

赵丽平. 信阳绿茶黄酮类化合物的 2 种提取工艺优化及比较[J]. 江苏农业科学,2015,43(5):260-261.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2015.05.086

信阳绿茶黄酮类化合物的 2 种提取工艺优化及比较

赵丽平

(信阳农林学院,河南信阳 464000)

摘要:采用水提法和乙醇浸提法研究信阳绿茶中黄酮类化合物的提取工艺,运用单因素试验和正交试验探讨料液比、提取时间、提取温度等因素对绿茶黄酮类化合物提取率的影响。结果表明,水提法提取绿茶黄酮类化合物的最佳工艺条件为:料液比 1 g : 15 mL,提取时间 1.5 h,提取温度 85 ℃;乙醇浸提法提取绿茶黄酮类化合物的最佳工艺条件为:乙醇体积分数 55%,浸提温度 65 ℃,料液比为 1 g : 20 mL,浸提时间 1.0 h。最佳工艺条件下,乙醇浸提法黄酮提取率(17.21 mg/g)优于水提法(10.11 mg/g)。

关键词:绿茶;提取率;黄酮类化合物

中图分类号: R284.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2015)05-0260-02

信阳绿茶历史悠久,甘醇爽口。绿茶中含有与人体健康密切相关并具药用价值的生化成分,如茶多酚、茶多糖和黄酮类化合物等。近年来,国内外学者对茶多酚及茶多糖研究颇多,而对绿茶黄酮类物质研究尚少。许多研究表明黄酮类化合物具有多种生物活性,除具有抗菌、消炎、降压、清热解毒等作用外,在抗氧化、抗癌、抑制脂肪酶等方面也有显著效果;同时对治疗冠心病、心绞痛、高血压等也有很好的作用,使其在医药和食品等工业中得到广泛应用^[1-3]。

该试验运用热水浸提法和乙醇浸提法 2 种方法,探讨信阳绿茶中黄酮类化合物的提取工艺,试验主要研究料液比、提取温度、提取时间、乙醇体积分数等因素对绿茶黄酮类化合物提取效果的影响。在单因素试验基础上,运用正交试验设计优化提取工艺,同时比对 2 种浸提方法,以期为绿茶资源在医药和食品等多方面的综合利用及开发提供理论参考依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

信阳绿茶(信阳茶市购买);无水乙醇、乙醚、丙酮、三氯化铝(武汉中天化工责任有限公司)等均为分析纯。

1.2 仪器与设备

101A-2 型电热鼓风干燥箱(上海贺德实验设备公司);MZ-10 型粉碎机(青岛迈科隆粉体技术设备有限公司);FA1004 型电子天平(上海精密科学仪器有限公司天平仪器厂);DK-S24 型电热数显恒温水浴锅(上海精密科学仪器有限公司);LD5-2A 型离心机(湘仪离心机仪器有限公司);721 型分光光度计(上海光学仪器厂)。

1.3 试验方法^[4-5]

1.3.1 提取工艺流程 绿茶→干燥称重→粉碎过筛→提取剂浸泡→过滤提取液→定容→测定样品吸光度→换算黄酮化

合物的提取率。

1.3.2 热水浸提法试验 采用不同的料液比、提取温度、提取时间单因素考察其对绿茶黄酮类化合物浸提效果的影响,得到各因素的适宜浸提工艺。浸提液速冷后,以 4 000 r/min 离心 20 min 后取上清液,用无水乙醇、丙酮、乙醚交替洗涤,过滤。再将滤液分别加水定容至 100 mL,吸取 0.5 mL 样品溶液,加入 10 mL 1% AlCl₃ 溶液。混合均匀 15 min 后。用分光光度计 420 nm 处测定吸光度,1% AlCl₃ 溶液为对照。根据吸光度与黄酮类之间的换算关系确定黄酮类化合物的提取率。

将料液比、提取温度、提取时间为 3 个考察因素拟定 3 个水平,采用正交试验筛选最佳提取工艺,各因素水平见表 1。

表 1 因素与水平

水平	因素		
	A:料液比 (g : mL)	B:温度 (℃)	C:时间 (h)
1	1 : 15	75	1.0
2	1 : 25	85	1.5
3	1 : 35	95	2.0

1.3.3 乙醇浸提法试验 称取干燥磨碎的绿茶粉末 5 份各 3.0 g,加入不同体积分数的乙醇溶液,以不同的浸提温度、料液比、提取时间设计 4 因素 3 水平试验。操作同“1.3.2”节。

2 结果与分析

2.1 水提法单因素试验结果

2.1.1 料液比对绿茶黄酮类化合物提取率的影响 称取干燥磨碎的绿茶粉末 5 份各 3.0 g,用水浸提法,分别按料液比(g : mL)1 : 15、1 : 25、1 : 35、1 : 45、1 : 55 置于 95 ℃条件下恒温 1.5 h,试验结果见表 2。由表 2 可知,随料液比的减小,即水成分的增多,提取率逐渐降低。料液比为 1 g : 15 mL 时,提取率最高。综合各因素,选取料液比 1 g : 15 mL、1 g : 25 mL、1 g : 35 mL 为正交试验料液比因素的 3 个水平。

2.1.2 提取温度对绿茶黄酮类化合物提取率的影响 称取干燥磨碎的绿茶粉末 5 份各 3.0 g,用水浸提法,在料液比 1 g : 15 mL 条件下,分别置于 55、65、75、85、95 ℃恒温 1.5 h,

收稿日期:2014-08-02

基金项目:河南省茶产业发展研究计划(编号:KX13J11)。

作者简介:赵丽平(1979—),女,河南许昌人,硕士,讲师,主要从事化学教学与研究。E-mail:zhaoliping19790224@163.com。

表 2 料液比对黄酮类化合物提取率的影响

料液比(g : mL)	提取率(mg/g)
1 : 15	9. 58
1 : 25	7. 54
1 : 35	5. 60
1 : 45	5. 01
1 : 55	4. 68

试验结果见表 3。由表 3 可知,温度在 85 ℃ 时提取率最高,95 ℃ 时提取率次之,综合考虑,选取 75、85、95 ℃ 为正交试验温度因素的 3 个水平。

表 3 提取温度对黄酮类化合物提取率的影响

温度(℃)	提取率(mg/g)
55	6. 02
65	7. 13
75	8. 93
85	10. 11
95	9. 58

2.1.3 提取时间对绿茶黄酮类化合物提取率的影响 称取干燥磨碎的绿茶粉末 5 份各 3. 0 g,用水浸提法,在料液比 1 g : 15 mL、温度 75 ℃ 条件下,分别恒温 1. 0、1. 5、2. 0、2. 5、3. 0 h,试验结果见表 4。由表 4 可知,随提取时间的增长,提取率逐渐降低,当提取时间为 1. 0 h 时,提取率最高,所以选取 1. 0、1. 5、2. 0 h 为正交试验时间因素的 3 个水平。

表 4 提取时间对黄酮类化合物提取率的影响

时间(h)	提取率(mg/g)
1. 0	9. 26
1. 5	8. 93
2. 0	8. 87
2. 5	8. 60
3. 0	7. 93

2.2 水提法正交试验结果

为确定最佳提取工艺,试验选取对提取效果有较大影响的 3 个因素及其 3 个水平:A 料液比(g : mL,1 : 15、1 : 25、1 : 35)、B 温度(75、85、95 ℃)、C 提取时间(1. 0、1. 5、2. 0 h)进行正交试验(表 5)。由表 5 可知,不同因素水平对绿茶黄酮类化合物提取率有不同影响,从极差 R 值得知,3 因素对提取率影响大小顺序为 A > C > B,即料液比影响最大,提取时间次之,提取温度影响最小。按提取率大小确定最佳工艺条件为 A₁B₂C₂,即:料液比 1 g : 15 mL、提取时间 1. 5 h、提取温度 85 ℃,在此最佳条件下黄酮类化合物的提取率为 10. 11 mg/g。

2.3 乙醇浸提法正交试验结果

把经过预处理的茶叶粉末用乙醇浸提,进行 4 因素 3 水平试验(表 6)。由表 6 可知,最佳工艺条件为 A₂B₂C₃D₁,即:乙醇体积分数 55%、提取温度 65 ℃、料液比 1 g : 20 mL、提取时间 1. 0 h。由极差可得,4 因素对提取率的影响大小顺序为 A > C > B > D,即乙醇体积分数影响最大,料液比次之,提取温度再次,提取时间影响最小。

3 结论与讨论

以热水浸提法提取信阳绿茶黄酮类化合物,在提取工艺研究中得出,料液比对提取率影响最大,时间影响稍小,温度

表 5 水提法黄酮类化合物正交试验结果

编号	A	B	C	提取率(mg/g)
1	1	1	1	9. 26
2	1	2	2	10. 11
3	1	3	3	9. 45
4	2	1	2	7. 41
5	2	2	3	7. 36
6	2	3	1	8. 75
7	3	1	3	7. 02
8	3	2	1	8. 12
9	3	3	2	5. 60
k ₁	9. 64	7. 90	8. 71	
k ₂	7. 84	8. 53	7. 71	
k ₃	6. 91	7. 93	7. 94	
极差 R	2. 73	0. 63	1. 00	

表 6 乙醇浸提法黄酮类化合物正交试验结果

编号	A:乙醇体积分数	B:浸提温度	C:料液比(g/mL)	D:浸提时间	提取率(mg/g)
1	1(45%)	1(60 ℃)	1(1 : 10)	1(1. 0 h)	9. 22
2	1	2(65 ℃)	2(1 : 15)	2(1. 5 h)	9. 14
3	1	3(70 ℃)	3(1 : 20)	3(2. 0 h)	10. 22
4	2(55%)	1	2	3	8. 06
5	2	2	3	1	17. 21
6	2	3	1	2	15. 64
7	3(65%)	1	3	2	11. 13
8	3	2	1	3	11. 52
9	3	3	2	1	9. 58
k ₁	9. 53	9. 47	12. 13	12. 00	
k ₂	13. 64	12. 62	8. 93	11. 97	
k ₃	10. 74	11. 81	12. 85	9. 93	
极差 R	4. 11	3. 15	3. 92	2. 07	

影响最小。最佳工艺组合为:料液比 1 g : 15 mL、提取时间 1. 5 h、提取温度 85 ℃,在此最佳条件下黄酮类化合物的提取率为 10. 11 mg/g。

采用乙醇浸提绿茶黄酮类化合物,乙醇体积分数影响最大,提取时间影响最小。最佳工艺条件为:乙醇体积分数 55%、提取温度 65 ℃、料液比 1 g : 20 mL、提取时间 1. 0 h,在此条件下黄酮类化合物的提取率为 17. 21 mg/g。最佳工艺条件下,乙醇浸提法提取黄酮得率优于水提法。

今后还需要对绿茶及其他试验条件进行分析,进一步优化提取工艺,为信阳绿茶的深入研究以及在食品开发等多方面应用提供新的参考和思路。

参考文献:

[1] 延 玺,刘会青,邹永青,等. 黄酮类化合物生理活性及合成研究进展[J]. 有机化学,2008,28(9):1534-1544.
[2] 马 波,李梦龙,周在德,等. 黄酮体化合物抗肿瘤活性的量子化学研究[J]. 化学研究与应用,2002,14(2):149-152.
[3] 蒋 丹,陶风云,李亚秋,等. 芦笋中黄酮类化合物的研究进展[J]. 食品工业科技,2014,35(3):357-362.
[4] 王 莹,王 华,王姐姐,等. 花生壳中总黄酮提取工艺的研究[J]. 江苏农业科学,2013,41(2):245-247.
[5] 杨慧文,张旭红,梁嘉君,等. 白箬叶黄酮的提取纯化及其抗炎作用初探[J]. 食品工业科技,2014,35(8):295-299.