rutin to study the best conditions for extraction of rutin. The results showed that 1∶10 solid to liquid ratio, extraction temperature at 70℃ for 45 min, 70% ethanol a few. In the same extraction conditions, ultrasonic-assisted extraction was better than distillation, hot water immersion rutin in the smallest ground of rutin extraction of rutin greater than non-extraction of ground.

Key words: Buckwheat tea; rutin; ultrasonic

蔬菜叶面肥的选用

- 叶面肥可及时补充蔬菜不同生长阶段对肥料的需求, 只有根据收获对象正确选用, 才能恰到好处。
- 1 瓜果类 包括各种瓜类、西红柿、茄子、辣椒、豆角等。应采用氮、磷、钾混合肥或多元复合肥, 如磷酸二氢钾(0.3~0.5%)、磷酸二铵(2%)等。
 - 2 根茎类 如大葱、大蒜、洋葱、萝卜等, 应以磷、钾肥为主, 可用 0.3%的磷酸二氢钾和 0.2%磷酸二铵混合喷洒。
 - 3 叶菜类 如白菜、甘蓝、菠菜、芹菜、苋菜等。叶面肥以尿素(2%)、硫酸铵(1%)等氮肥为主。叶面肥喷施量, 一般为每 667 m² 每次施用 5 kg, 整个生长期可喷 3~5 次。