

刘俊霞,金银萍,窦凤鸣,等. 不同脱色剂对五味子果实、藤茎中总三萜保留率的影响[J]. 江苏农业科学,2015,43(7):303-305.  
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2015.07.103

# 不同脱色剂对五味子果实、藤茎中总三萜保留率的影响

刘俊霞<sup>1,2</sup>, 金银萍<sup>1</sup>, 窦凤鸣<sup>2</sup>, 王玉帅<sup>1</sup>, 王英平<sup>2</sup>

(1. 中国农业科学院特产研究所, 吉林长春 130112; 2. 吉林农业科技学院, 吉林吉林 132101)

**摘要:**研究吸附活性白土、活性炭、硅藻土、钙质膨润土、高岭土、活性氧化铝、氧化镁、凹凸棒土的脱色效果,采用紫外-可见分光光度法检测五味子果实溶液、藤茎溶液吸光度,测定五味子果实、藤茎中总三萜含量,计算五味子果实、藤茎样品的脱色率、总三萜的保留率。结果表明,凹凸棒土对五味子果实提取液脱色效果最好,脱色率可达 60.47%,活性炭对五味子藤茎提取液的脱色效果较好,脱色率达到 69.24%,并且对总三萜的保留率相对较高。8 种吸附脱色剂中,凹凸棒土对五味子果实溶液脱色效果最佳,活性炭对藤茎溶液的脱色效果最佳。

**关键词:**五味子;总三萜;脱色;凹凸棒;活性炭;保留率

**中图分类号:** R284.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2015)07-0303-03

五味子[*Schisandra chinensis* (Turcz.) Baill]主要成分为木脂素、三萜、挥发油、多糖等,主要药效成分为木脂素。五味子具有保肝、抑制中枢神经、抗氧化、抗衰老、抗肿瘤等多种药理活性。近年来,研究人员在五味子中发现了许多结构新颖、高度氧化且骨架重排的降三萜、二降三萜、三降三萜、五降三萜、八降三萜等多种新骨架的降三萜类化合物<sup>[1]</sup>。目前,五

味子有效成分提取工艺主要为乙醇提取法,采用这种方法所得浸膏(或提取物)产品纯度不高,色素含量高,颜色呈暗黑或棕褐色。因此,在植物提取物生产过程中,脱色处理非常重要,否则将严重影响产品的外观、质量,因此须要采用物理化学方法去除色素,目前除色素方法主要包括吸附法、化学方法、大孔树脂吸附法。硅藻土由无定形的均质矿物蛋白石组成,具有独特的孔结构,孔隙率大,吸附性强,对液体吸附能力大,可作为过滤剂、漂白剂<sup>[2]</sup>。凹凸棒土是以凹凸棒石为原料加工而成的白色粉末,是具有层-链状过渡型特殊结构的含水铝镁硅酸盐矿物,在矿物分类上隶属于海泡石族,具有特殊的纤维结构、较大的比表面积,吸附性强<sup>[3]</sup>。原矿经分离、提纯、改性后,吸附性能大大提高,具有较高的吸附脱色能力。钙质膨润土是自然界广为产出的私土,蒙脱石是其主要矿物,蒙脱石是典型的 2:1 型层状硅酸盐,具有巨大的比表面积、

收稿日期:2014-06-24

基金项目:吉林省重点科技攻关项目(编号:20140204068YY);吉林省医药产业发展专项(编号:YYZX201244、YYZX201286)。

作者简介:刘俊霞(1977—),女,新疆沙河子人,博士研究生,主要从事中药新药开发与利用研究。Tel:(0431)81919829;E-mail:zyljx2007123@163.com。

通信作者:王英平,博士生导师,研究员,主要从事药用植物资源研究。Tel:(0431)81919806;E-mail:yingpingw@126.com。

度 35℃、pH 值 5.0,应用此工艺条件处理后猕猴桃果酒的透光率达到 98.4%,同时能保证猕猴桃果酒应有的口感和风味。壳聚糖优良的絮凝性能,已被很多报道证实,是一种值得综合研究开发的新型澄清剂。本研究所获得的澄清工艺对猕猴桃果酒的澄清与货架期的延长具有一定的指导意义,其扩大应用还需进一步的生产试验来验证。

## 参考文献:

- [1]徐清萍,朱广存. 野生猕猴桃酒发酵工艺研究[J]. 酿酒科技, 2010,196(10):79-81.
- [2]黄 诚,周长春,李 伟. 猕猴桃的营养保健功能与开发利用研究[J]. 食品科技,2007,32(4):51-55.
- [3]Latocha P, Jankowski P. Genotypic difference in postharvest characteristics of hardy kiwifruit (*Actinidia arguta* and its hybrids), as a new commercial crop Part II. Consumer acceptability and its main drivers[J]. Food Research International, 2011, 44(7, SI):1946-1955.
- [4]王 燕,唐 梅,刘 杨. 液态发酵生产峨眉山野生猕猴桃酒工艺探索[J]. 中国酿造,2010(8):178-180.
- [5]Bursal E, Gulcin I. Polyphenol contents and *in vitro* antioxidant activ-

- ities of lyophilised aqueous extract of kiwifruit (*Actinidia deliciosa*) [J]. Food Research International, 2011, 44(5):1482-1489.
- [6]赵中胜,韦 娜,富维纳,等. 猕猴桃酒发酵工艺研究[J]. 安徽农业科学,2012,40(6):3548-3550.
- [7]杨立英,李 超,史红梅,等. 果酒浑浊产生原因及澄清方法[J]. 中外葡萄与葡萄酒,2009(9):51-53.
- [8]薛桂新,王海松. 苹果梨酒澄清剂及澄清条件的研究[J]. 酿酒科技,2009(11):62-64.
- [9]左映平,孙国勇. 澄清剂在果酒中的应用研究进展[J]. 安徽农业科学,2012,40(34):16809-16811.
- [10]卫春会,黄治国,罗惠波,等. 苹果酒澄清处理方法的研究[J]. 酿酒科技,2012,220(10):59-62.
- [11]史青龙,樊明涛,马兆瑞,等. 桑葚酒澄清工艺的研究[J]. 西北农业学报,2005(6):178-181.
- [12]席 超,张 赞,闫振华,等. 壳聚糖澄清苹果酒的工艺优化及其效果评价[J]. 食品与发酵工业,2010(4):126-129.
- [13]卫春会,罗惠波,黄治国,等. 桑葚酒澄清剂的选择与处理工艺优化[J]. 现代食品科技,2013,29(4):812-816.
- [14]纪庆柱,周 涛. 澄清姜汁加工工艺的研究[J]. 现代食品科技,2010,26(8):850-854.

比表面能以及较强的阳离子交换能力和吸附性,可除去各种有害成分(金属离子、有机物)<sup>[4]</sup>。高岭土是二八面体的 1:1 型层状硅酸盐,比表面积越大,交换容量越大,可作为吸附材料<sup>[5]</sup>。氧化镁(轻烧氧化镁)具有较强的缓冲性能(pH 值最高不超过 9)以及较高的活性<sup>[6]</sup>。活性白土是由无机酸对膨润土进行酸化改性得到的膨润土改性产品,酸化改性可以提高膨润土的白度、比表面积、酸强度等,活性白土具有吸附脱色、催化等功能<sup>[7-8]</sup>。活性炭作为最古老、最重要的工业吸附剂之一,具有高度发达的孔隙结构、巨大的内比表面积,炭表面含有(或可以附加)多种官能团,具有催化性能,性能稳定,可以在不同温度、酸碱度中使用,可以再生<sup>[9]</sup>。活性氧化铝( $r\text{-Al}_2\text{O}_3$ )是多孔性、高分散度的固体物料,具有表面积大、吸附性能好、表面酸性、热稳定性良好等特点,可作为多种化学反应的催化剂及催化剂载体<sup>[10]</sup>。本试验以上述 8 种吸附材料作为研究对象,探讨不同脱色剂对五味子果实、藤茎中总三萜保留率的影响,以期从中筛选出适合五味子果实、藤茎提取液脱色的吸附剂。

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器

国华 HY-2 调速多用振荡器(常州国华电器有限责任公司);PTT-A+100 电子天平(福州华志科学仪器有限公司);SF-TDL-5A 台式低速离心机(上海菲恰尔分析仪器有限公司);HH-6 型数显恒温水浴锅(常州澳华仪器有限公司);PS-80A 洁康牌数码超声波清洗机(东莞洁康超声波有限公司);FW100 高速万能粉碎机(天津泰斯特仪器有限公司);TU-1810 紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器有限公司);电热恒温鼓风干燥箱(上海一恒科学仪器有限公司)。

### 1.2 试剂

齐墩果酸购自于中国药品生物制品检定所。无水乙醇、香草醛、冰乙酸、高氯酸、浓硫酸均为分析纯。食品级活性白土(200 目)(黄山泰柯活性漂白土有限公司);分析纯活性炭(粒)(天津市天达净化材料精细化工厂);化学纯硅藻土(天津市盛奥化学试剂有限公司);化学纯钙质膨润土(200 目)(阿拉丁);化学纯高岭土(国药集团化学试剂有限公司);化学纯活性氧化铝(国药集团化学试剂有限公司);分析纯氧化镁(轻质)(国药集团化学试剂有限公司);凹凸棒土(200 目)(无锡市欧微轻工科技有限公司)。

### 1.3 材料

五味子果实、五味子藤茎购自吉林省通化县,经中国农业科学院特产研究所药用植物研究室许世副研究员鉴定,分别为五味子的干燥果实与 4 年生五味子藤茎。

### 1.4 五味子样品的制备

1.4.1 五味子果实与藤茎提取液的制备 五味子果实、藤茎中均含有多种活性成分,如脂素、三萜类等,通常选用乙醇回流提取法。具体的工艺流程如下:将成熟的五味子果实与藤茎干燥后通过粉碎机粉碎,过 40 目筛,置于 50 ℃ 烘箱中,烘至恒质量;称取五味子果实、藤茎各 50.0 g,按料液比 1 g:10 mL 加入 95% 乙醇水溶液回流提取 3 次,每次 1.0 h,过滤后得滤液,定容至 500 mL。

1.4.2 脱色剂的前处理 将 8 种脱色剂(各 100 g)加入 95% 乙醇水溶液浸泡后自然沉降,至上清无浑浊为止,放入 50 ℃ 烘箱中烘干备用。

1.4.3 五味子脱色方法 取五味子果实、藤茎提取液各 20.0 mL,各加入 5% 脱色剂,振荡 2 h。脱色结束后,五味子滤液在离心机中以 4 500 r/min 离心 10 min。取上清液,用 95% 乙醇定容至 20.0 mL,分别测定脱色率、总三萜含量,每个处理重复 3 次,取平均值。

## 2 结果与分析

### 2.1 脱色率的测定

2.1.1 测定波长的确定 以蒸馏水作为参比,将未脱色的五味子果实、藤茎提取液分别在 400~800 nm 波长下扫描,确定五味子果实、藤茎提取液的最大吸收波长分别为 535、660 nm,如图 1 所示。

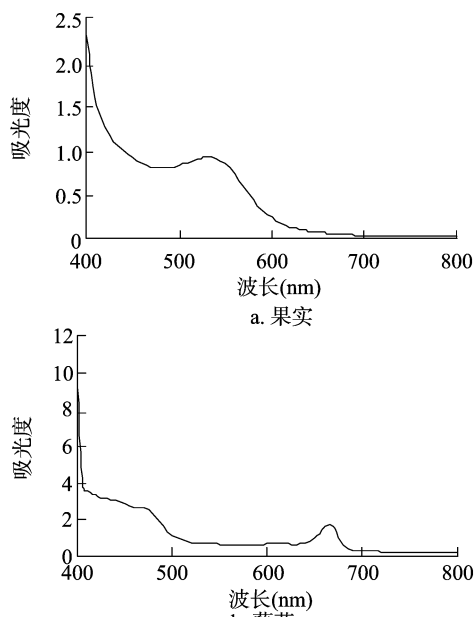


图1 五味子果实(A)、藤茎(B)的可见吸收光谱

2.1.2 样品脱色率的测定 以蒸馏水作为参比,脱色后的五味子果实、藤茎提取液分别在 535、660 nm 波长下测定吸光度,计算脱色率。脱色率计算公式如下:

$$\text{脱色率} = (D_1 - D_2) / D_1 \times 100\%。$$

式中: $D_1$  代表脱色前吸光度; $D_2$  代表脱色后吸光度。

### 2.2 方法学考察

2.2.1 标准曲线绘制 准确称取干燥至恒质量的齐墩果酸标准品 1.0 mg 置于 10 mL 容量瓶中,加入无水乙醇溶解,稀释至刻度,摇匀即得 0.1 mg/mL 标准品溶液。精确吸取齐墩果酸对照品溶液 0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.2 mL 置于试管中,沸水浴挥干乙醇,加 50 g/L 香草醛-冰乙酸溶液 0.2 mL 及高氯酸 0.8 mL,60 ℃ 水浴 15 min,冷却,加冰乙酸 5.0 mL,摇匀,在波长 547 nm 处测定吸光度  $D_{547\text{ nm}}$ 。以齐墩果酸浓度为横坐标,吸光度  $D_{547\text{ nm}}$  为纵坐标,建立标准曲线。回归处理得方程: $y = 0.0068x + 0.0097$ ,  $r^2 = 0.9991$ ,齐墩果酸浓度在 0~120  $\mu\text{g/mL}$  范围内  $D_{547\text{ nm}}$  与浓度线性关系良好(图 2)。

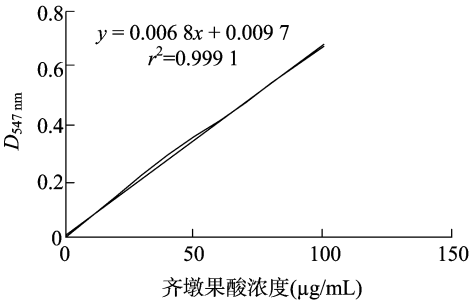


图2 齐墩果酸标准曲线

2.2.2 精密度试验 精确吸取对照品溶液 0.5 mL 共 6 份置于试管中,其余操作同标准曲线的制备,于 547 nm 处测定吸光度,对照品 *RSD* 值为 0.83%,表明本试验仪器精密度良好。

2.2.3 稳定性试验 取精密度项下的 4 号样品于 10、20、30、60、90、120 min 测定吸光度  $D_{547\text{ nm}}$ ,对照品溶液在显色后 30 min 内基本稳定,表明 2 种供试品溶液在 2 h 内稳定。

2.2.4 重复性试验 平行称取 6 份样品,制备供试品溶液,进样测定,*RSD* 值为 1.96%,表明方法重复性良好。

2.2.5 加样回收试验 称取已知含量的同一批果实、藤茎各 5 份,精密称定,分别加入相同量的对照品溶液,按供试品溶液制备方法制备,计算回收率,*RSD* 值分别为 2.75%、2.20% (表 1)。

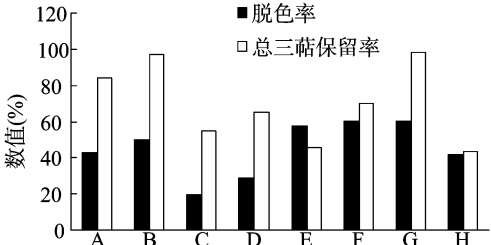
表 1 加样回收率试验结果(*n* = 5)

材料	样品中的含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	<i>RSD</i> 值 (%)
果实	2.83	5.45	8.24	0.992 661	2.75
	2.80	5.45	8.19	0.988 991	
	2.79	5.45	8.06	0.966 972	
	2.85	5.45	8.15	0.972 477	
	2.76	5.45	8.03	0.966 972	
	平均			0.972 477	
藤茎	2.97	5.45	8.40	0.996 33	2.20
	3.02	5.45	8.35	0.977 982	
	2.98	5.45	8.47	1.007 339	
	3.01	5.45	8.51	1.009 174	
	2.97	5.45	8.38	0.992 661	
	平均			0.977 982	

2.3 各种吸附剂的脱色率及总三萜保留率

从图 3 可知,不同脱色剂对五味子果实提取液的脱色效果由好到差分别为:凹凸棒土 > 活性炭 > 活性氧化铝 > 高岭土 > 氧化镁 > 硅藻土 > 钙质膨润土 > 活性白土,其中凹凸棒土对五味子果实提取液脱色效果最好,脱色率可达 60.47%,并且对总三萜的保留率最高。实际上,凹凸棒土在脱色过程中吸附的物质不仅是色素本身,在脱除色素的同时也将过氧化物、皂、痕量金属、磷、硫化物、氧化产物除去,而且凹凸棒土较廉价<sup>[11]</sup>,因此选择凹凸棒土作为五味子果实提取液脱色剂。

从图 4 可知,不同脱色剂对五味子藤茎提取液的脱色效果排序:活性炭 > 硅藻土 > 凹凸棒土 > 氧化镁 > 高岭土 > 活性氧化铝 > 活性白土 > 钙质膨润土,其中活性炭对五味子藤茎提取液的脱色效果较好,脱色率达到 69.24%,并且对总三萜的保留率相对较高。



A—氧化镁; B—高岭土; C—活性白土; D—钙质膨润土; E—活性氧化铝; F—活性炭; G—凹凸棒土; H—硅藻土。下图同。

图3 五味子果实脱色率及总三萜的保留率

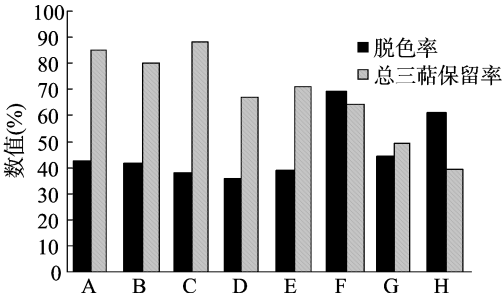


图4 五味子藤茎脱色率及总三萜的保留率

3 结论

本研究表明,五味子果实中主要色素是花色苷等,藤茎中主要色素是叶绿素,凹凸棒土、活性炭、活性氧化铝、高岭土、氧化镁、硅藻土、钙质膨润土、活性白土对花色苷、叶绿素等色素都有一定的吸附作用。但凹凸棒土对花色苷吸附作用最强,活性炭对叶绿素的吸附作用最强,并且它们对总三萜的保留率相对较高。

参考文献:

[1] 金银萍,焉 石,刘俊霞,等. 五味子科植物中环阿屯烷型三萜类成分及其药理作用研究进展[J]. 中草药,2014,45(4):582-589.

[2] 徐建军,张传顺,管继南. 硅藻土的应用及研究进展[J]. 广西轻工工业,2011,27(5):23-24.

[3] 胡 涛,钱运华,金叶玲,等. 凹凸棒土的应用研究[J]. 中国矿业,2005,14(10):73-76.

[4] 赵 兵,王国清. 膨润土对亚甲基蓝的吸附性能研究[J]. 离子交换与吸附,2002,18(2):156-160.

[5] 程宏飞,刘钦甫,王陆军,等. 我国高岭土的研究进展[J]. 化工矿产地质,2008,30(2):125-128.

[6] 郭如新. 氧化镁、氢氧化镁在环保领域中的应用[J]. 江苏化工,2004,32(2):1-4.

[7] 姜桂兰,张培萍. 膨润土加工与应用[M]. 北京:化学工业出版社,2005.

[8] 温 佩,武文洁,赵立辉. 膨润土的改性及应用研究进展[J]. 化工技术与开发,2008,37(2):27-31,44.

[9] 崔 静,赵乃勤,李家俊. 活性炭制备及不同品种活性炭的研究进展[J]. 炭素技术,2005,24(1):26-31.

[10] 郭秋宁. 活性氧化铝的性质、制备及应用[J]. 广西化工,1996,25(4):33-36.

[11] 刘元法,王兴国,金青哲,等. 油脂脱色过程中吸附剂对色素及微量成分的影响[J]. 中国油脂,2005,30(2):25-27.