

# 超声波辅助提取玉米须黄酮工艺

王丽霞<sup>1</sup>, 刘坤<sup>2</sup>

(1. 河北北方学院 农林科技学院, 河北 张家口 075000; 2. 张家口市食品质量监督检验中心, 河北 张家口 075000)

**摘要:**以玉米须为试材,以乙醇溶液为提取剂,通过单因素和  $L_9(3^4)$  正交实验,分别对乙醇的浓度、料液比、超声温度、超声时间 4 因素进行了优化组合,以总黄酮提取量为评价指标,研究了超声波辅助提取优选玉米须中的黄酮类物质的最佳工艺条件。结果表明:总黄酮类物质的最佳提取工艺为乙醇浓度 40%,料液比 1:40 g/mL,超声温度 60℃,超声时间 5 min,此条件下黄酮提取率为 0.301%。

**关键词:**玉米须;黄酮;超声提取

**中图分类号:**S 513 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2014)06-0137-03

玉米须是我国传统的中药材之一,其含有多种有益成分如皂苷、黄酮类、挥发油、生物碱、有机酸、多聚戊糖等<sup>[1-2]</sup>。美国食品药品监督管理局把用玉米须提取物所制成的药品确认为非处方药<sup>[3]</sup>。现代药理研究表明黄酮类化合物具有抗癌抗肿瘤、抗心脑血管疾病、抗炎镇痛、免疫调节、降血糖、抑菌抗病毒、抗氧化抗衰老、抗辐射等作用<sup>[4-5]</sup>。许钢<sup>[6]</sup>发现玉米须中黄酮类物质的含量可达 2.11%,而玉米粒仅为 0.14%。Snook<sup>[7]</sup>从玉米须中分离出 6 个黄酮类化合物。超声波利用其机械效应、空化效应和热效应,造成植物细胞壁的破坏和溶剂的快速渗透,从而使细胞中的成分迅速溶于溶剂中。因此其具有提取率高、用时短、节省溶剂、保护有效成分等优点<sup>[8]</sup>。该试验采用超声波辅助提取玉米须中的黄酮,以期寻求一条适合工业化连续生产的低成本、低能耗、高效率的玉米须黄酮的工艺路线。

**第一作者简介:**王丽霞(1981-),女,硕士,讲师,研究方向为食品加工技术。E-mail:wanglixia04216@163.com。

**基金项目:**张家口市教育局重点资助项目(1112014C)。

**收稿日期:**2013-11-19

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

供试玉米须由河北北方学院农学系提供。

芦丁对照品(南京替斯艾中中药研究所);乙醇、硝酸铝、氢氧化钠均为分析纯。

供试仪器为超声波清洁器、紫外-可见分光光度仪、离心机、电子秤、比色管。

### 1.2 试验方法

**1.2.1 单因素试验** 最佳乙醇浓度:精密称取玉米须粉末 5 份,每份为 1.00 g,分别加入 10%、20%、30%、40%、50% 的乙醇 100 mL,超声温度 30℃,功率 80 W,提取 20 min,经离心机分离并过滤,量取滤液容积,黄酮含量,筛选最佳的乙醇浓度。最佳料液比:精密称取玉米须粉末 5 份,每份为 1.00 g,分别加入 40% 乙醇,在料液比分别为 1:35、1:40、1:45、1:50、1:55 g/mL,超声温度 30℃,功率 80 W 的条件下,提取 20 min,经离心机分离并过滤,量取滤液容积,计算黄酮含量,筛选最佳的料液比。最佳超声温度:精密称取玉米须粉末 5 份,每份为 1.00 g,分别加入 40 mL 的 40% 乙醇,在超声温度为 30、

## Effect of Temperature on Stored Quality of *Punus salicina* 'Bingcui'

LI De-yan<sup>1,2</sup>

(1. Department of Agriculture, Anshun College, Anshun, Guizhou 561000; 2. Forest College, Guizhou University, Guiyang, Guizhou 550025)

**Abstract:** Taking *Punus salicina* 'Bingcui' as material, the effect of temperature on stored quality of *Punus salicina* 'Bingcui' was studied. The results showed that the cooling storage could put off the decline of the firmness, titratable acid content and vitamin C content in the fruit of *Punus salicina*, and the rise of soluble sugar content and prolong the time of storage. There was better effective in the fruit preservation 1℃ compared to 5℃.

**Key words:** *Punus salicina*; storage; quality; temperature

40、50、60、70℃的条件下,功率为 80 W,提取 20 min,经离心机分离并过滤,量取滤液容积,测定黄酮含量,计算黄酮提取率,筛选出对黄酮提取效果最佳的超声温度。最佳超声时间:精密称取玉米须粉末 5 份,每份为 1.00 g,分别加入 40 mL 的 40%乙醇,在 50℃下,提取 5、10、15、20、25 min,经离心机分离及过滤,量取滤液容积,计算黄酮含量,筛选最佳的超声波时间<sup>[11]</sup>。

1.2.2 正交实验 为全面考察影响玉米须黄酮超声提取的影响因素,在单因素试验结果的基础上,以乙醇浓度、料液比、超声温度、超声时间为 4 因素,选择  $L_9(3^4)$  正交表,正交实验因素与水平见表 1。

表 1 正交实验因素与水平

Table 1 Factor and level of orthogonal test				
水平	A 乙醇浓度 /%	B 料液比 /g·mL <sup>-1</sup>	C 超声温度 /℃	D 超声时间 /min
1	30	1:35	40	5
2	40	1:40	50	10
3	50	1:45	60	15

1.2.3 黄酮含量的测定 准确称取干燥至恒重的芦丁标准品 20.0 mg,少量无水乙醇溶解后,以 50%的乙醇定容于 100 mL 容量瓶中,得浓度为 0.2 mg/mL 的芦丁标准液。精密吸取芦丁标准品溶液 0.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0、12.0、14.0 mL 于 8 支 25 mL 的比色管中,用 50%的乙醇补充到 15 mL,各加入 0.7 mL 的 5%亚硝酸钠溶液,混匀,静置 5 min;然后各加入 0.7 mL 的 10%硝酸铝溶液,混匀,静置 5 min;再加入 5%的氢氧化钠溶液 5.0 mL,混匀,用 50%的乙醇稀释到刻度,反应 15 min 后,以试剂空白为参比,用紫外-可见分光光度法<sup>[9]</sup>在最大吸收波长 510 nm 处测定其吸光度。以芦丁浓度为横坐标,溶液吸光度为纵坐标,绘制芦丁标准曲线,得线性回归方程<sup>[10]</sup>。精密吸取玉米须提取液和对照品溶液,按上述方法显色后在 510 nm 处测其吸光度,代入回归方程计算黄酮含量。

## 2 结果与分析

### 2.1 芦丁标准曲线的绘制

以芦丁为标准溶液,于 510 nm 波长下测定吸光度,以吸光度(y)为纵坐标,芦丁实际浓度(x)为横坐标,绘制标准曲线,建立回归方程为  $y = 8.5484x + 0.0739$ ,  $R^2 = 0.9933$ ,结果见图 1。

### 2.2 单因素试验结果

2.2.1 不同浓度的乙醇溶液对黄酮提取率的影响 由图 2 可知,乙醇浓度在 10%~40%范围内,随着浓度的提高,黄酮的提取率也呈上升趋势。在乙醇浓度大于 40%之后曲线出现下降的趋势,原因可能是较高浓度的乙醇造成杂质较多溶出,影响了黄酮的含量,试验结果表明 40%乙醇提取的黄酮含量最高。

2.2.2 不同的料液比对黄酮提取率的影响 由图 3 可知,在试验设定的料液比中,黄酮的提取率先上升,后下

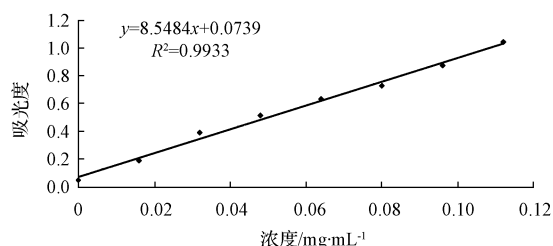


图 1 芦丁标准曲线

Fig. 1 Standard curves of rutin

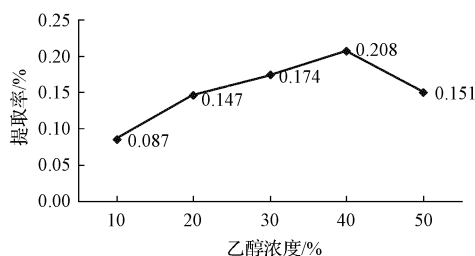


图 2 不同乙醇浓度对黄酮提取率的影响

Fig. 2 Effect of different concentration ethanol on extraction rate of flavonoid

降,然后又有上升趋势。这可能是由于料液比的增加,使物料与溶剂的接触面积增大,使得黄酮类物质更充分的溶解出来。但料液比过大会造成资源的浪费,同时过多杂质的溶出影响产物的纯度,浓缩时需要更多的能量和时间,也可能会阻碍黄酮的溶出,所以确定最佳料液比为 1:40 g/mL。

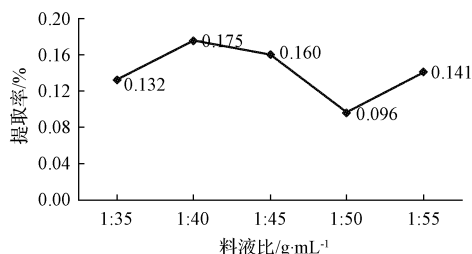


图 3 不同料液比对黄酮提取率的影响

Fig. 3 Effect of different liquid materials on extraction rate of flavonoid

2.2.3 不同超声温度对黄酮提取率的影响 由图 4 可知,随着超声温度的升高,黄酮的提取率也随之增大,当温度达到 50℃时得率达到最大值,之后呈下降趋势,可能是因为过高的超声温度会对玉米须中的黄酮造成一定量的破坏,而温度的升高也会使杂质溶出量增多,影响黄酮测定,故该研究选择提取温度为 50℃。

2.2.4 不同超声时间对黄酮提取率的影响 由图 5 可知,超声时间在 5~25 min 时,黄酮的提取率先升高,后降低,随后又升高又下降,在 10 min 时提取率最高。可能是在 5~10 min 期间,物料与溶剂接触越来越充分,后来随着时间的延长,溶出过多的杂质影响了分离效果。因此该研究选择的提取时间为 10 min。

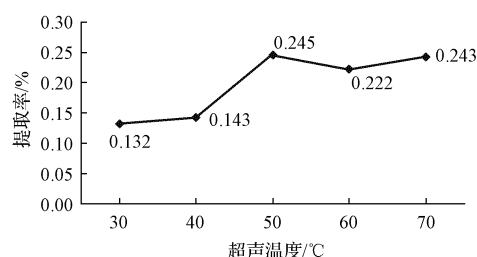


图4 不同超声温度对黄酮提取率的影响

Fig. 4 Effect of different ultrasonic temperature on extraction rate of flavonoid

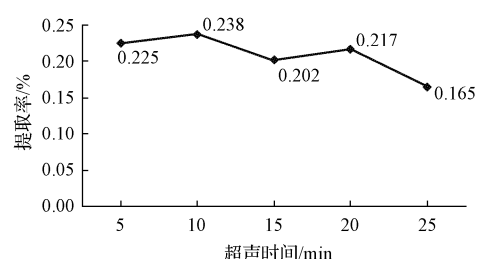


图5 不同超声时间对黄酮提取率的影响

Fig. 5 Effect of different ultrasonic time on extraction rate of flavonoid

表2  $L_9(3^4)$  正交实验结果

Table 2 Results of orthogonal experiment

试验号	A 乙醇浓度 /%	B 料液比 /g · mL <sup>-1</sup>	C 超声温度 /°C	D 超声时间 /min	黄酮提取率 /%
1	1(30)	1(1 : 35)	1(40)	1(5)	0.222
2	1	2(1 : 40)	2(50)	2(10)	0.267
3	1	3(1 : 45)	3(60)	3(15)	0.193
4	2(40)	1	2	3	0.270
5	2	2	3	1	0.301
6	2	3	1	2	0.273
7	3(50)	1	3	2	0.263
8	3	2	1	3	0.225
9	3	3	2	1	0.238
$K_1$	0.227	0.252	0.240	0.254	
$K_2$	0.281	0.264	0.258	0.268	
$K_3$	0.242	0.235	0.252	0.229	
$R$	0.054	0.029	0.018	0.039	

## 2.3 正交实验结果

从表2可以看出,4因素对提取效果的影响大小依次为乙醇浓度>超声时间>料液比>超声温度。因此,提取率直观的最高组合为  $A_2B_2C_3D_1$ 。

## 3 结论

该试验获得的产物为黄酮的粗提物。结果表明,最佳的提取条件为乙醇浓度40%、料液比1:40 g/mL、超声温度60℃、超声时间5 min,此条件下提取的黄酮提取率为0.301%。该试验过程中,同时用常规乙醇提取法提取黄酮类化合物。常规乙醇提取法其提取率为0.201%,超声波辅助提取其提取率提高49.75%。

## 参考文献

- [1] 张育光. 玉米须化学成分、药理作用及其应用研究进展[J]. 中国中医药现代远程教育, 2007, 5(2): 34-35.
- [2] 匡轩, 匡芮, 朱海涛. 玉米须的化学成分及药理保健功能[J]. 中国食物与营养, 2007(4): 46-48.
- [3] Weight control drug products for over-the 2-counter human use, certain active ingredients fed regist[J]. Food and Drug Administration USA, 1991, 56(153): 397792.
- [4] 曹伟国, 刘志勤, 邵云, 等. 黄酮类化合物药理作用的研究进展[J]. 西北植物学报, 2003(12): 2241-2246.
- [5] 国家药典委员会编. 中国药典[S]. 附录 VA. 北京: 化学工业出版社, 2005.
- [6] 许钢. 玉米不同部位提取物抗氧化性能比较[J]. 食品与发酵工业, 2004, 30(4): 88-92.
- [7] Snook M E. New C-4-hydroxy derivatives of may sin and 3'-metalhoxy may sin isolated from silks (Zes mays)[J]. Agric Food Chem, 1995, 43: 2740-2745.
- [8] 胡爱军, 郑捷. 食品工业中的超声提取技术[J]. 食品与机械, 2004(4): 57-60.
- [9] 苏东林, 单杨, 李高阳. 紫外分光光度法测定玉米须中总黄酮的含量[J]. 食品研究与开发, 2007(8): 124-128.
- [10] 任顺成, 丁霄霖. 玉米须黄酮类测定方法的研究[J]. 食品科学, 2004(3): 139-142.
- [11] 黄丹, 严芳, 钟世荣, 等. 超声波辅助水提紫苏活性成分工艺优化研究[J]. 中国食品添加剂, 2010(4): 161-164.

## Extraction Technology on Flavonoids From Corn Silk by Ultrasonic-assisted

WANG Li-xia<sup>1</sup>, LIU Kun<sup>2</sup>

(1. College of Agriculture and Forestry, Hebei North University, Zhangjiakou, Hebei 075000; 2. Supervision Inspection Center of Zhangjiakou Food Quantity Safety, Zhangjiakou, Hebei 075000)

**Abstract:** With corn silk as material, the flavonoid extracted from corn silk was studied by ultrasonic extraction, with the alcohol as extracting agent, the alcohol content, material liquid ratio, ultrasonic temperature and ultrasonic time were optimized by single factors and  $L_9(3^4)$  orthogonal experiment. The flavone was defined as the amount of extraction. The results showed that the optimal extraction process of flavonoid was material liquid ratio 1:40 g/mL, alcohol solvent 40%, ultrasonic temperature 60℃ for 5 min, the rate of extraction was 0.301% under this condition.

**Key words:** corn silk; flavonoids; ultrasonic extraction