

茄子果实中黄酮提取工艺优化及不同茄子品种 黄酮含量比较

周宝利, 李兴宝, 李腾飞, 赵莹, 宋研, 尚淼

(沈阳农业大学园艺学院, 辽宁 沈阳 110866)

摘要: 研究茄子果实中黄酮提取的最佳工艺, 比较不同品种茄子果实的黄酮含量。通过单因素试验考察乙醇溶液体积分数、提取温度、提取时间、料液比 4 因素对黄酮提取率的影响。在单因素试验基础上设计正交试验, 确定最佳提取工艺。通过对不同品种茄子黄酮含量的测定比较, 确定黄酮含量相对高的品种和采收时期。结果表明: 茄子黄酮的最佳提取工艺条件为乙醇溶液体积分数 80%、温度 40℃、提取时间 80min、料液比 1:20(g/mL), 提取率为 2.2%, 工艺稳定; 在此条件下, 检测辽宁地区主栽的 8 个茄子品种黄酮含量, 在坐果之后 14d 黄酮含量最高, 其中, 绿茄品种中辽茄 5 号的黄酮含量最高为 56.3mg/g; 紫茄品种中, 立原紫茄黄酮含量最高为 25.7mg/g。可见, 在茄子中开发利用黄酮具有一定的可行性。

关键词: 茄子; 黄酮; 提取工艺; 品种; 含量

Optimization of Extraction Process for Flavonoids from Eggplants and Content Comparison of Flavonoids in Different Eggplant Cultivars

ZHOU Bao-li, LI Xing-bao, LI Teng-fei, ZHAO Ying, SONG Yan, SHANG Miao

(College of Horticulture, Shenyang Agricultural University, Shenyang 110866, China)

Abstract: In this study, the optimal extraction process for flavonoids from eggplants was explored and the contents of flavonoids in eggplants from different cultivars were compared. Single-factor tests were adopted to investigate the effects of ethanol concentration, extraction temperature, extraction time and material-liquid ratio on the extraction rate of flavonoids. Based on the single-factor tests, orthogonal tests were used to explore the optimal extraction process. The results showed that the best extraction conditions for flavonoids from eggplants were ethanol concentration of 80%, extraction temperature of 40 °C, extraction time of 80 min and material-liquid ratio of 1:20. Under the optimal extraction conditions, the extraction rate of flavonoids was up to 2.2%. The contents of flavonoids in 8 eggplant cultivars cultivated in Liaoning province were determined. Flavonoids revealed the highest content after fruit setting for 14 days. As for green eggplant cultivars, the highest flavonoid content was determined in LiaoQie 5 with the content of 56.3 mg/g. Similarly, as for purple eggplant cultivars, the highest flavonoid content was determined in LiYuan purple eggplants with the content of 25.7 mg/g. Therefore, the development and utilization of flavonoids in eggplants were feasible.

Key words: eggplant; flavonoids; extraction technology; cultivars; content

中图分类号: TS202.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2012)10-0103-04

茄子学名为 *Solanum melongena* L., 别名落苏、酪酥、昆仑瓜等, 为茄科茄属以浆果为产品的一年生草本植物。茄子味道鲜美, 营养丰富, 不仅是我国广大城乡人民喜爱的主要蔬菜之一, 也是一味中药^[1], 而且茄子皮中富含 VE 和 VP, 这是其他蔬菜所没有的^[2]。

茄子种植广泛, 价格低廉, 取材容易, 而且果实中含有丰富的黄酮类化合物, 因此从茄子中提取黄酮具有一定的开发价值。

黄酮类化合物又称生物类黄酮, 是植物经光合作用产生的一大类化合物^[3]。芦丁, 是茄子中主要的黄酮类

收稿日期: 2011-05-25

基金项目: 沈阳市科技计划项目(F10-226-4-00)

作者简介: 周宝利(1956—), 男, 教授, 博士, 主要从事蔬菜栽培与生理生态研究。E-mail: zblaaa@163.com

物质,其性状为黄色结晶粉末或无晶形粉末,味微苦,熔点 177~178℃,略溶于水,能溶于热水及乙醇^[4]。该类化合物在医学界已得到证明,有不可多得的治疗防病作用^[5-7]。研究表明,芦丁具有消炎抑菌^[8]、降低血液胆固醇,增强血管弹性,改善血液循环^[9],降低毛细血管通透性和脆性,促进细胞增生和防止血细胞凝聚^[10],目前已经被作为抗菌剂和降压药^[11],临床用于防治脑出血、高血压、视网膜出血、紫癜和急性出血性肾炎,因此被广泛用于医药保健领域^[12]。在食品方面,芦丁具有抗氧化性^[13],是一种天然抗氧化剂并具有良好的抗自由基性能,可以抑制人体内的不饱和脂肪酸的过氧化作用^[14]。据报道,芦丁有紫外吸收功能,具有防晒作用,防晒强度高^[15]。因此,芦丁被广泛应用于医药、食品和化妆品中,具有很高的开发价值和商业价值。

本实验采用超声波辅助提取法提取茄子果实中的黄酮,通过单因素和正交试验确定最佳工艺条件,同时对不同品种、不同色泽、不同时期的茄子果实中黄酮含量进行测定,确定黄酮含量高的茄子品种和采收时期,以期为茄子中黄酮的提取、栽培品种选择及采收加工提供科学依据。

1 材料与方 法

1.1 材料与试剂

茄子果实黄酮提取工艺优化试验所用绿茄为市购;茄子果实黄酮含量测定比较试验所用材料种子由沈阳农业大学园艺学院提供,共 8 个品种,绿茄品种为辽茄 5 号、西安绿茄、韩育绿茄和绿宝石;紫茄品种为辽茄 3 号、黑又亮、辽茄 6 号和立原紫茄。供试材料种子于 2010 年 3 月 22 日播种,2010 年 5 月 12 日定植于科学研究基地温室内,按常规方式进行栽培管理。

无水乙醇、氢氧化钠、亚硝酸钠、硝酸铝(均为 AR);芦丁标样(≥98%) 辽宁省食品药品检验所。

1.2 仪器与设备

UV-1800 紫外分光光度计、EB-330H 分析天平 日本岛津公司;KQ-250B 型超声波清洗器微波振荡器 昆山市超声仪器厂;RE-52A 型旋转蒸发器 上海亚荣生化仪器厂;SHB-III 循环水式多用真空泵 郑州长城科工贸有限公司;PHS-3C 型数字 pH 计 上海伟业仪器厂。

1.3 方 法

1.3.1 检测波长的选择

取芦丁标品溶液适量,在 0.5mL 5% 亚硝酸钠溶液存在的碱性条件下,经硝酸铝显色后,以试剂为空白参比液在 400~700nm 波长范围测定螯合物的吸光度,螯合物于 508nm 波长处有最大吸收,故测定时选用此波长。

1.3.2 标准曲线的绘制

分别精密吸取芦丁对照液(0.10mg/mL)0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00mL 于 10.00mL 容量瓶中,分别加入 5% 亚硝酸钠溶液 0.50mL,摇匀,静置 5min;再加 10% 硝酸铝溶液 0.50mL,摇匀,静置 5min;再加 4% 氢氧化钠溶液 5.00mL,用 70% 乙醇溶液稀释至刻度,摇匀,静置 15min,以试剂作空白,于波长 508nm 处测吸光度,绘制标准曲线。得吸光度(A)对质量浓度(C)的线性回归方程为: $A = 13.066C - 0.0181$, $R^2 = 0.9998$,在 5mg/L 和 40mg/L 范围内呈良好的线性关系。

1.3.3 茄子果实中黄酮提取工艺优化试验

取茄子样品,洗净切片,55℃ 烘干,粉碎。准确称取茄子粉末 10.0g,利用超声波辅助法提取^[16],加入不同体积分数的乙醇溶液,选择不同的提取温度,不同的提取时间,加入相应比例的提取溶剂,放入超声波仪中进行提取、抽滤,所得滤液经旋转蒸发器浓缩,浓缩至 10~20mL,用 75% 乙醇溶液定容至 100mL,利用 1.3.2 节方法测定芦丁含量,重复 3 次,取平均值并计算提取率。

分别以乙醇溶液体积分数、提取温度、料液比、提取时间为单因素进行试验,在单因素试验基础上,进行正交试验。

1.3.4 茄子果实黄酮含量的测定试验

茄子坐果后开始,每隔 7d 取一次样,共取 5 次。再根据正交试验所得到的最佳提取工艺,进行黄酮含量的测定。

2 结果与分析

2.1 不同提取条件对茄子黄酮提取率影响单因素试验

2.1.1 乙醇溶液体积分数的影响

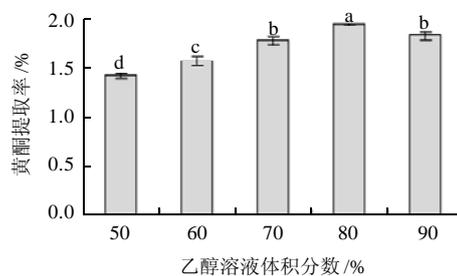


图 1 乙醇溶液体积分数对黄酮提取率的影响

Fig.1 Effect of ethanol concentration on extraction rate of flavonoids

选择乙醇溶液体积分数 50%、60%、70%、80%、90% 进行提取乙醇溶液体积分数的单因素试验,其结果如图 1 所示。乙醇溶液体积分数在 50%~80% 时,黄酮

提取率随乙醇溶液体积分数的提高而增加,在乙醇溶液体积分数大于80%时,黄酮提取率下降,在乙醇溶液体积分数为80%时,达到最高为1.94%,并且达到显著水平。

2.1.2 提取温度的影响

选择温度20、40、60、80、100℃进行提取温度的单因素试验,结果如图2所示。当温度在20~40℃时,黄酮提取率随温度的升高而提高,当温度高于40℃时,黄酮提取率随温度的升高而下降,当温度在40℃时,黄酮提取率最大为2.18%。

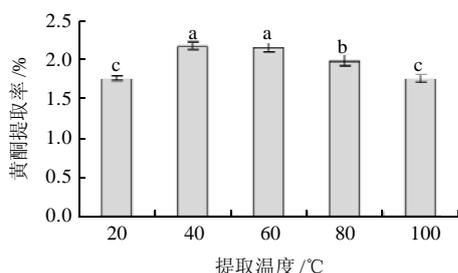


图2 提取温度对黄酮提取率的影响

Fig.2 Effect of extraction temperature on extraction rate of flavonoids

2.1.3 料液比的影响

选择料液比1:10、1:15、1:20、1:25、1:30(g/mL)进行料液比的单因素试验。由图3可知,黄酮提取率随溶剂比例的加大而提高,当料液比小于1:20时,差异显著,而当料液比大于1:20mL/g时,差异不显著,在料液比1:30g/mL时,黄酮提取率最高为2.17%。

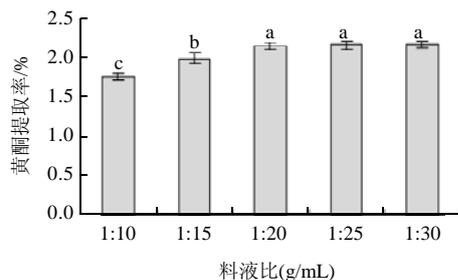


图3 不同料液比对黄酮提取率的影响曲线

Fig.3 Effect of material-liquid ratio on extraction rate of flavonoids

2.1.4 提取时间对黄酮提取率的影响

选择提取时间20、40、60、80、100min进行提取时间的单因素试验,结果如图4所示。黄酮提取率随提取时间的延长而增加,当提取时间小于60min时,提取率随提取时间的延长而提高显著,当提取时间大于60min时,黄酮提取率随提取时间延长变化不显著,提取时间为100min时,黄酮提取率为2.18%。

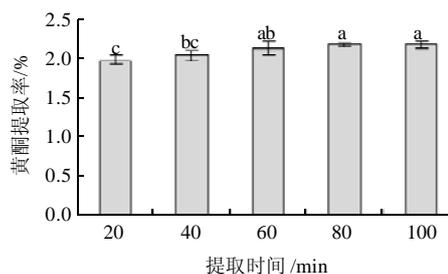


图4 提取时间对黄酮提取率的影响

Fig.4 Effect of extraction time on extraction rate of flavonoids

2.2 茄子果实黄酮提取工艺的正交试验优化结果

在单因素试验基础上,选择乙醇溶液体积分数、提取温度、料液比、提取时间进行L₉(3⁴)正交试验,重复3次。以黄酮提取率为考察指标,研究各因素对提取率的影响。正交试验因素水平见表1,试验设计及结果见表2。

表1 茄子果实黄酮提取工艺正交试验因素水平表

Table 1 Factors and levels of orthogonal tests for optimizing extraction process of flavonoids from eggplants

水平	因素			
	A 乙醇溶液 体积分数 / %	B 提取 温度 / °C	C 提取时 间 / min	D 料液比 (g/mL)
1	70	20	40	1:10
2	80	40	60	1:15
3	90	60	80	1:20

由表2可得,影响茄子中黄酮提取率的因素主次顺序为:乙醇溶液体积分数对茄子中黄酮提取率影响最大,提取温度和料液比的影响次之,提取时间影响最小。即各因素对超声波提取茄子中黄酮提取率的主次顺序一次为A > B > C > D。超声波提取茄子中黄酮的最佳组合为A₂B₂C₃D₃,即提取乙醇溶液的体积分数80%、提取温度40℃、提取时间80min、料液比1:20。对最佳提取工艺条件A₂B₂C₃D₃进行验证实验,结果黄酮提取率为2.2%,表明这种工艺条件比较合理。

表2 茄子果实黄酮提取工艺正交试验设计及结果

Table 2 Design and results of orthogonal tests for optimizing extraction process of flavonoids from eggplants

试验号	A	B	C	D	提取率 / %
1	1	1	1	1	1.811 ± 0.078
2	1	2	2	2	1.913 ± 0.013
3	1	3	3	3	1.662 ± 0.063
4	2	1	2	3	1.927 ± 0.028
5	2	2	3	1	2.121 ± 0.010
6	2	3	1	2	2.078 ± 0.065
7	3	1	3	2	1.916 ± 0.063
8	3	2	1	3	2.041 ± 0.057
9	3	3	2	1	1.865 ± 0.053
K ₁	16.278	16.749	16.990	17.224	
K ₂	17.747	17.929	17.121	17.056	
K ₃	17.550	16.897	17.464	17.295	
k ₁	1.809	1.861	1.888	1.914	
k ₂	1.972	1.992	1.902	1.895	
k ₃	1.950	1.877	1.940	1.922	
R	0.163	0.131	0.053	0.027	

2.3 不同茄子品种黄酮含量比较

2.3.1 不同绿茄品种黄酮含量比较

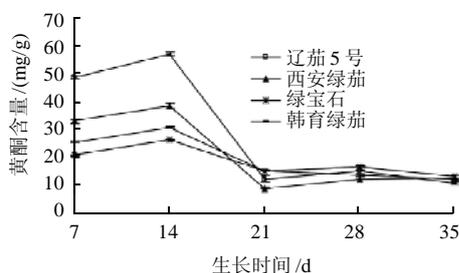


图5 黄酮含量随生长时间关系图

Fig.5 Change of flavonoid content in eggplants during the various growth stages

从图5可知,在绿茄品种中,辽茄5号、西安绿茄、韩育绿茄和绿宝石,都是在茄子坐果以后,7~14d黄酮含量随时间增加,在14d时含量最高;14~21d黄酮含量显著下降;21~35d黄酮含量变化不显著,基本维持在一定水平。从图5可看出,在坐果之后7~14d,辽茄5号的黄酮含量最高为56.3mg/g,西安绿茄次之,韩育绿茄再次,绿宝石最低;在21~35d,4个品种黄酮含量都处于较低水平,差异不显著。

2.3.2 不同紫茄品种黄酮含量比较

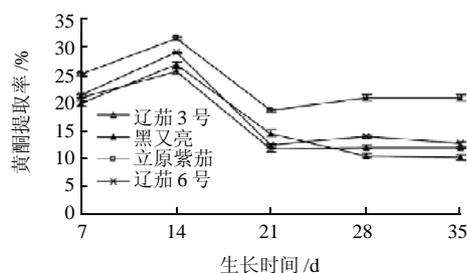


图6 黄酮含量随生长时间关系图

Fig.6 Curve of growth time effect on content of flavonoids

从图6可以看出,在紫茄品种中,辽茄3号、黑又亮、辽茄6号和立原紫茄,在茄子坐果以后,7~14d黄酮含量随时间增加,在14d时含量最高;14~21d黄酮含量显著下降;21~35d黄酮含量变化不显著,基本维持在一定水平。坐果之后14d,立原紫茄黄酮含量最高为25.7mg/g,辽茄6号次之,辽茄3号再次,黑又亮最低。14~21d,立原紫茄黄酮含量要显著高于另外3个品种;辽茄3号、黑又亮、和辽茄6号黄酮含量相对较低,三者间差异不显著。

3 结论

超声波法提取茄子黄酮的最佳提取条件:乙醇溶液体积分数80%、温度40℃、料液比1:20(g/mL)、提取时间80min,在此条件下,黄酮的提取率达到2.2%,提取工艺稳定。

绿茄品种坐果之后7~14d,黄酮含量随生长时间的延长而增加;在21~35d,黄酮含量随生长时间的延长而逐渐降低。紫茄品种坐果之后7~14d内,黄酮含量要高于21~35d内的黄酮含量。辽茄5号适宜在辽宁地区种植。坐果之后14d,黄酮含量达到最高,此时为最佳采收时期。

总之,茄子黄酮的提取工艺相对简单稳定,具有一定的可行性,而且茄子在我国种植广泛,原料来源容易,价格低廉,茄子中黄酮含量相对较高且,因此开发利用黄酮茄子黄酮具有广阔的前景。

参考文献:

- [1] 张宇. 珍蔬: 茄子[J]. 上海蔬菜, 2003(2): 43-44.
- [2] 周宝利, 张琦, 陈志霞, 等. 不同品种茄子果皮花青素含量及其稳定性研究[J]. 食品科学, 2011, 32(1): 99-103.
- [3] 郭刚军, 何美莹, 邹建云, 等. 苦荞黄酮的提取分离及抗氧化活性研究[J]. 食品科学, 2008, 29(12): 373-376.
- [4] 张朝燕, 吴纯洁, 谢绍纲, 等. 芦丁提取工艺的研究[J]. 基层中药杂志, 2002, 4(16): 29-30.
- [5] EVERCHON E R. Supercritical fluid extraction and fraction of essential oils and related products[J]. Supercritical Fluids, 1997(10): 1-37.
- [6] CHATZOPOULOU P S, KATSIOTIS S T. Procedures influencing the yield and the quality of the essential oil from *Juniperus communis* L. berries[J]. Pharmaceutica Acta Helvetiae, 1995, 70(3): 247-253.
- [7] REVERCHON E, DELLA P G. Supercritical CO₂ extraction and fractionation of lavender essential oil and waxes[J]. J Agric Food Chem, 1995, 43(6): 1654-1658.
- [8] VARBAN M, SAVOV A S, GALABOV L P, et al. Effects of rutin and quercetin on monoxygenase activities in experimental influenza virus infection[J]. Experimental and Toxicologic Pathology, 2006, 58(1): 59-64.
- [9] 韩玉珠, 栗长兰. 17个茄子品种(系)芦丁含量及杂种优势研究[J]. 吉林农业大学学报, 2002, 24(6): 39-41.
- [10] ODETTI P R, BORGOGGIO A, De PASCALE A, et al. Prevention of diabetes of increased aging effect on rat collagen-linked fluorescence by aminoguanidine and rutin[J]. Diabetes, 1990, 39(7): 796-801.
- [11] YANG Yi, ZHANG Fan. Ultrasound-assisted extraction of rutin and quercetin from *Euonymus alatus* (Thunb.) Sieb[J]. Ultrason Sonochem, 2008, 15(4): 308-313.
- [12] 张中朋, 刘张林. 芦丁出口现状及前景分析[J]. 中国现代中药, 2008, 10(1): 37-38.
- [13] YANG Jianxiong, GUO Juan, YUAN Jiangfeng. *In vitro* antioxidant properties of rutin[J]. LWT-Food Science and Technology, 2008, 41(6): 1060-1066.
- [14] 郭亚力, 李聪, 欧灵澄, 等. 槐米中天然抗氧化剂的提取及其抗自由基性能研究[J]. 食品科学, 2004, 25(7): 54-57.
- [15] 牛小花, 陈洪源, 曹晓钢, 等. 芦丁的研究新进展[J]. 天然产物研究与开发, 2008, 20(5): 156-159.
- [16] 马国刚, 王建中. 响应面分析法优化槐米芦丁超声波提取工艺的分离与提取, 2007, 33(8): 167-170.