

王刚,王东,饶力群. 苦瓜藤黄酮的富集工艺及抗氧化性能[J]. 江苏农业科学,2015,43(4):277-279.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2015.04.100

苦瓜藤黄酮的富集工艺及抗氧化性能

王刚,王东,饶力群

(湖南农业大学生物科学技术学院,湖南长沙 410128)

摘要:研究 AB-8 大孔树脂富集苦瓜藤总黄酮工艺,并对苦瓜藤黄酮的抗氧化性能进行初步研究。AB-8 大孔树脂富集苦瓜藤黄酮的工艺为:上样液 pH 值为 5,解析液为 70% 乙醇,解析液 pH 值为 9,用量为 3 倍树脂柱,洗脱速率为 3 BV/h。富集后可使其含量提高 40 多倍,总黄酮纯度达到 35% 左右,该方法流程安全,工艺简单。由此可见,苦瓜藤黄酮粗提物对猪油有一定的抗氧化效果,苦瓜藤黄酮粗提物与维生素 C 和维生素 E 有显著的协同抗氧化作用。

关键词:苦瓜藤;黄酮;大孔树脂;富集;抗氧化

中图分类号: R284.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2015)04-0277-02

苦瓜(*Momordica charantia* L.)是葫芦科苦瓜属植物,在我国广泛栽培。中医学认为,苦瓜性苦、寒,用于中暑发热、烦热口渴、痢疾、眼痛、胃气痛等。近年来,已从苦瓜中分离到多种有效成分,发现其具有清热、利尿、降血糖、抗病毒、抗肿瘤以及防癌抗癌等作用^[1]。黄酮类化合物泛指 2 个苯环通过三碳链相互联结而成的一类化合物,是植物光合作用产生的一大类化合物。黄酮类化合物常作为降血糖、降血脂、抗氧化、增强机体免疫力的药物给予应用,同时也是一类具有广阔开发前景的天然抗氧化剂。本试验主要研究了大孔树脂富集苦瓜藤黄酮的工艺以及苦瓜藤中黄酮提取物抗氧化能力,以期为进一步开发苦瓜藤的提供技术依据。

1 材料与方 法

1.1 材料与仪器

苦瓜藤干粉:将本地新鲜苦瓜藤洗净、晾干后于电热鼓风干燥箱 50 ℃ 下烘干,然后用粉碎机打成粉末,过 80~120 目筛,混匀,于干燥的环境中备用。树脂:101、102、(上海试剂厂生产);D103、D201(南开大学化工厂生产);AB-8、HPD100(河北沧州宝恩化工有限公司生产);芸香苷标准品:中国药品生物药品检定所;其他试剂均为分析纯。UV-9600 型紫外可见分光光度计:北京瑞利分析仪器公司生产;旋转蒸发仪:上海申生科技有限公司生产;G258 型电子天平:德国梅特勒公司生产;101-AB 电热鼓风干燥箱:天津市泰斯特仪器有限公司生产;YD-1008 微型超声波清洗机:江苏省常州市佑达超声波设备有限公司生产。

1.2 方法

1.2.1 苦瓜藤总黄酮的提取 采用 60% 乙醇加热回流提取,提取时间 45 min、提取温度 70 ℃、液料比为 15 mL:1 g、提取液 pH 值为 9、回流 2 次。混合 2 次提取液,过滤,石油醚

萃取后,浓缩得黄酮粗提物。

1.2.2 苦瓜藤黄酮含量的测定 采用 $\text{NaNO}_3 - \text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 比色法^[2]。

1.2.3 上样液液制备 取 20.00 g 苦瓜藤黄酮提取物,200 mL 30% 乙醇,超声提取 30 min,过滤,再次加 200 mL 30% 乙醇,超声提取 20 min,过滤,混均 2 次提取液,将液体 pH 值调至 5,备用。

1.2.4 树脂的筛选

1.2.4.1 树脂预处理 所用树脂均先用 95% 乙醇浸泡过夜,使树脂颗粒充分溶胀,然后用 95% 乙醇洗涤至洗出液清澈为止,再用超纯水洗至无醇味,然后用 2%~3% 盐酸溶液浸泡 2~3 h,然后用同样浓度的 5 倍树脂体积的盐酸淋洗,再用超纯水洗,直到洗液至中性。用 5% NaOH 与以上相同的方法浸泡 2~4 h,并用 6~7 倍树脂体积的碱液淋洗,最后用超纯水冲洗,至洗液 pH 值为中性,备用。

1.2.4.2 树脂筛选 量取经过预处理的 6 种树脂,每份 10 mL,设 3 个重复,于 250 mL 的三角瓶中,加入上样液 30 mL 振荡处理,频率为 100 r/min,振荡 24 h 后,过滤,测定滤液中黄酮含量,计算吸附率。将过滤后的树脂,风干,在风干后树脂中加入 70% 乙醇各 30 mL 于振荡器上振荡,频率为 100 r/min,振荡 4 h 测定解析液中黄酮的含量,计算各树脂静态解析率。

吸附率 = 吸附量/上样量 = $(C_{前} V_{前} - C_{后} V_{后}) / C_{前} V_{前} \times 100\%$;

解析率 = 解析量/吸附量 = $C_{解} V_{解} / (C_{前} V_{前} - C_{后} V_{后}) \times 100\%$ 。

式中: $C_{前}$ 、 $C_{后}$ 分别为吸附前、后溶液黄酮浓度; $V_{前}$ 、 $V_{后}$ 为上样液液吸附前、后溶液的体积。本试验中视吸附前、后液体积不变。 $C_{解}$ 、 $V_{解}$ 为解析后苦瓜藤总黄酮浓度与液体体积。

1.2.5 AB-8 树脂富集因素的影响 参照王刚等的方法^[3],测定 AB-8 树脂的吸附动力学曲线,考察上样 pH 值、解析液、解析液用量、解析液 pH 值、及其流速对富集的影响。

1.2.6 烘箱法测定过氧化值(POV) 将新鲜猪板油切成小块,湿法熬炼,滤除残渣,冷却密封后置于冰箱冷藏备用。添加物用 30% 乙醇溶解,分别加入不同浓度或组合抗氧化剂于

收稿日期:2014-11-18

作者简介:王刚(1988—),男,湖南桃江人,硕士研究生,主要研究方向农产品开发与利用。E-mail:wghunau@163.com。

通信作者:饶力群,博士,教授,主要研究方向植物天然产物开发与利用。E-mail:raoliqun@163.com。

50 g 新鲜猪油中,置于水浴锅中缓慢加热至 50 ℃ 融化油样,并在升温过程中不时搅拌使之成均相。将添加抗氧化剂后的猪油于恒温箱中(70 ± 1) ℃ 强化保存,每隔 12 h 搅拌 1 次,并交换在烘箱中的位置,以确保环境条件相同。每 24 h 测定 POV 值。每次取样后充分搅拌振荡,以充分混入空气。测定 POV 值^[4-6],计算不同抗氧化剂及其组合的抗氧化性。

$$X = (V_1 - V_2) \times C \times 1\,000 / m。$$

式中: X 为样品的过氧化值 (meq/kg); V_1 为样品消耗硫代硫酸钠标准溶液体积 (mL); V_2 为试剂空白消耗硫代硫酸钠标准溶液体积 (mL); C 为硫代硫酸钠标准溶液的浓度 (mol/L); m 为样品质量 (g)。

2 结果与分析

2.1 树脂的筛选

用静态法来测定树脂吸附与解析性能,综合各项指标来确定试验所用树脂。由表 1 可见,101 吸附能力最好,但是也不很容易解析下来,大孔树脂 AB-8 在所给的试验条件下对苦瓜藤总黄酮吸附量较大,且能够把绝大部分解析下来,其他考察树脂综合指标也不理想,因而确定用 AB-8 树脂富集苦瓜藤总黄酮。

表 1 不同吸附树脂对苦瓜藤总黄酮吸附率和解析率

树脂型号	树脂极性	吸附率 (%)	解析率 (%)
101	非极性	89	64
102	非极性	71	74
D103	非极性	72	53
D201	非极性	79	68
AB-8	弱极性	85	90
HPD100	非极性	58	91

2.2 AB-8 树脂富集苦瓜藤总黄酮的工艺及效果

2.2.1 AB-8 树脂对苦瓜藤总黄酮的静态吸附动力学曲线

树脂吸附苦瓜藤总黄酮速率是衡量树脂富集总黄酮的重要指标之一。从图 1 可以看出,上样液加入树脂后,吸附速度较快,吸附率迅速上升,2 h 后,基本上可达到平衡。

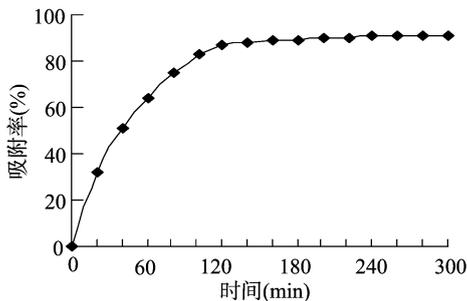


图 1 AB-8 树脂对苦瓜藤总黄酮的静态吸附动力学曲线

2.2.2 上样液 pH 值对吸附的影响 上样液 pH 值影响苦瓜藤总黄酮在大孔树脂上的吸附,是通过溶液 pH 值改变黄酮在溶液中存在的形式而实现。在碱性条件下黄酮以盐形式存在,不利于吸附,高碱条件下黄酮也会遭到破坏。因此,本试验着重考察了酸性条件下的吸附情况,结果显示 pH 值为 5 时,吸附效果最好。

2.2.3 解析液对解析的影响 试验考察了解析液的用量、乙

醇浓度与解析液 pH 值对解析的影响,结果表明,随着解析液用量增加,解吸率提高,当解析液用量在 3 BV 以上时,解吸率提高不明显,从经济性考虑,选择 3 BV 进行解析。乙醇浓度对解析也有较大影响,随着乙醇浓度升高,苦瓜藤总黄酮解析率增加,但乙醇浓度到达 70% 以上后,解析率上升缓慢,考虑到乙醇的用量,确定解析液乙醇浓度 70% 为佳。解析液 pH 值对苦瓜藤总黄酮解析的影响较大,在弱碱条件下,黄酮解析率随着碱度增大而增大,但 pH 值为 10 时,解析率下降,可能是由于黄酮在较高碱性条件下发生结构改变,如与溶液中的铁等金属离子发生络合,或其他化学成分性质的变化,导致苦瓜藤总黄酮解析率下降,当解析液 pH 值为 9 时最佳。

2.2.4 解析液流速对解析的影响 基于循环式设备考虑,上样浓度做到尽可能大,使树脂可迅速饱和,缩短吸附时间,未考察上样液流速。从图 2 可以看出,解析液流速在 3、4 BV/h 时,AB-8 树脂富集苦瓜藤总黄酮纯度可达到 35% 左右,综合生产效率,若用于工业生产,建议采取 3 BV/h 流速进行苦瓜藤总黄酮的富集。

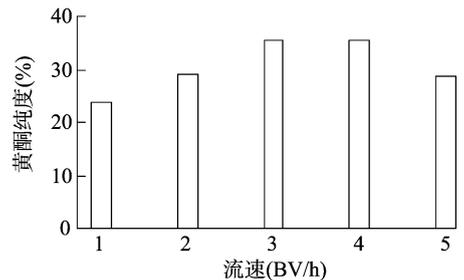


图 2 解析液流速对总黄酮富集的影响

2.3 苦瓜藤黄酮粗提取物抗氧化性能

2.3.1 苦瓜藤黄酮粗提取物抗氧化效 由图 3 可见,苦瓜藤黄酮提取物对猪油的氧化有明显的抑制作用。随着提取物浓度的增加,抗氧化性初期表现为逐渐增强的趋势,当添加量为 0.1% 时达到最佳抗氧化效果,但还是不如 0.02% BHT 和 0.05% 维生素 C 的效果;当提取物添加量继续增大时,抗氧化效果反而有所下降。

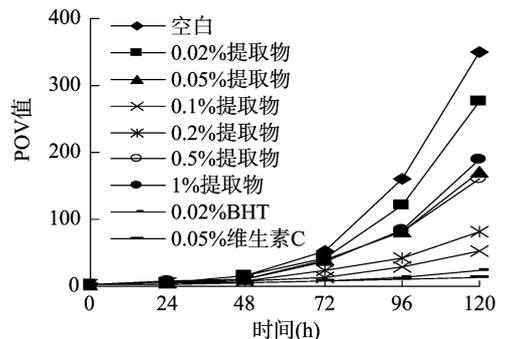


图 3 苦瓜藤黄酮粗提取物抗氧化效果

2.3.2 苦瓜藤黄酮与其他抗氧化剂的协同抗氧化作用 由图 4 可见,苦瓜藤黄酮提取物与维生素 C、维生素 E 有明显的协同效应,苦瓜藤黄酮提取物与维生素 C 按 1:1 复配、与维生素 C、维生素 E 以 1:1:1 比例复配,对猪油有非常显著的协同抗氧化作用,2 种复配组合抗氧化效果相近,但 3 者复配效果还要略好于二者复配。总之,抗氧化剂协同作用效果优

李永春,赵美荣,朱月,等.微波处理对籽瓜多酚氧化酶活性的影响[J].江苏农业科学,2015,43(4):279-281.

doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2015.04.101

微波处理对籽瓜多酚氧化酶活性的影响

李永春,赵美荣,朱月,李娜

(赤峰学院生命科学学院,内蒙古赤峰 024000)

摘要:由于籽瓜中含有大量的多酚氧化酶,在加工过程中容易发生酶促褐变反应,从而影响产品的品质。微波处理可以有效抑制或钝化籽瓜多酚氧化酶的活性。通过单因素和正交试验,分析微波处理对籽瓜多酚氧化酶活性的影响。结果表明,微波功率越大,时间越长,多酚氧化酶越易失活,载样量对微波的灭酶效果影响较小,样品预先在质量浓度为0.15%的维生素C溶液中浸泡30 min,然后在微波功率为600 W的条件下处理3 min,可以有效抑制籽瓜中多酚氧化酶的活性。

关键词:籽瓜;微波;多酚氧化酶;正交试验

中图分类号: TS209 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2015)04-0279-03

籽瓜(*Citrullus lanatus* var. *megalasnemus* Lin et Chao),别称打瓜,葫芦科一年生草本植物,因拳打而食和含籽量多而得名。其瓜圆形,表皮光滑,浅绿色,有深绿色条纹,瓜肉白色或淡黄色,属低糖瓜类,具有较高的营养价值和医用保健价值,是一种极具地域特色的农产品^[1-2]。目前对籽瓜的利用只限于取籽加工,对籽瓜副产品的开发利用主要集中在籽瓜汁的加工方面。然而,籽瓜汁产品的开发和深加工中尚存在很多问题,如籽瓜饮料加工过程中产生褐变速度快、生产过程不易控制、容易产生煮熟味和各种异味等^[3]。籽瓜汁加工中的褐

变主要以酶促褐变为主。在打浆、取汁等工序中,由于果肉组织破碎,细胞质膜破裂,酶与底物的区域化分布被打破,在有氧条件下,籽瓜中的多酚氧化酶(PPO)催化酚类物质氧化,形成褐色物质,这是引起酶促褐变的主要原因^[4-5]。因此,在加工过程中,要避免或尽量降低酶促褐变的发生,就必须采取有效的方法杀灭或抑制多酚氧化酶的活性^[6]。

抑制籽瓜汁酶褐变的传统方法是加热,但加热灭酶容易使产品过分受热,会造成营养物质的破坏,并且产生煮熟味和各种异味,同时会促进非酶褐变的发生。有研究表明,微波处理具有电磁场的热效应和非热效应2种作用,与一般的水浴、水蒸气等加热灭酶法相比能使酶更容易失活^[7]。本试验通过微波结合维生素C溶液预处理籽瓜,分析微波处理对籽瓜多酚氧化酶活性的影响,以为籽瓜汁生产加工提供理论指

收稿日期:2014-05-15

作者简介:李永春(1980—),男,山东临沂人,硕士,讲师,主要从事生物资源的开发与利用研究。E-mail:yongchun008@qq.com。

于所有单一抗氧化剂处理组。其协同抗氧化活性大大强于同浓度的提取物,也强于添加比例最佳的0.1%黄酮粗提物。并明显好于单独添加0.02% BHT,稍好于0.05%维生素C。

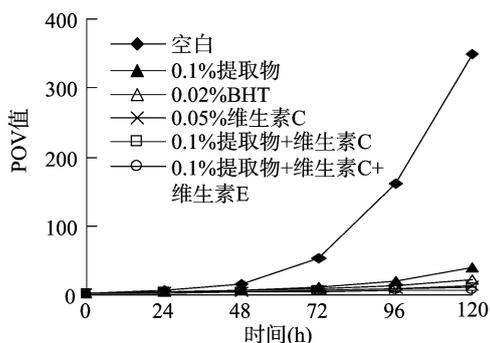


图4 协同抗氧化效果

3 结论

AB-8吸附树脂对苦瓜藤总黄酮有很高的吸附性能和解析率,适用于苦瓜藤总黄酮的富集研究,其富集工艺为:上样液pH值为5,解析液为70%乙醇,解析液pH值为9,用量为3倍树脂柱,洗脱速率为3 BV/h。苦瓜藤总黄酮经AB-8

树脂富集后,黄酮含量提高了40倍左右,黄酮纯度可达到35%左右,说明大孔吸附树脂对苦瓜藤总黄酮的富集是可行的,而且流程安全,工艺较简单。试验结果显示,苦瓜藤黄酮粗提物对猪油有一定的抗氧化效果,其中添加0.1%黄酮粗提物的抗氧化效果最佳。苦瓜藤黄酮粗提物与维生素C和维生素E有显著的协同抗氧化效应,强于单独添加黄酮粗提物和维生素C、BHT。

参考文献:

- [1]肖志艳,陈迪华,陈建勇. 苦瓜的化学成分研究[J]. 中草药, 2000,31(8):571-573.
- [2]申湘忠,杨民生,刘志成. 苦瓜植株各部分黄酮的提取与粗黄酮含量的测定[J]. 食品与生物技术学报,2007,26(1):60-64.
- [3]王刚,陈曦,罗环,等. 大孔树脂富集金银花木犀草素研究[J]. 湖南农业科学,2009(8):120-122,125.
- [4]高汨. 油型茶多酚的制备及其抗氧化性能的研究[J]. 广州食品工业科技,2001,17(2):20-21.
- [5]王绍美,黄美霞,卿晓红,等. 茶多酚与维生素C对猪油乳化体系协同抗氧化性研究[J]. 食品科学,2000,21(10):22-26.
- [6]陈乃富. 蕹菜黄酮类化合物的提取及其抗氧化作用[J]. 食品与发酵工业,2003,29(11):63-66.