

蓝峻峰,张春艳. 超声波辅助热提艾蒿黄酮工艺优化[J]. 江苏农业科学,2015,43(8):267-269.

doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2015.08.088

超声波辅助热提艾蒿黄酮工艺优化

蓝峻峰,张春艳

(柳州师范高等专科学校化学与生命科学系,广西柳州 545004)

摘要:以乙醇为提取溶剂,先用超声波处理再加热提取,以黄酮提取率为指标,研究加热温度、加热时间、料液比、乙醇浓度、超声波功率、超声提取时间对艾蒿黄酮得率的影响,利用正交试验优选其提取条件。结果表明:超声波辅助热提艾蒿黄酮的最佳工艺条件为:加热温度为 55 ℃,加热时间为 50 min,料液比为 1 g:10 mL,乙醇浓度为 50%,超声功率为 250 W,超声提取时间为 15 min。在此优化条件下,艾蒿中黄酮提取率达 6.581%。超声波辅助热提艾蒿黄酮提取效果较好,该方法具有较好的应用前景。

关键词:艾蒿;超声波;黄酮,

中图分类号: R284.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2015)08-0267-02

艾蒿(*Artemisia argyi*)别称冰台、甜艾、艾草、灸草等,是菊科蒿属多年生野生草本植物,主要分布于亚洲东部,在我国东北、华北、华东、西南等地均有分布。艾蒿具有温经止血、散寒止痛、镇咳平喘、止漏安胎、燥湿止痒等功效^[1-5]。我国民间将艾蒿制作成“艾团”“艾米果”“艾粑粑”等传统食物。艾蒿的主要化学成分有挥发油、桉叶烷、三萜类、黄酮,还含有多种氨基酸、脂肪酸、微量元素等^[5-10]。植物黄酮类化合物具有降脂、抗血栓、抗氧化、降糖、抗肿瘤、增强免疫力、延缓衰老、治疗慢性前列腺炎等多种功能。艾蒿的黄酮类化合物因具有抗病原微生物、保肝、抗炎、抗肿瘤等药理活性,而受到广泛关注^[11-13]。本研究采用超声波辅助加热提取艾蒿黄酮,以乙醇为溶剂,以芸香苷为对照品,测定艾蒿中总黄酮含量,优化提取工艺条件,旨在为艾蒿利用开发提供理论依据。

1 材料与仪器

1.1 材料

艾蒿采自广西壮族自治区柳州市郊区沙塘镇野外,经柳州师范高等专科学校覃逸明博士鉴定为菊科蒿属植物的地上部分。芸香苷标准品(中国成都曼斯特生物科技有限公司,批号:2010-A0103),无水乙醇、氢氧化钠、亚硝酸钠、氯化铝等均为分析纯,试验用水为蒸馏水(自制)。

1.2 主要仪器

FA2004B 型电子天平(上海恒平科学仪器有限公司),SHB-BP5A 型水循环真空泵(武汉金宝华科技有限公司),KQ3200DA 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司),HH-S4 型数显恒温水浴锅(金坛市医疗仪器厂),FW100 型高速万能粉碎机(天津市泰斯特仪器有限公司),UV-2550 型紫外可见分光光度计(日本岛津公司)等。

1.3 方法

1.3.1 提取方法

1.3.1.1 原料的准备 将艾蒿清洗、阴干,50 ℃下烘干 1 h 后粉碎,过 40 目筛,所得主要为叶子部分粉末。将艾蒿粉末置于干燥洁净的广口瓶内备用。

1.3.1.2 艾蒿黄酮的提取 称取 3.00 g 艾蒿粉末置于烧瓶内,加入一定量的乙醇溶液,选择适当的超声功率提取一定时间,转至水浴中加热回流提取一段时间,抽滤,低温保存所得艾蒿提取液,待测。

1.3.1.3 标准曲线绘制 以芸香苷作为黄酮标准品,采用 Al(NO₃)₃ 比色法^[14]测定其含量,绘制芸香苷标准曲线。称取 32 mg 芸香苷置于烧杯中,以 70% 乙醇溶解后转移至容量瓶中,配成 64.0 μg/mL 的标准品溶液,分别移取 0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 置于 50 mL 容量瓶中,依次加入 1 mL 0.05 mg/mL NaNO₂ 溶液、1 mL 0.10 mg/mL Al(NO₃)₃ 溶液、5 mL 4% NaOH 溶液,用 30% 乙醇溶液定容,摇匀,静置 10 min 后用分光光度计在波长 510 nm 下测定吸光度。以吸光度为横坐标(x),芸香苷浓度为纵坐标(y)绘制标准曲线,得回归方程为: $y=93.842x-0.3756$,相关系数 $r=0.9996$,说明在 0~64 μg/mL 浓度范围内有较好的线性关系。

1.3.1.4 黄酮含量的测定 移取 1.0 mL 艾蒿提取液置于 25 mL 容量瓶中,加入 30% 乙醇 7.5 mL 稀释,加 5% NaNO₂ 溶液 1.0 mL,摇匀,静置 6 min,加入 Al(NO₃)₃ 溶液 1.0 mL,摇匀,静置 6 min 后再加入 4% NaOH 溶液 10 mL,摇匀,用 30% 乙醇溶液定容,静置 15 min,以空白为参比,于波长 510 nm 下测定吸光度,平行 3 次,取平均值,用回归方程计算黄酮浓度,并计算黄酮提取率。黄酮提取率计算公式如下:

$$\text{黄酮提取率} = \text{黄酮质量} / \text{艾蒿质量} \times 100\%$$

1.4 正交试验

在单因素试验基础上,选取料液比、乙醇体积分数、超声功率、超声时间、加热温度、提取时间作为正交试验因素,每个因素取 5 个水平,利用正交表 L₂₅(5⁶)进行试验,优化艾蒿黄酮提取工艺。试验因素与水平安排见表 1。

1.5 验证试验

根据正交试验优化工艺条件,利用最佳工艺条件,按照

收稿日期:2014-08-07

基金项目:广西高等学校科研项目(编号:LX2014492)。

作者简介:蓝峻峰(1973—),男,壮族,广西忻城人,硕士,副教授,主要从事天然产物化学研究。E-mail: lszljf@163.com。

表 1 超声波辅助热提艾蒿黄酮工艺条件正交试验因素与水平

水 A:	加热温 B:	加热时 C:	料液比 D:	乙醇浓 E:	超声波 F:	超声提取
平 度(℃)	间(min)	(g : mL)	度(%)	功率(W)	时间(min)	
1	55	50	1 : 10	50	150	5
2	65	70	1 : 15	60	175	10
3	75	90	1 : 20	70	200	15
4	85	110	1 : 25	80	225	20
5	95	130	1 : 30	90	250	25

“1.3.1.2”节的方法处理及制备样品,按“1.3.1.4”节的方法测定黄酮含量及提取率,重复 3 次,计算平均值。

2 结果与分析

2.1 正交试验结果

由表 2 可知,6 个因素对超声波辅助热提艾蒿黄酮提取效果的影响主次顺序为:超声波功率 > 超声提取时间 > 加热温度 > 乙醇浓度 > 料液比 > 加热时间,最佳工艺条件为 A₁B₁C₁D₁E₅F₃,即加热温度为 55 ℃,加热时间为 50 min,料液比为 1 g : 10 mL,乙醇浓度为 50%,超声功率为 250 W,超声提取时间为 15 min,在该提取条件下,艾蒿黄酮的提取率较高。

表 2 超声波辅助热提艾蒿黄酮工艺条件正交试验结果

处理	A:加热 温度	B:加热 时间	C:料 液比	D:乙醇 浓度	E:超声 波功率	F:超声 提取时间	提取率 (%)
1	1	1	1	1	1	1	1.306
2	1	2	2	2	2	2	4.054
3	1	3	3	3	3	3	5.709
4	1	4	4	4	4	4	5.878
5	1	5	5	5	5	5	4.520
6	2	1	2	3	4	5	4.337
7	2	2	3	4	5	1	4.082
8	2	3	4	5	1	2	1.446
9	2	4	5	1	2	3	4.098
10	2	5	1	2	3	4	5.310
11	3	1	3	5	2	4	3.360
12	3	2	4	1	3	5	3.661
13	3	3	5	2	4	1	3.766
14	3	4	1	3	5	2	5.963
15	3	5	2	4	1	3	2.079
16	4	1	4	2	5	2	6.481
17	4	2	5	3	1	4	1.728
18	4	3	1	4	2	5	2.175
19	4	4	2	5	3	1	2.744
20	4	5	3	1	4	3	5.221
21	5	1	5	4	3	2	4.961
22	5	2	1	5	4	3	6.128
23	5	3	2	1	5	4	6.396
24	5	4	3	2	1	5	1.029
25	5	5	4	3	2	1	1.704
k ₁	4.293	4.089	4.176	4.136	1.518	2.720	
k ₂	3.855	3.931	3.922	4.128	3.078	4.106	
k ₃	3.766	3.898	3.880	3.888	4.477	4.953	
k ₄	3.670	3.942	3.834	3.835	5.066	4.534	
k ₅	4.044	3.767	3.815	3.640	5.488	3.144	
R	0.623	0.322	0.361	0.496	3.970	2.233	

2.2 方差分析

为了考察试验安排的 6 个因素对结果的影响,对正交试验结果进行方差分析(表 3)。从表 3 可以看出,E、F 因素对

黄酮提取率影响显著,其余 4 个因素影响均不显著,因此可以认为,在该试验方案中,超声波功率、超声时间是影响黄酮得率的关键因素。

表 3 超声波辅助热提艾蒿黄酮工艺条件正交试验结果方差分析

因素	平方和	自由度	F 值	P 值
A:加热温度	1.226	4	4.626	
B:加热时间	0.265	4	1.000	
C:料液比	0.428	4	1.615	
D:乙醇浓度	0.884	4	3.336	
E:超声波功率	52.817	4	199.309	<0.01
F:超声提取时间	18.626	4	70.287	<0.01

注:F_{0.01}(4,24) = 16.000。

2.3 验证试验结果

经过对正交试验进行分析,得出最佳提取工艺条件,进行 3 次平行验证试验,结果见表 4。由验证试验可知,该工艺条件下黄酮提取率为 6.581%,该提取条件为超声波辅助热提法提取艾蒿黄酮的最佳工艺条件。

表 4 超声波辅助热提艾蒿黄酮工艺条件验证试验

序号	提取率(%)	RSD 值
1	6.580	
2	6.582	
3	6.580	
平均值	6.581	0.018

3 结论与讨论

本研究结果表明,超声波辅助热提法提取艾蒿黄酮的最佳提取工艺条件是:加热温度为 55 ℃,加热时间为 50 min,料液比为 1 g : 10 mL,乙醇浓度为 50%,超声功率为 250 W,超声提取时间为 15 min,提取用时短,提取温度低,降低了提取能耗。超声波作用于液体中时,液体中每个气泡的破裂瞬间会产生能量极大的冲击波,相当于瞬间产生几百度的高温和高达上千个大气压,形成“空化作用”^[15]。植物组织中的空化气泡在超声波的作用下,经历多次周期性膨胀—收缩循环振荡直至细胞被破坏,从而使细胞内部的有效成分被释放出来。本研究采用 L₂₅(5⁶)正交表设计试验,安排了 6 因素 5 水平试验,仅需 25 次试验就能得到最佳试验条件,是较好的优选提取工艺条件的方法。

参考文献:

[1] 江苏新医学院. 中药大词典:上册[M]. 上海:上海科学技术出版社,1986:1172—1175.
[2] 蔡 平. 艾叶的药理作用及应用[J]. 时珍国医国药,2001,12(12):1137—1139.
[3] 浙江省平喘药研究协作组. 艾叶油新的平喘有效成分的研究[J]. 中草药,1982,13(6):1—4.
[4] 李 慧. 艾叶的药理研究进展及开发应用[J]. 基层中药杂志,2002,16(3):51—53.
[5] 张 燕. 北艾蒿挥发油成分研究[J]. 广西植物,2006,26(1):110—112.
[6] 杨 华,田 锐,李龙天,等. 陕北艾蒿挥发性化学成分研究[J]. 广东农业科学,2008(11):103—105.
[7] 王新芳,董 岩,孔春燕. 艾蒿的化学成分及药理作用研究进展

张艳侠, 张立华, 孙东东, 等. 干燥方法对石榴果粉品质特性的影响[J]. 江苏农业科学, 2015, 43(8): 269–271.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2015.08.089

干燥方法对石榴果粉品质特性的影响

张艳侠¹, 张立华², 孙东东², 赵登超³, 孙 蕾³

(1. 枣庄职业学院农学系, 山东枣庄 277800; 2. 枣庄学院枣庄市石榴工程技术研究中心, 山东枣庄 277160;
3. 山东省林业科学研究院, 山东济南 250014)

摘要:为了给石榴果粉规模化生产提供技术依据, 分析比较了微波干燥、真空冷冻干燥、喷雾干燥所制石榴果粉的品质特性, 还比较了以麦芽糊精、可溶性淀粉、 β -环糊精作为助干剂的干燥效果。结果表明: 麦芽糊精的助干效果最好; 喷雾干燥的石榴果粉出粉率(20%)较高, 分散时间(92 s)较短, 容重(0.30 g/mL)、含水率(1.63%)较低, 仅流动性(休止角 65°)较差。总体看出, 喷雾干燥制得的石榴果粉品质特性更优, 有利于保持石榴的风味和营养价值。

关键词:石榴果粉; 干燥方法; 品质特性

中图分类号: TS255.36 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2015)08-0269-03

石榴为石榴科石榴属的落叶灌木或小乔木, 原产伊朗、阿富汗等地区, 相传为西汉张骞出使西域时引入中国。石榴果实含有丰富的碳水化合物、蛋白质、多种氨基酸和人体必需的元素如 K、Ca、Mg、Na 等, 此外还含有 Cu、Fe、Zn 等微量元素、多种维生素^[1]。石榴含 11%~14% 糖、0.4%~1.0% 果酸、79% 水分, 维生素 C 含量是苹果、梨的 1~2 倍, 在各种水果中十分突出; 石榴籽粒有御饥疗渴、解醒止醉、生津化食、解毒、止泻、抗癌、抗衰老等多种功效。

果粉是将各种水果经干燥处理脱水、粉碎后制得的粉末状物质, 具有既保持原有营养成分、风味物质, 又有利于人体消化吸收的特点。近年来, 由于果粉具有天然营养、易使用、易储运等优点, 已成为果蔬加工的热点之一^[2-5]。

随着食品工业科技的发展, 果蔬产品的干燥方法也愈来愈多, 从早期自然干燥、热风干燥, 到现在的微波干燥、喷雾干燥、真空冷冻干燥等。自然干燥方法受人为主因素、自然条件的影响较大, 干燥品质难以保证^[6]。热风干燥是最常用的干燥方式, 温度梯度、水分梯度是呈反向变化的, 越接近干燥后期,

物料水分越难以蒸发, 干燥时间越长, 能量的消耗也就越大, 且热风干燥的速度较慢, 时间较长^[7]。微波干燥是现在一种新型的干燥方法, 微波干燥的优点为干燥速度快、物料干燥均匀、干燥过程中物料不易结壳、能量利用效率高、投资较少; 缺点是如果操作不当, 微波干燥后的物料质量比较低^[8]。真空冷冻干燥是通过升华作用从冻结的物料中除去水分或其他溶剂的过程, 具有保持产品的原有活性、外观、色泽、形态, 以及样品溶解速度快、残余水分较低等特点, 是获得高品质生物制品的干燥方法^[9]。喷雾干燥最适合富含热敏性营养元素的果蔬汁的加工, 同时由于干燥过程中物料受热时间短、料温低, 果蔬的营养成分与风味能得到很好的保留, 而且产品颗粒度小而均匀, 具有很好的分散性和速溶性。因此, 喷雾干燥的产品既可以直接冲饮, 又可以作为复合食品配料, 具有很大优势^[10]。

目前石榴已被加工成果汁、果醋、果酒等产品, 而有关石榴果粉的报道较少。本研究采用喷雾干燥、微波干燥、真空冷冻干燥法制备石榴果粉, 并比较它们的物理特性, 探讨石榴果粉的最佳加工方法, 以期对石榴果粉的工业化生产提供理论依据和技术参考。

1 材料与方法

1.1 试验材料

石榴原汁由枣庄一家果汁公司提供; 麦芽糊精、可溶性淀粉、 β -环糊精均为食品级。

收稿日期: 2015-01-15

基金项目: 国家林业公益性行业科研专项(编号: 201204402); 枣庄学院博士科研基金(编号: 20120018)。

作者简介: 张艳侠(1969—), 女, 山东枣庄人, 硕士, 副教授, 主要从事植物学研究。E-mail: 465608563@qq.com。

通信作者: 张立华, 博士, 教授, 硕士生导师, 主要从事植物资源开发研究。E-mail: chinazhanglh@163.com。

- [J]. 时珍国医国药, 2006, 17(2): 174–175.
- [8] 蒋 勇. 艾蒿主要药用成分的研究进展[J]. 安徽农业科学, 2011, 39(14): 8367–8368.
- [9] 王登奎, 吴 刚, 程向晖, 等. 野艾蒿中氨基酸、维生素、微量元素的含量分析[J]. 中成药, 2006, 28(11): 1658–1660.
- [10] 詹忠根. 野艾蒿黄酮对活性氧自由基的清除作用及其脂肪酸成分的 GC-MS 分析[J]. 食品科技, 2008, 33(11): 177–179.
- [11] 周 峰, 秦路平, 连佳芳, 等. 艾叶的化学成分、生物活性和植物资源[J]. 药学实践杂志, 2000, 18(2): 96–98, 103.
- [12] 张赟彬, 李彩侠, 吴亚卿. 黄酮类化合物的研究进展[J]. 食品与机械, 2005, 21(5): 77–80.
- [13] 张 婉, 唐 丽, 谢 坤, 等. 蒿属植物黄酮类化学成分及药理活性研究概况[J]. 中央民族大学学报: 自然科学版, 2009, 18(1): 73–77.
- [14] 蓝峻峰, 谢济运. 果胶酶法提取叶下珠黄酮的工艺优化[J]. 安徽农业科学, 2010, 38(21): 11128–11129.
- [15] 李 林. 超声场下空化气泡运动的数值模拟和超声强化传质研究[D]. 成都: 四川大学, 2006.