

海科技出版社, 1987.

[11] 张力田. 淀粉与淀粉糖[M]. 中国轻工业出版社, 1989.

[12] 朱文化. 米糠挤压稳定的研究[D]. 江南大学博士学位论文, 2001, (12): 1-3, 59.

[13] 许晖. 用挤压法提高米糠中可溶性膳食纤维含量的研究[J]. 食品与机械, 1999, (6).

[14] 费荣昌. 试验设计与数据处理(第四版)[M]. 江南大学教材, 2001. 59-63.

## 杨梅叶黄酮类化合物最佳提取工艺研究

胡静丽, 陈健初

(浙江大学食品与营养系, 杭州 310029)

**摘要:** 为确定杨梅叶中黄酮类化合物的提取工艺, 用乙醇溶液浸提, 结合超声波辅助方法, 萃取杨梅叶中的黄酮类化合物, 探讨了影响提取率的主要因素, 最后用正交法确定了好的提取工艺。结果表明: 在 45 倍于样重的 40% 的乙醇浸泡 24h 后, 超声波辅助萃取 45min, 连续提取 2 次, 黄酮的总浸出率可达 99.30%, 杨梅叶中的黄酮含量为 8.16%。

**关键词:** 杨梅叶; 黄酮类化合物; 超声波; 最佳提取工艺

**Abstract:** The optimum extracting conditions of flavonoids from myrica rubra leaves were studied. in this article. The results showed that 45: 1 of 40% ethanol was used to douse the dried myrica rubra leaves for 24 hours with ultrasonic treatment last for 45 min twice. The average extraction rate was as high as 99.30%. The content of flavonoid in the extraction liquid was as high as 8.16%.

**Key words:** myrica rubra leaf; flavonoids compound; ultrasonic; optimum extraction process

中图分类号: TS272

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2003)01-0096-04

黄酮类化合物是存在于自然界的一大类化合物, 在食品和医药工业上有着广泛的应用。研究表明植物中某些黄酮类化合物具有显著的抗氧化活性。前有报道杨梅果核中的黄酮类成分具有抗氧化性能<sup>[1]</sup>, 杨梅树皮中的黄酮类杨梅素也具有明显的抗氧化作用<sup>[2]</sup>。杨梅叶中含有杨梅素、槲皮素等多种黄酮类化合物, 从杨梅叶中分离和制备的 4 种黄酮醇酯和 1 种黄酮醇这 5 种黄酮类化合物均具有显著的抗氧化作用, 且其抗氧化性能强于 BHT, 其中抗氧化性能最好的为杨梅素<sup>[3]</sup>。鉴于杨梅树叶在资源上具有明显的优势, 因此充分开发利用杨梅叶中的黄酮类化合物具有十分重要的现实意义。为了利用杨梅叶中黄酮类物质, 本文利用溶剂浸提, 借助于超声波萃取, 探讨一种新的工艺方法, 详细研究了杨梅叶中黄酮化合物的最佳提取工艺条件, 为杨梅叶的开发提供理论基础。

### 1 材料和方法

#### 1.1 材料和仪器

杨梅叶 4 月份采于杭州市市郊。40℃ 烘干, 粉碎后取 50~60 目试验。

芦丁: 生化试剂, 中国医药(集团)上海化学试剂公司。

无水乙醇(分析纯),  $Al(NO_3)_3$ , NaOH,  $NaNO_2$  均为分析纯试剂。

仪器 7530G 分光光度计, 惠普上海分析仪器公司生产; KQ-250B 型超声波清洗器, 昆山市超声仪器有限公司生产; 电动粉碎机, 台湾佑崎有限公司生产。

#### 1.2 实验方法

##### 1.2.1 杨梅叶总黄酮的提取

杨梅叶→溶剂浸泡→超声波辅助萃取→抽滤→定容→定量分析

准确称取 1.0g 杨梅叶粉末于 100ml 三角烧瓶中, 按要求加入一定量的提取剂, 在一定温度下超声波提取一定时间, 趁热减压抽滤, 加水定容于 100ml 容量瓶中, 作为待测液。

##### 1.2.2 标准液配制和标准曲线

准确称取芦丁 0.023g, 用 30% 乙醇溶解后定容至 100ml 备用。取 7 支具塞试管, 分别加入 0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0ml 芦丁标液, 加入 5%  $NaNO_2$  溶液 0.3ml, 摇匀, 放置 6min 后加入 10%  $Al(NO_3)_3$  溶液

收稿日期: 2002-08-16

作者简介: 胡静丽(1978-), 女, 硕士研究生, 食品加工专业。

0.3ml, 摇匀, 放置6min 加入4% NaOH 溶液4.0ml, 30% 乙醇定容, 摇匀, 10min 后于510nm 处测定吸光度 A, 得芦丁含量  $y(\text{mg/ml})$  与吸光度 A 间的回归方程为:

$$y = 0.1038A + 0.001 (r = 0.9996)$$

### 1.2.3 杨梅叶总黄酮测定

取 1.2.1 中待测液 0.5ml 于 10ml 具塞试管中, 以下操作同 1.2.2 项, 测定其在 510nm 处测定吸光度  $A_0$ 。

总黄酮含量(%) = (黄酮类化合物质量/干物料质量) × 100%

### 1.3 超声波萃取中主要影响因素的确定

在材料粉碎度一定的条件下, 所用的溶剂以及溶剂的体积分数、溶剂用量、浸泡时间, 超声波萃取温度及萃取时间等因素都对提取率有影响。用水浸提, 提取物杂质多, 后处理较麻烦。甲醇、丙酮等作为提取剂, 虽然效果不错, 但二者有毒。乙醇浸提的选择性好, 渗透性强, 浸出率较高。本试验选择一定浓度的乙醇溶液作为提取剂。为了提高有效成分的浸出, 同时克服加热提取有一定的水解产物的存在, 本试验利用超声波辅助萃取。经反复试验, 原料充分浸泡后, 提取率几乎不受浸泡时间影响。本试验浸泡时间定为 24h。因此, 本试验主要讨论乙醇的浓度、料液比、超声波辅助萃取温度和萃取时间对提取率的影响。

## 2 结果与分析

### 2.1 单因素试验

#### 2.1.1 乙醇浓度对提取率的影响

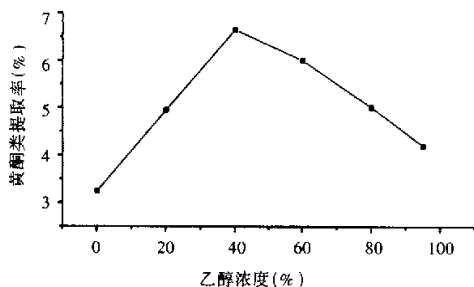


图1 乙醇浓度对提取率的影响

在 1.00g 样品中, 加入 40ml 不同浓度的乙醇, 浸泡 24h, 40℃ 超声波辅助萃取 15min, 抽滤, 定容, 测其吸光度 A 值, 得黄酮类提取率与乙醇浓度的关系 (图 1)。从图 1 看出, 乙醇的提取效果以 40% 浓度最好, 浓度增加黄酮提取率下降。乙醇体积分数 20% ~ 80% 时, 提取率较高。实验中发现, 随着醇浓度的提高, 叶绿素等脂溶性物质的溶出也增多, 给提纯带来较大的麻

烦, 结合图 1, 因此确定乙醇浓度在 80% 以下为好。

#### 2.1.2 料液比对提取率的影响

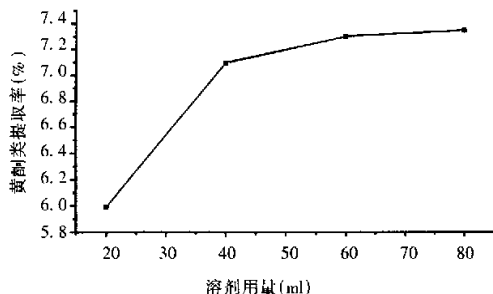


图2 溶剂用量对提取率的影响

在 1.00g 样品中, 分别加入 20、40、60、80ml 40% 的乙醇, 浸泡 24h 后, 40℃ 超声波辅助萃取 15min, 抽滤, 定容, 测其吸光度 A 值, 得黄酮类提取率与料液比的关系 (图 2), 由图 2 可以看出, 提取率在料液比为 1:20 ~ 1:40 时, 随料液比增大提取率较快增大, 但当料液比大于 1:60 后, 提取率增加不大。从提取效果, 减少溶剂用量和降低浓缩负荷等方面综合考虑, 用量不宜过大, 故将料液比定在 1:20 ~ 1:40 之间较合适。

#### 2.1.3 超声波辅助萃取温度对提取率的影响

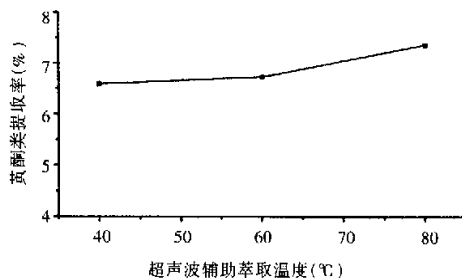


图3 超声波萃取温度对提取率的影响

在 1.00g 样品中, 分别加入 40ml 40% 的乙醇, 浸泡 24h 后, 超声波辅助萃取, 分别在 40、60、80℃ 下萃取 15min, 抽滤, 定容, 测其吸光度 A 值, 分别计算黄酮类提取率, 得提取率与超声波辅助萃取温度的关系 (图 3)。从图 3 中可以看出, 随超声波萃取温度的升高提取率较快增大这可能是由于黄酮在乙醇中的溶解度随着温度的升高而增大同时由于温度升高, 提取液粘度减少, 扩散系数增加, 促使提取速度加快。但温度过高, 一方面其中的活性成分易被破坏, 杂质的溶出量增加, 给后续操作带来不便, 成本费用增大, 另一方面造成溶剂损失。综合各方面因素考虑, 浸提温度以 80℃ 左右为宜。

## 2.1.4 超声波辅助萃取时间对提取率的影响

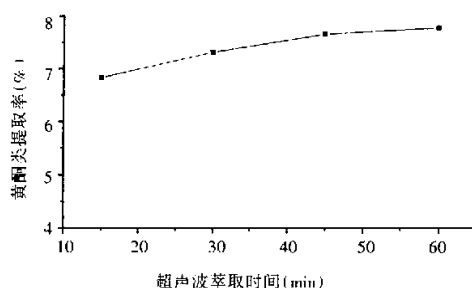


图4 超声波萃取时间对提取率的影响

在 1.00g 样品中, 分别加入 40ml 40% 乙醇, 浸泡 24h 后, 40℃ 度下超声波辅助萃取, 萃取时间分别为 15、30、45、60min, 抽滤, 定容, 测其吸光度  $A$  值, 分别计算黄酮类提取率, 得提取率与超声波辅助萃取时间的关系(图 4)。从图中可看出, 提取时间在 15 ~ 45min 之间提取率变化较大, 45min 后基本达到平衡。由图 4 分析及考虑时间效益, 可将超声波时间确定在 15 ~ 45min。

## 2.2 正交试验

表1  $L_9(3^4)$  的正交试验设计及极差分析结果

试验号	A 乙醇浓度(%)	B 料液比	C 超声波 温度(℃)	D 超声波 时间(min)	总黄酮 提取率(%)
1	40(1)	1:20(1)	40(1)	15(1)	4.486
2	40(1)	1:30(2)	60(2)	30(2)	6.301
3	40(1)	1:45(3)	80(3)	45(2)	7.649
4	60(2)	1:20(1)	60(2)	45(2)	5.550
5	60(2)	1:30(2)	80(3)	15(1)	6.138
6	60(2)	1:45(3)	40(1)	30(2)	5.840
7	80(3)	1:20(1)	80(3)	30(2)	4.084
8	80(3)	1:30(2)	40(1)	45(2)	4.434
9	80(3)	1:45(3)	60(2)	15(1)	4.909
I	18.436	14.120	14.760	15.533	
II	17.528	16.873	16.760	16.225	
III	13.427	18.398	17.871	17.633	
K <sub>1</sub>	6.145	4.717	4.920	5.178	
K <sub>2</sub>	5.843	5.624	5.587	5.408	
K <sub>3</sub>	4.476	6.133	5.957	5.878	
R	1.669	1.426	1.037	0.700	

由于提取率实际上是受到乙醇体积分数、溶剂用量、超声波辅助萃取温度和时间 4 个因素交叉影响, 而以上所做的试验都是单因子影响, 为了全面考察这 4 个因素的影响, 设计了四因素三水平正交试验, 选择乙

醇浓度、料液比、超声波提取温度、提取时间为考察因素, 以测得的杨梅叶样品中总黄酮含量为考察指标, 选用  $L_9(3^4)$  正交表对杨梅叶总黄酮提取工艺进行研究。正交试验设计及正交试验结果极差分析结果见表 1。

从表 1 可以看出, 四种考察因素对黄酮提取率效果影响与前面单因素试验结果趋势相同, 各种因素对提取效果影响的主次顺序依次为乙醇浓度 > 料液比 > 提取温度 > 提取时间。

根据以上试验结果与分析, 最佳提取条件为  $A_1B_3C_3D_3$ : 即使用 40% 乙醇, 在温度 80℃, 料液比 1:45 条件下超声波提取 45min。

## 2.3 浸提次数的确定

表2 浸提次数实验数据

提取次数	1	2	3	4
总黄酮含量(%)	7.653	0.512	0.055	0.003
相对提取率(%)	93.07	6.23	0.69	0.04
累计提取率(%)	92.39	99.30	99.99	100

称取 25.0g 杨梅叶粉末, 在最佳超声波提取条件下提取 4 次, 结果见表 2。

由表 2 可知, 提取次数越多, 累计提取率越高, 但提高幅度显著降低。第 3、4 次的提取率均较低, 合计只有 0.73%, 因此, 只需提取 2 次, 即可将 99% 以上的黄酮类化合物从杨梅叶中提取出来。

## 3 结 论

根据以上的结果与分析可知, 杨梅叶中含有丰富的黄酮类化合物, 本文详细研究了杨梅叶总黄酮提取工艺, 为开发利用该资源提供有益的参考。在本试验所确定的最佳提取工艺条件下进行提取, 基本可将它提取出来。超声波这种新的提取方法和考察所确定的条件, 将给生产带来许多方便, 节省了大量的时间和溶剂, 从而降低生产成本, 提高经济效益。提取物中含有叶绿素较多, 可用氯仿或石油醚将它提纯。由此, 在黄酮类化合物提取中还得到副产物叶绿素, 可以通过综合开发利用提高其经济效益。

## 参考文献:

- [1] 邹耀洪. 杨梅果核中油脂抗氧化成分研究 [J]. 林产化学与工业, 1995, 12(2): 13-17.
- [2] Chao I L. A natural flavonoid from myrica rubra [J]. Mem Taiwan Forest Res Inst. 1947, (1): 11.
- [3] 邹耀洪, 李桂荣. 杨梅叶黄酮类化合物研究 [J]. 常熟高

专学报(自然科学版), 1998, 7(1):36-39.

[15] 郑瑞昌, 黄阿根等. 水芹黄酮提取工艺的研究[J]. 扬州

[14] 何改. 山楂叶黄酮类化合物最佳提取工艺研究[J]. 食品研究与开发, 2002, 23(2):15-17.

大学学报(自然科学版), 2001, 4(4):50-51.

## 卵磷脂精制工艺研究

王彦<sup>1</sup>, 刘夏忠<sup>1</sup>, 张喜民<sup>1</sup>, 沈金玉<sup>2</sup>

(1. 清华紫光(集团)总公司, 北京 100084)

(2. 清华大学化工系, 北京 100084)

**摘要:**本文根据大豆磷脂的物化性质, 研究出精制卵磷脂的新工艺, 成功进行了中试放大, 并建立了年产 50T PC-60 的生产线。该方法以粉末磷脂(卵磷脂含量约 17%)为原料, 在固液比为 1:8、溶剂含水量为 5% 的条件下, 搅拌溶解 30min, 抽滤、真空干燥母液, 制得 PC-60 卵磷脂产品, 产品得率为 32%, 产品中 PC 含量为 67.9%。

**关键词:**磷脂; 卵磷脂(PC); 溶剂

**Abstract:** A new method was established to purify phosphatidylcholine (PC) according to the properties of soybean lecithin. Good results were obtained in the enlarge examinations. A PC products line, which capability is 50T PC-60 per year, was established using this method. In this method, PC-60 products were obtained from phospholipid powder (the content of PC is about 17%) by the progress below: solvent contained 5% water was added into the phospholipid powder with the ratio of powder to solvent 1:8, stirred about 30 minutes, filtrated, evaporated and PC-60 products were gotten. The yield of PC-60 was 32% and the content of PC was 67.9%.

**Key words:** phospholipid; phosphatidylcholine (PC); solvent

中图分类号: Q545

文献标识码: B

文章编号: 1002-6630(2003)01-0099-03

卵磷脂(磷脂酰胆碱, PC)是磷脂混合物中最重要的组成成分, 具有重要的生理功能<sup>[1]</sup>: 它是细胞膜的重要组成成分, 起保护层的作用, 能重新修复由于自由基攻击生物大分子而产生的膜损伤; 它具有胆碱成分, 胆碱对脂肪具有亲和力, 可使脂肪以磷脂形式由肝脏通过血液输送出去, 从而防止脂肪肝的形成; 它是提供神经物质乙酰胆碱的前体物质, 具有健脑功能, 还用于脂质体的研究, 以及作为抗癌药物的研究, 在食品、医药、化妆品等领域有广阔的应用前景<sup>[2]</sup>。

本文在综合国内外文献<sup>[3~8]</sup>基础上, 根据大豆磷脂的多种物化性能, 用溶剂法进行了 PC 的提纯工艺研究, 确定了工业化生产 PC-60 的工艺路线, 并成功进行了中试放大, 建立了年产 50T PC-60 的生产线。产品纯度高, 色泽好, 可广泛应用于医药和功能食品的生产加工。该方法工艺简单, 成本低廉, 产率高, 无污染, 有着很高的实用和推广价值。

### 1 材料与方法

#### 1.1 材料与试剂

高纯度粉末磷脂(自制); 丙酮 AR; 卵磷脂标准品(Sigma); 氯仿 AR; 溶剂 AR。

#### 1.2 主要仪器

高压液相色谱仪(HPLC)、旋转蒸发仪一套。

#### 1.3 实验方法

##### 1.3.1 固液比的选择

固液比定义: 粉末磷脂(kg): 溶剂(L)

取 50g 粉末磷脂, 分别加入 200、300、400、500ml 浓度为 95% 的溶剂, 搅拌萃取 30min, 抽滤, 真空浓缩萃取液, 计算产品得率, 用 HPLC 测定产品中 PC 含量。结果见表 1。

##### 1.3.2 溶剂浓度的选择

分别取配制好的 80%、90%、95% 三种浓度的溶剂, 由表 1, 可按固液比 1:8 的比例与粉末磷脂混合,

收稿日期: 2002-12-04

作者简介: 王彦(1972-), 男, 工程师, 主要从事磷脂产品的研发工作。