

焦岩,常影,余世锋,等.大果沙棘果渣黄酮体外抗氧化活性[J].江苏农业科学,2014,42(9):285-287.

大果沙棘果渣黄酮体外抗氧化活性

焦岩,常影,余世锋,孙晓宏,宋春丽

(齐齐哈尔大学食品与生物工程学院/齐齐哈尔大学/农产品加工黑龙江省普通高校重点实验室,黑龙江齐齐哈尔 161006)

摘要:采用超声波法提取及大孔树脂吸附法分离纯化大果沙棘黄酮,以芸香苷、儿茶素为对照,测定大果沙棘果渣黄酮对羟基自由基($\cdot\text{OH}$)、对超氧阴离子($\text{O}_2^{\cdot-}$)、DPPH \cdot 自由基、ABTS $^+$ 自由基的清除能力。结果表明,分离纯化前后的大果沙棘黄酮对超氧阴离子($\text{O}_2^{\cdot-}$)、羟基自由基($\cdot\text{OH}$)、DPPH \cdot 自由基、ABTS $^+$ 自由基的清除能力都较高,相同浓度下,清除效果略低于芸香苷、儿茶素标准对照品。纯化后总黄酮的体外抗氧化能力都强于粗提黄酮。

关键词:大果沙棘;果渣;黄酮;抗氧化活性;纯化

中图分类号: R284.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2014)09-0285-02

沙棘(*Hippophae rhamnoides* L.)为胡颓子科(Elaeagnaceae)酸刺属植物,在俄罗斯、蒙古、中国等国分布较多^[1-2]。沙棘含有丰富的黄酮类物质,果实中黄酮含量为0.309%~0.945%。研究表明,沙棘果实中的黄酮类能增强人体的耐受性、减少毛细血管的渗透性,对血液中的胆固醇、甘油三酯有明显的降低作用,对血垢、陈血细胞、血液中的垃圾有显著的净化作用^[3-5]。目前,沙棘饮料加工过程中,常将沙棘果皮渣作为废料丢弃,不仅造成环境污染,也是一种资源浪费。本研究分析大果沙棘果渣中的总黄酮含量及其抗氧化活性,旨在为大果沙棘的综合加工利用提供依据。

1 材料与方法

1.1 材料

大果沙棘果渣由黑龙江省黑河市孙吴县林业局提供。芸香苷、儿茶素标准品、DPPH(1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl)、ABTS[2,2'-amino-di(2-ethyl-benzothiazoline sulphonic acid-6) ammonium salt]购自美国Sigma公司;无水乙醇、亚硝酸钠、硝酸铝、硫酸亚铁、双氧水、水杨酸、邻苯三酚等试剂均为国产分析纯。756PC型紫外可见分光光度计(上海光谱仪器有限公司),PHS-25型数显pH计(上海精密科学仪器有限公司),ALC-110.4电子天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司),XW-80A漩涡混合器(天津市欧诺仪器仪表有限公司),TDL-5型台式离心机(上海安亭科学仪器厂)。

1.2 方法

1.2.1 大果沙棘果渣总黄酮提取纯化 用超临界 CO_2 萃取设备将大果沙棘果渣脱脂。用75%乙醇作为溶剂,将脱脂后的大果沙棘果渣粉以10 mL:1 g液固比超声波提取3次,将得到的黄酮液经过离心、过滤、浓缩、除去乙醇等步骤,得到大果沙棘果渣黄酮溶液^[6]。将黄酮溶液用X-5大孔树脂层析柱进行纯化,纯化后真空冻干得到橙黄色固体粉末,采用 $\text{NaNO}_2-\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 比色法测定结果表明,分离前后大果沙棘

果渣黄酮纯度分别为11.9%、34.1%^[7-8]。用甲醇溶解,配制浓度分别为10~200 mg/L的黄酮溶液进行体外抗氧化试验。

1.2.2 大果沙棘总黄酮对羟基自由基($\cdot\text{OH}$)的清除作用^[9]

在若干个10 mL比色管中依次加入10 mmol/L水杨酸溶液0.5 mL,取0.5 mL不同浓度的纯化前后的大果沙棘总黄酮溶液以及芸香苷、儿茶素标准品溶液,加入0.5 mL 10 mmol/L FeSO_4 溶液、3.5 mL蒸馏水混合后加入5 mL 88 mmol/L H_2O_2 溶液,启动Fenton反应,混匀后于510 nm波长下测定吸光度 D_1 。取0.5 mL蒸馏水代替10 mmol/L FeSO_4 溶液,510 nm波长下测定吸光度 D_2 。取0.5 mL蒸馏水代替样品溶液,510 nm波长下测定吸光度 D_3 。羟基自由基($\cdot\text{OH}$)清除率计算公式如下:

$$\text{羟基自由基清除率} = [1 - (D_1 - D_2) / D_3] \times 100\%$$

1.2.3 对超氧阴离子($\text{O}_2^{\cdot-}$)的清除试验^[10] 取pH值为8.2的50 mmol/L Tris-HCl缓冲溶液4.5 mL,加入4.2 mL蒸馏水,混匀后在25℃水浴中保温20 min,取出后立即加入25℃下预热的0.3 mL邻苯三酚溶液(用10 mmol/L HCl配制),迅速摇匀后,于325 nm波长下每隔30 s测定1次吸光度,邻苯三酚自氧化5 min后,计算线性范围内每分钟吸光度的增加值 ΔD_0 ,用10 mmol/L HCl代替邻苯三酚作为空白。在加入邻苯三酚之前,加入不同体积的200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 纯化前后的大果沙棘总黄酮溶液以及芸香苷、儿茶素标准品溶液作为待测液,按照上述步骤测定每分钟吸光度的增加值 ΔD 。 $\text{O}_2^{\cdot-}$ 清除率计算公式如下:

$$\text{O}_2^{\cdot-} \text{清除率} = (\Delta D_0 - \Delta D) / \Delta D \times 100\%$$

1.2.4 大果沙棘总黄酮对DPPH \cdot 自由基清除效果^[11] 准确称取20 mg DPPH,用无水乙醇溶解并定容至250 mL,配制DPPH溶液。分别吸取10~100 mg/mL纯化前后的大果沙棘总黄酮溶液以及芸香苷、儿茶素标准品溶液2.0 mL置于具塞试管中(分2组),向其中一组加入DPPH溶液至2 mL,摇匀30 min后,用无水乙醇作参比在517 nm波长下测吸光度 D_i 。测定2 mL DPPH溶液与2 mL无水乙醇混合后的吸光度 D_0 。向另一组中加入无水乙醇至2 mL,混合后测其吸光度 D_j 。DPPH \cdot 自由基清除率 K 计算公式如下:

$$K = [1 - (D_i - D_j) / D_0] \times 100\%$$

收稿日期:2013-12-27

基金项目:黑龙江省教育厅科学技术与研究项目(编号:12521593)。

作者简介:焦岩(1981—),男,黑龙江肇东人,博士,讲师,研究方向为植物活性物质与功能食品。E-mail:jiaoyan_3000@126.com。

1.2.5 大果沙棘总黄酮清除 ABTS⁺ 自由基的活力测定^[12]

将 5 mL 7 mmol/L ABTS 溶液与 88 μ L 140 mmol/L 过硫酸钾溶液混合,室温避光条件下静置过夜,形成 ABTS⁺ 自由基储备液。该储备液在室温避光条件下稳定。使用前用无水乙醇稀释成工作液,要求其在 30 $^{\circ}$ C、734 nm 波长下的吸光度为 0.7 ± 0.02 。取 100 μ L 不同浓度的大果沙棘黄酮及对对照品溶液,加入 2 mL ABTS⁺ 溶液,振荡 30 s,20 $^{\circ}$ C 下测定混合液在 734 nm 处 6 min 内的吸光度变化。ABTS⁺ 自由基抑制率计算公式如下:

$$\text{抑制率} = (D_0 - (D_t - B)) / D_0 \times 100\%$$

式中: D_0 为未加样品的 ABTS⁺ 的吸光度; D_t 表示样品与 ABTS 反应的吸光度; B 表示空白样品的吸光度; $t = 6$ min。

2 结果与分析

2.1 大果沙棘总黄酮对羟自由基(\cdot OH)的清除效果

由图 1 可以看出,当大果沙棘总黄酮浓度为 20 ~ 100 μ g/mL 时, \cdot OH 清除率较高。当大果沙棘总黄酮浓度为 100 μ g/mL 时,纯化前后总黄酮对 \cdot OH 的清除率分别为 44.8%、54.9%,略低于儿茶素、芸香苷标准品。对 \cdot OH 的清除能力由大到小依次为儿茶素 > 芸香苷 > 纯化黄酮 > 粗提黄酮。

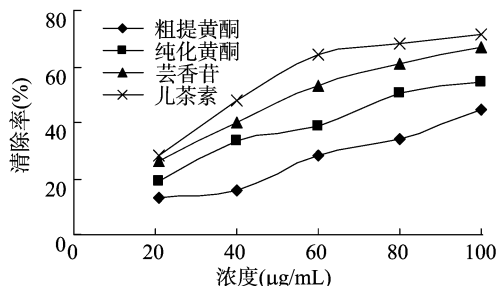


图1 大果沙棘总黄酮对羟自由基的清除效果

2.2 大果沙棘总黄酮对超氧阴离子($O_2^{\cdot-}$)的清除效果

由图 2 可以看出,当大果沙棘总黄酮浓度为 40 ~ 200 μ g/mL 时,对 $O_2^{\cdot-}$ 清除率较高。当大果沙棘总黄酮浓度为 200 μ g/mL 时,纯化前后黄酮对 $O_2^{\cdot-}$ 的清除率分别为 53.9%、62.7%,低于儿茶素、芸香苷标准品。对 $O_2^{\cdot-}$ 的清除能力由大到小依次为儿茶素 > 芸香苷 > 纯化黄酮 > 粗提黄酮。

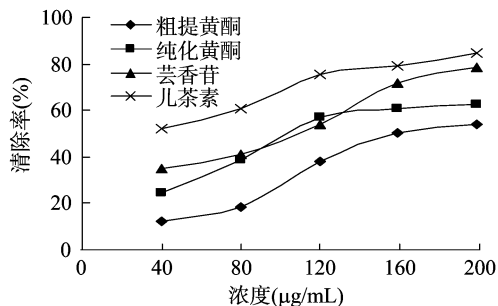


图2 大果沙棘总黄酮对超氧阴离子的清除效果

2.3 大果沙棘总黄酮对 DPPH \cdot 自由基清除效果

由图 3 可以看出,当大果沙棘总黄酮浓度为 20 ~ 100 μ g/mL 时,对 DPPH \cdot 自由基清除率较高。当大果沙棘总黄酮浓度为 100 μ g/mL 时,纯化前后黄酮对 DPPH \cdot 自由基的清除率分别为 49.7%、65.1%。

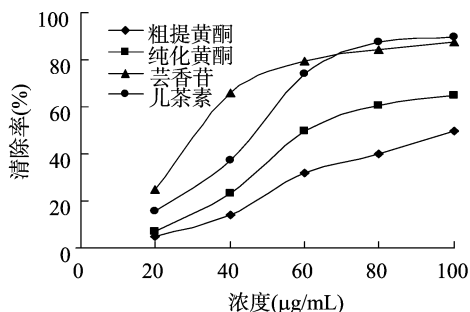


图3 大果沙棘总黄酮对DPPH \cdot 自由基的清除效果

2.4 大果沙棘总黄酮对 ABTS⁺ 自由基的清除效果

由图 4 可知,当大果沙棘总黄酮浓度为 20 ~ 40 μ g/mL 时,对 ABTS⁺ 自由基清除能力由大到小依次为儿茶素 > 芸香苷 > 纯化黄酮 > 粗提黄酮;但是当浓度大于 60 μ g/mL 时,纯化黄酮对 ABTS⁺ 自由基的清除能力略大于芸香苷,但始终小于儿茶素。

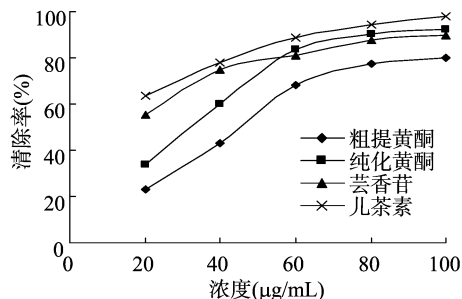


图4 大果沙棘总黄酮对ABTS⁺自由基的清除效果

3 结论

本研究探讨了大果沙棘果渣总黄酮的体外抗氧化能力,结果表明,分离纯化前后的大果沙棘黄酮对超氧阴离子($O_2^{\cdot-}$)、羟基自由基(\cdot OH)、DPPH \cdot 自由基、ABTS⁺ 自由基的清除能力都较高,相同浓度下,清除效果略低于芸香苷、儿茶素标准对照品。纯化后总黄酮的体外抗氧化能力都强于粗提黄酮,说明大果沙棘黄酮的纯度及其抗氧化活性存在着显著的量效关系,通过和黄酮类标准品对比也进一步证实了大果沙棘总黄酮的体外抗氧化作用。

参考文献:

- [1] 刘雪凌,权永荣,陈旭华. 沙棘产品的开发及应用前景[J]. 安徽农业科学,2012,40(16):8960-8961,8987.
- [2] 闫涛,罗丽梅,谢竹田,等. 沙棘的化学成分及生物功能的研究进展[J]. 吉林医药学院学报,2010,31(1):52-54.
- [3] 李垚,张慧颖,王鹏祖. 沙棘营养成分及作用的研究进展[J]. 中国初级卫生保健,2007,21(3):73-76.
- [4] Ercisli S, Orhan E, Ozdemir O, et al. The genotypic effects on the chemical composition and antioxidant activity of sea buckthorn (*Hippophae rhamnoides* L.) berries grown in Turkey[J]. Scientia Horticulturae,2007,115(1):27-33.
- [5] 张滨,栗登权,曾丹,等. 响应面法提取沙棘抗氧化成分工艺优化[J]. 食品工业,2013,34(5):75-79.
- [6] 杜广芬,蔡志华,代斌,等. 超声波-微波协同提取沙棘总黄酮的研究[J]. 食品工业科技,2012,33(8):330-332,343.

杨怀君, 阎洪山, 卢勇涛, 等. 乌斯特智能在线检测控制系统试验分析[J]. 江苏农业科学, 2014, 42(9): 287–288.

乌斯特智能在线检测控制系统试验分析

杨怀君¹, 阎洪山¹, 卢勇涛¹, 唐海峰², 薛理³, 文玉华⁴

(1. 新疆农垦科学院机械装备研究所, 新疆石河子 832000; 2. 农八师 149 团棉花加工二厂, 新疆石河子 832000;

3. 新疆农垦科学院科研处, 新疆石河子 832000; 4. 新疆农垦科技咨询中心, 新疆石河子 832000)

摘要:探讨了乌斯特智能在线检测系统在棉花加工生产线的应用, 阐述其结构及工作原理, 通过试验验证, 分析乌斯特检测系统与现行国家公证检验检测数据的差异, 为乌斯特技术应用提供理论支持。

关键词:棉花加工; 工艺参数; 乌斯特; 智能在线检测系统; 检测; 分析; 智能化控制

中图分类号: TP273 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2014)09-0287-02

乌斯特智能在线检测控制技术是美国近年来研究应用的一项新技术, 可实现棉花加工过程的实时监测、信息采集、数据处理和智能化控制。该技术可对籽棉品质和皮棉加工质量的各项指标信息进行即时采集, 并对所有反馈信息进行综合判别处理, 为棉花加工工艺参数的智能化控制提供技术依据。

1 系统组成及功能

乌斯特智能在线检测控制系统是涉及到机械设备、工艺配置、电器设计、棉花检验多领域、多学科的综合工程, 检测控制过程是一个“因花配车”的过程, 主要包括籽棉取样站、皮棉取样站、触摸式 PLC 智能控制主控屏、乌斯特轧花机智能主控台、皮清机 LOUVER 及控制站以及系统控制软件。

乌斯特智能在线检测控制系统的检测站能够在棉花加工生产线实时对籽(皮)棉含杂、含水率和棉纤维色特征值进行实时监测, 实现对棉花轧花过程的检测。检测数据通过系统控制软件进行整理和分析, 通过 Intelligen-M 信号的输出、PLC 科学试验控制系统的自动控制, 实现自动调整棉花加工生产设备, 对皮清机 LOUVER 及控制站、控制烘干机温度、皮棉清洁器旁通阀控制、籽棉喂入量进行控制, 从而保证棉花加工质量的稳定性。

2 指标测试原理

收稿日期: 2013-12-03

基金项目: 新疆生产建设兵团工业科技计划(编号: 2010GG10); 国家星火计划(编号: 2012GA8910031); 师市中小企业专项(编号: 2012QY05)。

作者简介: 杨怀君(1983—), 男, 吉林德惠人, 硕士, 助理研究员, 主要从事农业机械化研究。E-mail: nkyhj@163.com。

通信作者: 阎洪山, 研究员, 主要从事农业机械化研究。E-mail: xjnkxyhs@163.com。

乌斯特智能在线检测控制系统可测量轧棉工序控制所需的所有原棉参数。该仪器采用 HVI 传感器技术, 能实时地给出杂质等级、色泽等级和含水率等信息。

2.1 杂质测量^[1-2]

乌斯特系统杂质测量采用 CCD 摄像获取棉纤维表面杂质分布, 通过图像处理 and 软件分析方法, 计算出棉花表面杂质粒数、杂质面积百分率。杂质粒数、杂质面积百分率不能真实反映棉纤维的实际质量含杂率, 只能计算出混合较均匀的棉纤维表面的叶屑含杂率。

2.2 色泽检测^[3-4]

色泽测量采用 45°照明方式, 光线以与棉样表面法线成 45°角的方向入射于棉样表面上。在法线方向上测量棉样表面反射光。分析得到的光谱成分后, 根据尼克森·亨特公式把棉纤维的反射光分析成 CIE 标准色度观察值的光谱三刺激值 x 、 y 、 z , 再根据方程计算出棉纤维色泽的反射率和黄度。

2.3 含水率检测^[5-6]

含水率电测器法是利用棉纤维在不同回潮率下具有不同电阻值的特性, 在试样的质量、密度和极板电压等条件一定的情况下, 测量通过棉纤维的电流, 从而间接地得出棉纤维的含水率。

3 试验应用

2012 年在新疆生产建设兵团农八师 149 团棉花加工二厂机采棉生产线对乌斯特系统采集值进行取样, 从检测数据随机抽取 9 个棉包信息, 与国家公证检验数据作对比, 取样结果如表 1 所示。

3.1 结果分析

将表 1 结果在 Excel 中进行分析, 如图 1、图 2、图 3 所示, 乌斯特检测系统检测的反射率、黄度和回潮率曲线与国家公证检验的反射率、黄度和回潮率曲线的线型走势基本相似。

3.2 曲线相似性比较^[7]

采用差异因子 f_1 和相似因子 f_2 法比较每项对应值曲线

[7] 杜瑞娟, 张聪璐, 梁宁, 等. 大孔树脂纯化核桃皮总黄酮工艺[J]. 沈阳药科大学学报, 2013, 30(4): 298–302.

[8] 何可群, 李相兴. 民族药金丝梅总黄酮含量的测定[J]. 江苏农业科学, 2013, 41(5): 307–309.

[9] 陈玉霞, 刘建华, 林峰, 等. DPPH 和 FRAP 法测定 41 种中草药抗氧化活性[J]. 实验室研究与探索, 2011, 30(6): 11–14.

[10] 赵丹丹, 郑鸿雁. 多年生藤本豆与大豆中黄酮类化合物体外抗氧化活性比较研究[J]. 食品工业科技, 2013, 34(8): 154–157.

[11] 邱金东, 汤昆. DPPH 和 ABTS 法测定核桃仁的体外抗氧化活性[J]. 中成药, 2008, 30(8): 1215–1216.

[12] 孟庆庚, 王化, 王洪政, 等. 牡丹种皮黄酮提取及对 ABTS 自由基清除作用[J]. 植物研究, 2013, 33(4): 504–507.