

梓树果实中黄酮类化合物提取工艺研究

宫玉婷, 王 钰, 阿不都拉·阿巴斯*
(新疆大学生命科学与技术学院, 新疆 乌鲁木齐 830046)

摘 要: 以梓树果实为原料, 对黄酮类化合物提取工艺进行研究, 采用单因素试验法对影响梓树果实中黄酮类化合物提取率的主要因素进行了分析, 利用正交试验优化了提取总黄酮的最佳工艺条件。研究表明, 梓树果实中提取黄酮类化合物的最佳条件为: 乙醇浓度 60%, 提取温度 70℃, 料液比 1:20, 提取时间 2.0h, 在最佳条件下总黄酮的提取率为 4.83%。

关键词: 梓树; 黄酮; 提取

Study on Extraction Technology of Flavonoids from Fruit of *Catalpa Ovata* G. Don.

GONG Yu-ting, WANG Yu, ABDULLA Abbas*
(College of Life Science and Technology, Xinjiang University, Urumqi 830046, China)

Abstract: The extraction technology of flavonoids from *Catalpa Ovata* G. Don. was studied. Main factors influencing the extraction of flavonoids from the fruit of *Catalpa Ovata* G. Don. were studied by single factor tests, and the optimum technology extracting flavonoids from the fruit of *Catalpa Ovata* G. Don. was studied by orthogonal test. Optimized conditions for the extraction of flavonoids was obtained as: ethanol concentration 60%, extraction temperature 70℃, material to solvent 1:20, extraction time 2.0h, and extract yield is 4.83%.

Key words *Catalpa Ovata* G.; flavonoid; extraction

中图分类号: TS201.1

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2008)04-0193-03

梓树(*Catalpa Ovata* G. Don.)又名臭梧桐、黄金树、豇豆树等。原产于中国, 分布于长江流域及以北地区。其果实为蒴果、细长、圆柱形, 长达 20~30cm, 径约 1cm, 多数下垂。梓树果实(梓实)性味甘平, 具有利尿消肿的作用。主治慢性肾炎、浮肿、肝硬化腹水。而梓树根皮(梓白皮)性味苦寒, 具有解毒、杀虫的作用, 主治疥疮、皮肤瘙痒^[1]。

黄酮类化合物作为一种功能成分, 具有许多有益的生理效应和药理作用, 越来越引起人们的重视。黄酮类化合物在植物界广泛分布, 具有消除自由基、抗氧化、降血糖血脂、抗心率失常、增强机体免疫力^[2-6]、抗衰老、治疗心脑血管疾病、降血压、治疗慢性前列腺炎、抗肿瘤作用、消炎、镇痛、抗菌作用、对消化系统溃疡的保护作用和药用保健功能^[7-9]。

1 材料与方法

1.1 材料

梓树果实采于新疆大学校园, 由阿不都拉·阿巴

斯教授鉴定为紫葳科梓树属梓树。

1.2 试剂

芦丁标准品; 无水乙醇、乙醚、亚硝酸钠、硝酸铝、氢氧化钠均为分析纯。

1.3 仪器

S24 可见分光光度计; RE-52A 旋转蒸发仪; SHZ-D 循环水式真空泵; 电子分析天平; DHG-9141A 型电热恒温干燥箱; HH-S 型水浴锅。

1.4 总黄酮的测定

精密称取芦丁对照品 0.0345g, 置于 100ml 容量瓶中, 加入 30% 乙醇溶解并稀释至刻度, 准确量取芦丁标准品溶液。0.0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0ml 置 25ml 容量瓶中, 分别加 30% 乙醇至 12.5ml, 各精密加 5% 亚硝酸钠溶液 0.7ml, 摇匀, 放置 5min; 加入 0.7ml 10% 硝酸铝溶液, 摇匀, 放置 6min; 加入 4% 氢氧化钠溶液 5ml, 用 30% 乙醇定容至刻度, 放置 10min 后在 500nm 的波长下测定吸光度(以试剂空白为对照)。以吸光度为纵坐标、以芦丁浓度为横坐标, 绘制标准

收稿日期: 2007-11-30

作者简介: 宫玉婷(1983-), 女, 硕士研究生, 从事资源植物成分分析研究。E-mail: gongyuting115@163.com

* 通讯作者: 阿不都拉·阿巴斯(1951-), 男, 教授, 主要从事资源植物学研究。E-mail: abdulla@xju.edu.cn

曲线, 得回归方程为: $Y=9.9715C-0.0053$ ($R^2=0.9988$)。

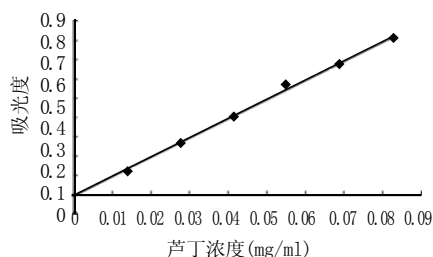


图1 芦丁标准曲线

Fig.1 Standard curve of rutin solution

2 结果与分析

2.1 提取温度对提取率的影响

在乙醇浓度为60%, 料液比为1:16, 提取时间为2h的条件下, 提取温度对梓树果实中黄酮类化合物的提取率的影响如图2所示。由图2可知, 随着提取温度的增高, 提取率在60℃出现峰值。原因可能是在温度过高的情况下, 可溶性蛋白质溶出变性。溶液粘度增大, 影响细胞的破裂。而阻碍了黄酮类物质的溶出。从而降低了黄酮类物质的提取率。

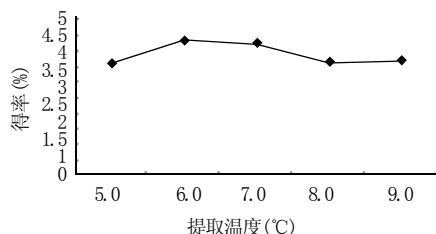


图2 提取温度对提取率的影响

Fig.2 Effects of temperature on extracting of flavonoids

2.2 料液比对提取率的影响

在提取温度为60℃, 乙醇浓度为60%, 提取时间为2h的条件下, 料液比对梓树果实中黄酮类化合物的提取率的影响如图3所示。结果表明: 料液比为1:16时

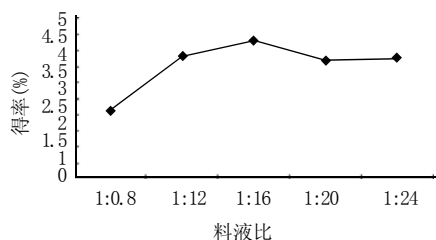


图3 料液比对提取率的影响

Fig.3 Effects of extracting water dosage on extracting fate of flavonoids

的提取效果达到最佳。

2.3 提取时间对提取率的影响

在提取温度为60℃, 料液比为1:16, 乙醇浓度为60%的条件下, 提取时间对梓树果实中黄酮类物质的提取率的影响如图4所示。由图4可知, 当提取时间为2h时, 提取效果最好, 时间过短, 黄酮类化合物还未充分溶出, 但当时间继续延长时, 提取率反而降低, 这可能是提取时间太长, 提取液内有效成分已达平衡, 提取率变化不大。

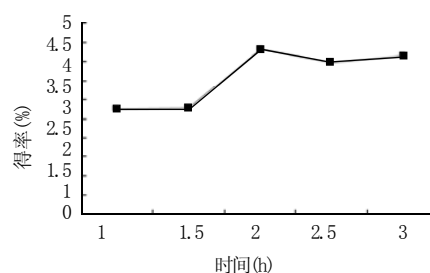


图4 提取时间对提取率的影响

Fig.4 Effects of time on extracting rate of flavonoids

2.4 乙醇浓度对提取率的影响

在提取温度为60℃, 料液比为1:16, 提取时间为2h的条件下, 乙醇浓度对梓树果实中黄酮类物质的提取率的影响如图5所示, 由图5可知: 随着乙醇浓度的提高, 黄酮类物质的提取率也增加, 在乙醇浓度为60%时出现峰值。当乙醇浓度大于60%时, 提取率有所下降, 这可能是某些脂溶性物质溶出增加, 干扰因素随之增大的原因。

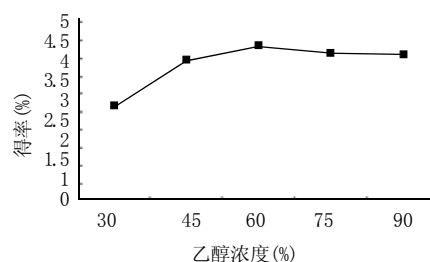


图5 乙醇浓度对提取率的影响

Fig.5 Effects of ethanol concentration on extracting rate of flavonoids

2.5 总黄酮提取工艺优化

由以上单因素试验可知, 总黄酮的提取温度、料液比、提取时间、乙醇浓度等多个因素对黄酮类的提取率均具有很大的影响。为了对总黄酮提取工艺条件优化、选择 $L_9(3^4)$ 正交试验, 其实验因素水平见表1。正交试验结果和极差分析结果见表2、3。

从表2和表3可以看出, 各因素对提取效果影响的

表 1 因素水平表
Table 1 Factors and levels

水平	因素			
	A 温度(℃)	B 料液比	C 提取时间(h)	D 乙醇浓度(%)
1	50	1:12	1.5	45
2	60	1:16	2.0	60
3	70	1:20	2.5	75

表 2 $L_9(3^4)$ 正交试验
Table 2 Orthogonal test $L_9(3^4)$

处理	A 温度(℃)	B 料液比	C 时间(h)	D 乙醇浓度(%)	得率(%)
1	50	1:12	1.5	45	2.1510
2	50	1:16	2.0	60	3.5675
3	50	1:20	2.5	75	4.2450
4	60	1:12	2.0	75	3.2925
5	60	1:16	2.5	45	3.0400
6	60	1:20	1.5	60	4.2700
7	70	1:12	2.5	60	3.4425
8	70	1:16	1.5	75	3.6675
9	70	1:20	2.0	45	3.9700
K_1	3.4425	3.0833	3.4842	3.1750	
K_2	3.5342	3.4250	3.6100	3.7600	
K_3	3.6933	4.1617	3.5758	3.7350	
R	0.2508	1.0784	0.1258	0.5850	

表 3 方差分析
Table 3 Variance analysis

因素	偏差平方和	自由度	F 值	显著性
A	0.097	2	3.880	
B	1.822	2	72.880	*
C	0.025	2	1.000	
D	0.656	2	26.240	*
误差	0.03	2		

大小顺序是: $B > D > A > C$, 即料液比对提取效果的影响最大, 其次为乙醇浓度和提取温度, 提取时间影响最小。料液比和乙醇浓度对提取的影响达到显著水平, 最优提取方案为 $A_3B_3C_2D_2$, 也就是提取总黄酮的最佳工艺条件是: 提取温度 70℃, 料液比 1:20, 提取时间 2.0h, 乙醇浓度 60%。

2.6 最佳条件的验证实验

取 5g 梓树果实, 脱脂后, 在最佳提取条件下提取, 重复实验 3 次取平均值, 验证实验结果如表 4。

表 4 验证试验结果
Table 4 Results of validated experiment

条件	处理	提取率(%)
1	提取温度为 70℃, 乙醇	4.97
2	浓度为 60%, 料液比	4.72
3	为 1:20, 时间为 2.0h	4.80

从表 4 可以看出, 在最佳参数组合条件下, 梓树果实中黄酮类化合物提取率平均为 4.83%, 高于前面任何试验。

3 结 论

单因素试验结果表明: 黄酮类物质提取率在乙醇浓度为 60% 处提取率出现峰值; 黄酮类物质提取率在 60℃ 出现峰值; 料液比为 1:20 左右黄酮类物质提取率出现峰值; 提取时间 2.5h 黄酮提取率出现峰值。

正交试验结果表明, 影响黄酮类物质提取率的因素主次顺序为: 料液比、乙醇浓度、提取温度、提取时间。最佳的参数组合为提取温度 70℃, 料液比 1:20, 提取时间 2.0h, 乙醇浓度 60%, 在这个条件下, 梓树果实中黄酮类物质的提取率为 4.83%。

参考文献:

- [1] 新疆维吾尔自治区革命委员会卫生局, 新疆生物土壤沙漠研究所, 中国人民解放军新疆军区后勤部卫生部. 新疆中草药[M]. 乌鲁木齐: 新疆人民出版社, 1975: 318.
- [2] 林朝鹏, 芮汉明, 许晓春. 墨旱莲总黄酮提取工艺的研究[J]. 中国食品添加剂, 2005(1): 25-32.
- [3] 张英, 吴晓琴. 黄酮类化合物结构与清除氧自由基效能关系的研究[J]. 天然产物研究与开发, 1998, 10(4): 26-33.
- [4] 胡春. 黄酮类化合物的抗氧化性[J]. 中国油脂, 1996, 21(4): 18-21.
- [5] 白凤梅, 蔡同一. 类黄酮的生物活性及其机理的研究进展[J]. 食品科学, 1999(8): 11-13.
- [6] 张德权, 台建祥. 生物类黄酮的研究及应用概况[J]. 食品与发酵工业, 1999, 25(6): 52-56.
- [7] 陈乃富, 张莉, 夏冠军. 金樱子黄酮类化合物提取条件研究[J]. 中国林副特产, 2006(4): 1-4.
- [8] 张梅. 旱莲草中黄酮类成分的免疫调节作用[J]. 中草药, 1997, 28(10): 615.
- [9] 邓保伟, 杜芳艳. 生蔓中总黄酮含量的测定[J]. 食品科学, 2006, 27(12): 649-650.