

郑国栋,林乐珍,黎冬明.微波辅助提取平卧菊三七中总黄酮的工艺研究[J].江苏农业科学,2015,43(8):279-281.

doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2015.08.092

微波辅助提取平卧菊三七中总黄酮的工艺研究

郑国栋¹,林乐珍²,黎冬明¹

(1. 江西农业大学食品科学与工程学院/江西省天然产物与功能食品重点实验室,江西南昌 330045;

2. 江西农业大学图书馆,江西南昌 330045)

摘要:用微波辅助提取平卧菊三七中总黄酮,考察乙醇浓度、料液比、微波功率、微波时间 4 个因素对总黄酮提取率的影响,通过单因素试验和正交试验确定提取的最佳工艺条件。 $L_9(3^4)$ 正交试验结果表明,各因素对平卧菊三七中总黄酮提取率的影响大小顺序为乙醇浓度 > 微波功率 > 料液比 > 微波时间;总黄酮提取的最佳工艺为微波功率 700 W、料液比 1 g : 25 mL、微波时间 20 min、乙醇浓度 60%,总黄酮的得率为 2.208%。

关键词:平卧菊三七;总黄酮;超声提取;正交设计

中图分类号:R284.2 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-1302(2015)08-0279-02

平卧菊三七 [*Gynura procumbens* (Lour.) Merr.] 是一种多年生菊科三七属植物,在印尼、马来西亚等东南亚国家作为食品食用,而在我国也在 2012 年 5 月被国家卫生部批准为新资源普通食品。平卧菊三七有许多生理功效,如抑菌、抗氧化、降脂、降糖、降压等^[1-6],其主要功能成分有黄酮类、绿原酸、萜烯类、香豆素等^[2,7-8]。1998 年从马来西亚引进的平卧菊三七在江西省靖安、丰城等县通过无性扦插技术大面积推广栽培,且单位面积产量高、成本低,是具有很好的开发和利用潜力的新资源食品。目前还未报道过平卧菊三七黄酮提取工艺。本研究采用微波辅助提取平卧菊三七中总黄酮的工艺,运用正交试验对相关工艺参数进行优化,确定最佳的提取工艺条件,为今后进一步分离纯化平卧菊三七黄酮提供试验数据,也为新资源食品平卧菊三七的利用和开发提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 仪器

微波催化合成/萃取仪(北京祥鹤科技发展有限公司); UV-754 型紫外可见分光光度计(上海光谱仪器有限公司); 电子天平(上海精密科学仪器有限公司)。

1.2 材料与试剂

平卧菊三七叶采于江西农业大学中药园,烘干粉碎后,过 40 目筛,装袋,4℃ 保存备用。芸香苷标准品购于上海试剂三厂;其他试剂均为分析纯。

1.3 方法

1.3.1 微波辅助提取总黄酮工艺流程 平卧菊三七叶粉末→乙醇溶液浸提→微波处理→离心→取上层清液→定容→测吸光度→分析黄酮含量。

1.3.2 芸香苷标准曲线的绘制 取一定量芸香苷标准品配制成 200 μg/mL 的标准溶液,然后用移液枪分别吸取标准溶液 0.4、0.8、1.2、1.6、2.0 mL 置入 10 mL 容量瓶中,加

0.3 mL 5% NaNO₂ 放置 6 min 后,再加 0.3 mL 10% Al(NO₃)₃,放置 6 min 后加 4 mL 4% NaOH,用蒸馏水定容。在 510 nm 处测得吸光度,以吸光度为纵坐标、芸香苷浓度为横坐标绘制标准曲线(图 1),得回归方程 $y = 0.0091x - 0.0024$, $r^2 = 0.9995$ 。

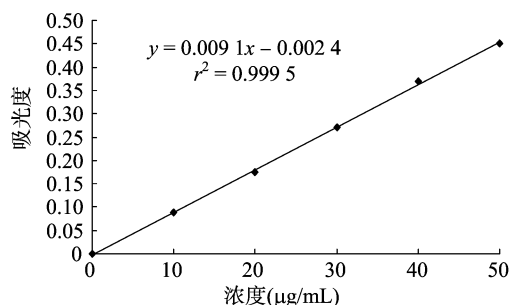


图1 芸香苷标准曲线

1.3.3 平卧菊三七中总黄酮的提取 称取 1 g 平卧菊三七粉末,按一定的料液比加入乙醇溶液摇匀,浸湿粉末后,按照一定微波时间和功率进行提取,提取液摇匀过滤,取滤液 0.5 mL 定容到 10 mL,在 510 nm 处测吸光度,计算提取率。

1.3.4 单因素试验 按“1.3.3”节中平卧菊三七总黄酮提取方法,考察乙醇浓度、微波时间、微波功率、料液比 4 个可能影响提取效果的因素,以总黄酮提取率为参考指标,确定各因素的合适区间,做单因素试验。在分析某一因素对平卧菊三七总黄酮提取率的影响时,固定其他因素和水平,每次试验重复 3 次。

1.3.5 正交试验 在单因素试验基础上,确定乙醇浓度、微波功率、微波时间、料液比 4 个因素进行正交试验,以总黄酮提取率为考察指标,确定提取平卧菊三七中总黄酮的最佳工艺条件,每次试验重复 2 次,进行有重复试验的正交分析。

1.3.6 提取工艺验证 为进一步确定最佳工艺的稳定性 and 合理性,按照最佳工艺条件重复 5 次试验,分别测定平卧菊三七总黄酮的提取率。

1.4 数据处理

单因素试验中均取 3 次重复试验平均值作图;正交试验的数据用 SPSS 17.0 软件进行分析。

收稿日期:2014-08-16

基金项目:国家“863”计划(编号:2013BDA10B04)。

作者简介:郑国栋(1969—),男,福建长乐人,博士,副教授,主要从事天然产物提取与分离研究。E-mail: zrs150716@aliyun.com。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 乙醇浓度对总黄酮提取率的影响 从图 2 中可以看出,乙醇浓度在 60% 以下时,总黄酮提取率随乙醇浓度升高而明显升高,而在乙醇浓度为 60% ~ 90% 时,总黄酮提取率却呈下降趋势。这是由溶剂不同的介电性能和极性而引起的。体积分数 60% 的乙醇对平卧菊三七总黄酮的溶出性能在所试验范围内是最好的,因此选择 50%、60%、70% 乙醇浓度 3 个水平做正交试验。

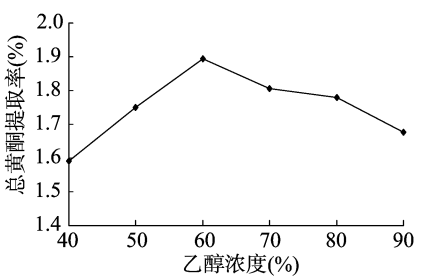


图2 乙醇浓度对总黄酮提取率的影响

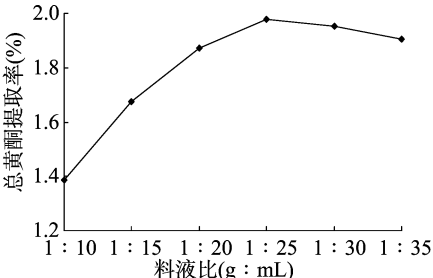


图3 料液比对总黄酮提取率的影响

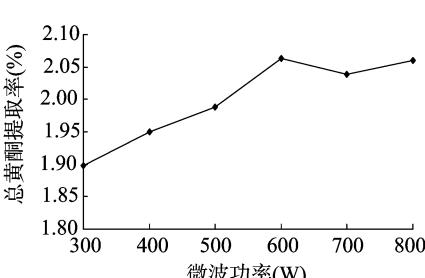


图4 微波功率对总黄酮提取率的影响

2.1.4 微波时间对总黄酮提取率的影响 由图 5 可知,微波提取开始 15 min 内,总黄酮提取率随时间延长而上升,但 15 min 以后,总黄酮提取率反而下降,这可能是因为微波时间过长,破坏了部分黄酮结构,导致总黄酮提取率降低。因此,选择 10、15、20 min 3 个水平做正交试验。

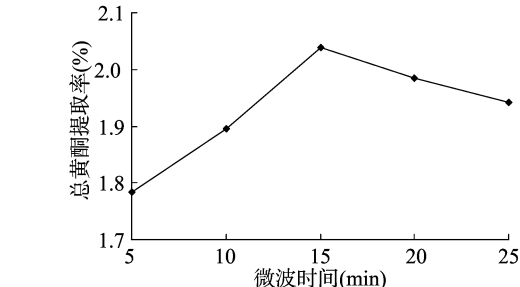


图5 微波时间对总黄酮提取率的影响

2.2 正交试验

试验中各因素之间相互交叉影响,因此要全面考虑微波提取的工艺参数。根据上述单因素试验的结果及相关资料,确定以微波功率(A)、料液比(B)、微波时间(C)、乙醇浓度(D)4 个因素进行正交试验设计(表 1)。正交试验和方差分析、显著性检验结果见表 2 和表 3,表明微波功率、料液比、乙醇浓度 3 个因素对总黄酮提取率有显著或极显著影响。从表 2 可知,4 个因素对总黄酮提取率的影响大小依次为乙醇浓度(D) > 微波功率(A) > 料液比(B) > 微波时间(C),提取平卧菊三七总黄酮的最佳工艺条件为 A₃B₂C₃D₂,即微波功率 700 W,料液比 1 g : 25 mL,微波时间 20 min,乙醇浓度 60%。

表 1 平卧菊三七总黄酮提取正交试验因素与水平

| 水平 | 因素 | | | |
|----|---------|-----------|-----------|---------|
| | 微波功率(W) | 料液比(g:mL) | 微波时间(min) | 乙醇浓度(%) |
| 1 | 500 | 1:20 | 10 | 50 |
| 2 | 600 | 1:25 | 15 | 60 |
| 3 | 700 | 1:30 | 20 | 70 |

2.1.2 料液比对总黄酮提取率的影响 由图 3 可知,料液比在 1 g : 10 mL ~ 1 g : 25 mL 之间时总黄酮提取率随提取溶剂比例增大而提高,随后变化不明显,因此选择 1 g : 20 mL、1 g : 25 mL 和 1 g : 30 mL 3 个水平做正交试验。

2.1.3 微波功率对总黄酮提取率的影响 由图 4 可见,微波功率在 600 W 以内时,随着功率增大,总黄酮提取率呈上升趋势。当功率继续增大时提取率变化不明显。微波功率增大,促进平卧菊三七细胞内物质释放、扩散及溶解,从而提高总黄酮的提取率,当功率达到一定时,细胞内物质充分溶出后,就不再增加了。因此选择 500、600、700 W 3 个水平做正交试验。

表 2 平卧菊三七总黄酮提取正交试验结果

| 试验号 | 因素 | | | | 提取率(%) | |
|----------------|--------|--------|--------|--------|--------|-------|
| | A | B | C | D | 重复 1 | 重复 2 |
| 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1.590 | 1.642 |
| 2 | 1 | 2 | 2 | 2 | 1.854 | 1.895 |
| 3 | 1 | 3 | 3 | 3 | 1.634 | 1.654 |
| 4 | 2 | 1 | 2 | 3 | 1.808 | 1.789 |
| 5 | 2 | 2 | 3 | 1 | 1.686 | 1.735 |
| 6 | 2 | 3 | 1 | 2 | 1.986 | 1.896 |
| 7 | 3 | 1 | 3 | 2 | 2.029 | 2.120 |
| 8 | 3 | 2 | 1 | 3 | 2.099 | 1.997 |
| 9 | 3 | 3 | 2 | 1 | 1.733 | 1.760 |
| K ₁ | 10.269 | 10.978 | 10.839 | 10.146 | | |
| K ₂ | 10.900 | 11.266 | 10.858 | 11.780 | | |
| K ₃ | 11.738 | 10.663 | 11.210 | 10.981 | | |
| k ₁ | 1.712 | 1.830 | 1.807 | 1.691 | | |
| k ₂ | 1.817 | 1.878 | 1.810 | 1.963 | | |
| k ₃ | 1.956 | 1.777 | 1.868 | 1.830 | | |
| R | 0.244 | 0.101 | 0.061 | 0.272 | | |

表 3 平卧菊三七总黄酮提取正交试验结果的方差分析

| 变异来源 | 平方和 | 自由度 | 均方 | F 值 |
|---------|---------|-----|---------|-------------|
| A(微波功率) | 0.181 0 | 2 | 0.090 5 | 46.467 1 ** |
| B(料液比) | 0.030 3 | 2 | 0.015 2 | 7.783 3 * |
| C(微波时间) | 0.014 6 | 2 | 0.007 3 | 3.735 0 |
| D(乙醇浓度) | 0.222 5 | 2 | 0.111 3 | 57.123 0 ** |
| 误差 | 0.017 5 | 9 | 0.001 9 | |
| 总和 | 0.465 9 | 17 | | |

注:“*”“**”分别表示影响显著(P < 0.05)、极显著(P < 0.01)。

采用以上最佳提取工艺条件进行 5 次重复试验,得到平卧菊三七中总黄酮提取率分别为 2.179%、2.203%、2.207%、2.233%、2.216%,其均值为 2.208%,相对标准偏差

周翠英,汤 瑾,周建俭,等. 气调包装保鲜翠冠梨的试验[J]. 江苏农业科学,2015,43(8):281-283.

doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2015.08.093

气调包装保鲜翠冠梨的试验

周翠英,汤 瑾,周建俭,李媛媛

(苏州农业职业技术学院,江苏苏州 215008)

摘要:以翠冠梨为试验材料,研究气调包装对翠冠梨保鲜的影响。结果表明,7.0% O₂ + 0.5% CO₂ 的气体组成能使翠冠梨贮藏 120 d。贮藏效果表明,气调包装能抑制翠冠梨的糖、酸和维生素 C 的降解以及多酚氧化酶与过氧化物的活性,延缓硬度的下降,减少褐变,延长贮藏期。

关键词:气调包装;气体组成;翠冠梨;保鲜;糖;酸;维生素 C;活性;硬度;褐变;贮藏期

中图分类号: S661.209+.3 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2015)08-0281-03

翠冠梨味甜汁多、肉脆、口感好,但常温下不易贮存,难以长期供应市场,寻求适宜的贮藏条件和方法、避开上市高峰已成为亟待解决的问题。近年来,气调保鲜在梨的保鲜中的作用已有报道,大量研究结果表明,气调贮藏能较好地保持果实的硬度,减弱多酚氧化酶(PPO)活性,减少维生素 C 的损失,防止褐变,维持果实较好的品质和风味,延长货架期^[1-5],但气调保鲜翠冠梨的研究鲜有报道。本研究采取气调包装贮藏的方法进行保鲜试验,分析贮藏中果实品质及相关指标的变化,旨在为翠冠梨的气调贮藏保鲜提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

收稿日期:2014-08-18

基金项目:江苏省苏州市科研院校结对服务现代农业园区项目(编号:jd201314)。

作者简介:周翠英(1969—)女,四川眉山人,硕士,副教授,从事食品科学与工程的教学与研究。E-mail:zcyfood@163.com。

(RSD)为 1.217%。因此,通过正交试验筛选出的平卧菊三七总黄酮微波提取的工艺条件合理,稳定可靠,具有较好的可操作性和重复性。

3 结论

以平卧菊三七为原料,乙醇为溶剂,经过单因素试验和正交试验,确定微波辅助提取平卧菊三七中总黄酮的最佳工艺为微波功率 700 W、料液比 1 g:25 mL、微波时间 20 min、乙醇浓度 60%,在此工艺条件下,总黄酮提取率为 2.208%。本试验优化的平卧菊三七中总黄酮的提取工艺,为今后进一步分离纯化平卧菊三七中总黄酮提供了试验数据和理论依据。

参考文献:

- [1] 郑国栋,帅丽乔娃,黎冬明,等. 平卧菊三七提取及抗菌作用的研究[J]. 食品科技,2014,39(4):218-221.
- [2] Akowuah G A, Mariam A, Chin J H. The effect of extraction temperature on total phenols and antioxidant activity of *Gynura procumbens*

1.1.1 材料 翠冠梨采集于江苏省苏州市阳澄湖镇洋沟湊村梨园。

1.1.2 仪器 MAP-HL360 气调包装机,江苏苏州森瑞保鲜设备有限公司;EU-2800RS 紫外可见分光光度计,上海昂拉仪器有限公司;JA5003N 型电子天平,上海精密科学仪器有限公司;WYT-II 型手持折光仪,四川成都青羊联合光学仪器成套部;GY-1 硬度计,牡丹江机械研究所。

1.2 试验方法

试验翠冠梨在 2013 年 8 月 5 日早晨采收,选择大小形状均匀、无病害、无腐烂的新鲜健康果,采后 0.5 h 内运送到江苏苏州森瑞保鲜设备有限公司,立即预冷至 1℃,装入 LDPE 和 PVC 复合保鲜盒中并按不同气体成分组成密封包装,放入(1.0±0.5)℃的冷库中贮藏。

根据前期试验结果,0.5% CO₂ 为保鲜翠冠梨的适宜条件,低氧气调对翠冠梨保鲜的影响试验设计 3 个气体组分进行密封包装,在(1.0±0.5)℃下贮藏,盒内气体为空气(对照)。在包装盒内充入不同的气体成分,具体情况见表 1。

leaf[J]. Pharmacognosy Magazine,2009,5(17):81-85.

- [3] Iskander M N, Song Y, Coupar I M, et al. Antiinflammatory screening of the medicinal plant *Gynura procumbens*[J]. Plant Foods for Human Nutrition,2002,57(3/4):233-244.
- [4] 郑国栋,钟树生,张清峰,等. 平卧菊三七对小鼠血糖及血脂的影响[J]. 现代食品科技,2013,29(12):2800-2804.
- [5] Kim M J, Lee H J, Wiryowidagdo S, et al. Antihypertensive effects of *Gynura procumbens* extract in spontaneously hypertensive rats[J]. Journal of Medicinal Food,2006,9(4):587-590.
- [6] Hoe S Z, Kamaruddin M Y, Lam S K. Inhibition of angiotensin-converting enzyme activity by a partially purified fraction of *Gynura procumbens* in spontaneously hypertensive rats[J]. Medical Principles and Practice,2007,16(3):203-208.
- [7] 朱玉婷,廖为明,郑国栋,等. 平卧菊三七中绿原酸的提取纯化工艺研究[J]. 湖北农业科学,2012,51(19):4348-4352.
- [8] Hew C S, Gam L H. The identification of high abundant proteins in the leaves of *Gynura procumbens*[J]. Biotechnology & Biotechnological Equipment,2010,24:2132-2136.