文章编号: 1008-1542(2008)01-0011-04

超声波提取菜芙蓉花中叶黄素的研究

仇　燕, 崔雪飞, 李振侠

(河北科技大学生物科学与工程学院, 河北石家庄　050018)

摘　要: 通过正交试验, 对超声波提取菜芙蓉花中叶黄素的最佳工艺条件进行了研究。结果表明: 提取液体积比为 800 mL/L 的乙醇/石油醚混合液, 超声时间为 45 min, 料液比 1∶20, 颗粒度≤100 目为实验最佳提取工艺条件。在此条件下 100 g 干花提取叶黄素的质量为 4 325 μg。

关键词: 菜芙蓉; 超声波; 叶黄素; 正交试验

中图分类号: R286.02　　文献标识码: A

Study of ultrasonication-assisted extraction on xanthophyll content in flower of *hibiscus manihot L*

QIU Yan, CUI Xue-fei, LI Zhen-xia

(College of Bioscience and Bioengineering, Hebei University of Science and Technology, Shijiazhuang Hebei 050018, China)

Abstract: The optimal ultrasonication-assisted extraction process of the xanthophyll from *hibiscus manihot L* flower is studied by the orthogonal test. It shows that the optimal process extracting xanthophyll from the flower is 800 mL/L ethanol with petroleum aether-ethanol mixture, 45 min for ultrasonic time, 1∶20 for ratio of material to liquid, granularity less than 100 pore. The xanthophyll content is 4 325 μg/100 g DW (dry-weight of flower) under these conditions.

Key words: *hibiscus manihot L*; ultrasonication; xanthophyll; orthogonal test

叶黄素属于类胡萝卜素类的四萜类化合物[1], 是广泛存在于花卉、水果、蔬菜等植物中的天然色素, 也是一种性能优异的抗氧化剂。大量流行病学证据表明, 叶黄素可以防止人体器官衰老, 对视觉有保护作用, 并具有预防白内障和动脉硬化、增强免疫力、预防癌变发生等功效, 是目前国际上功能性食品成分研究中的一个热点[2,3]。菜芙蓉(*hibiscus manihot L*)又名金花葵, 为锦葵科秋葵属一年生草本植物, 含有多种生物活性成分。为了综合开发菜芙蓉, 笔者首次对其中的叶黄素进行了研究。

超声波是一种弹性机械振动波, 它能产生强烈振动, 产生高速度、强烈的空化效应, 能破坏植物的细胞, 使溶媒能渗透到植物细胞, 从而加速细胞内物质的释放、扩散及溶解, 缩短提取时间, 提高提取效率[4]。笔者研究了超声条件下菜芙蓉花中叶黄素的提取工艺。

1　仪器与材料

VIS-7220 型分光光度计, T-468H 超声波清洗仪。

无水乙醇、石油醚等, 均为分析纯; 菜芙蓉干花, 采自河北邢台。

收稿日期: 2007-08-09; 修回日期: 2007-10-18; 责任编辑: 张士莹

作者简介: 仇　燕(1977-), 女, 河北井陉人, 副教授, 博士, 主要从事植物次生代谢物方面的研究。

2 实验方法

2.1 材料处理

将菜芙蓉干花混合均匀, 置于 50 ℃恒温干燥箱中烘干至恒重, 取出后粉碎, 将粉末依次通过 40, 60, 100 目筛, 取其相应级分。

2.2 叶黄素的提取

精确称取相应颗粒度的菜芙蓉干花粉 1.0 g, 放入 50 mL 小烧杯中, 并按设计量向其中加入一定体积比的乙醇/石油醚混合液, 用保鲜膜封口, 充分混匀后放入超声波振荡仪中, 于 35 ℃浸提一定时间。然后将此体系转入离心管中离心 20 min, 收集上清液置表面皿中恒温干燥, 用无水乙醇充分溶解, 定容于 10 mL 容量瓶中, 作为待测液。

2.3 样品含量测定

叶黄素在乙醇中的最大吸收峰波长(λ_{max}) 为 445 nm。在 λ_{max} 为 445 nm 的条件下, 以无水乙醇为参比液, 用 1 cm 比色皿测定消光值(A)。在光程一定时, 低浓度下溶液的消光值与溶液浓度(叶黄素含量) 成正比, 通过比较消光值大小即可确定叶黄素的相对含量, 然后代入式(1) 进行计算, 得出叶黄素的质量[5]。

$$x = \frac{Ay}{(A_{1\,cm}^{1\%} \times 100)} 。 \quad (1)$$

式中: x 为叶黄素的质量, g; A 为固定波长下样品消光值; $A_{1\,cm}^{1\%}$ 为比吸光系数(等于比消光系数), 乙醇液中叶黄素的值为 2 550; y 为样品总体积, mL。

3 结果与分析

3.1 单因素实验

3.1.1 提取液配比对提取率的影响

精确称取 100 目以下的菜芙蓉花干粉 1.0 g 置于 50 mL 烧杯中, 分别加入 V(乙醇): V(石油醚) 为 400, 600, 800, 1 000 mL/L 的溶液 10 mL, 放入超声仪中于 35 ℃振提 30 min, 以防止温度过高而导致叶黄素分解。然后将浸提液转入离心管中离心 20 min, 干燥, 定容, 并测定叶黄素质量。提取液的配比对提取率(以消光值表示, 下同) 的影响见图 1。

由图 1 可以看出, 随着提取液中乙醇体积的增大, 测定的消光值不断升高, 但 800~1 000 mL/L 之间消光值无显著差异, 可能是由于随着提取液极性的增加, 组织中的一些强极性物质不断渗出, 影响了叶黄素的溶出量。

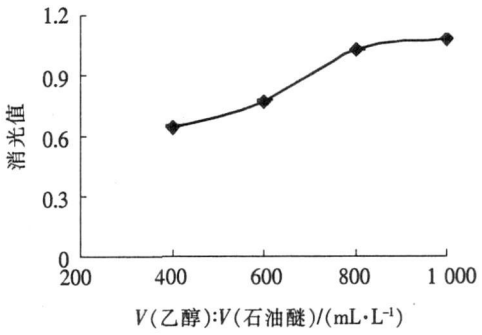

图 1 提取液配比对提取率的影响

Fig. 1 Effects of solvent volume on extracting rate

3.1.2 提取时间对提取率的影响

称取 100 目以下的菜芙蓉花干粉 1.0 g 置于 50 mL 烧杯中, 加入 800 mL/L 的乙醇/石油醚溶液 10 mL, 于 35 ℃超声, 分别浸提 15, 30, 45, 60 min, 干燥, 定容。随着提取时间的延长, 消光值缓慢地上升。测定结果见图 2。结果表明: 从工作效率以及能源消耗方面考虑, 30 min 为适宜提取时间。

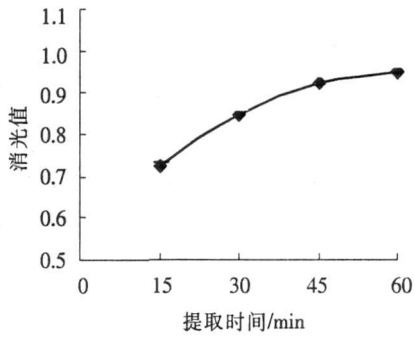

图 2 提取时间对提取率的影响

Fig. 2 Effects of extration time on extracting rate

3.1.3 料液比对提取率的影响

取 100 目以下的菜芙蓉花干粉 1.0 g, 分别加入体积比为 800 mL/L 的乙醇/石油醚溶液 5, 10, 20, 30 mL, 于 35 ℃超声振提 30 min, 然后离心干燥, 定容。料液比对提取率的影响见图 3。

由图 3 可以看出, 消光值随料液比的变化规律是先迅速上升而后趋于平缓。这可能是由于料液比为 1∶ 10(体积比, 下同) 时已经将细胞内绝大部分叶黄素溶出, 所以继续增加溶剂体积提取率提高并不明显。

3.1.4　颗粒度对提取率的影响

分别精确称取 40~ 60, 60~ 100 目的菜芙蓉花干粉 1.0 g, 置于 50 mL 烧杯中, 加入体积比为 800 mL/L 的乙醇/石油醚溶液 10 mL, 于 35 ℃超声振提 30 min, 然后离心干燥, 定容。颗粒度对提取率的影响见图 4。由图 4 可见, 随着菜芙蓉花干粉颗粒度的减小, 提取液中叶黄素含量提高, 这可能是由于颗粒度越小, 使得细胞内容物与浸提剂接触面积增加, 从而影响叶黄素的溶出率。

3.2　正交试验

在上述单因素实验的基础上, 对影响菜芙蓉干花中叶黄素类化合物提取效果的各因素, 即提取液配比、提取时间、料液比和颗粒度进行四因素二水平正交试验, 因素水平安排见表 1。

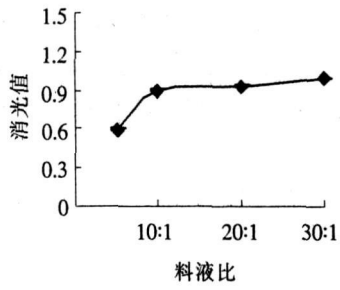

图 3　料液比对提取率的影响

Fig. 3　Effects of the ratio of material to liquid on extracting rate

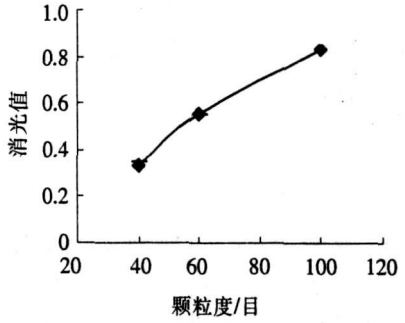

图 4　颗粒度对提取率的影响

Fig. 4　Effects of granularity on extracting rate

表 1　因素水平表

Tab. 1　Factors of orthogonal design

水平	因素			
	V(乙醇)∶ V(石油醚)/(mL·L^{-1})	提取时间/min	料液比	颗粒度/目
1	600	30	1∶10	60
2	800	45	1∶20	100

按正交试验设计要求, 分别称取相应颗粒度的菜芙蓉花干粉 1.0 g, 加入乙醇/石油醚混合液, 按相应料液比分别超声不同时间, 离心干燥定容后, 测定消光值。数据处理及直观分析结果见表 2。

表 2　正交试验结果

Tab. 2　Results of the orthogonal design

正交试验序号	提取液配比	提取时间	料液比	颗粒度	100 g 干花中叶黄素的质量/μg
1	1	1	1	1	1 820
2	1	2	2	2	3 220
3	1	1	2	2	2 970
4	1	2	1	1	2 000
5	2	1	1	2	3 380
6	2	2	2	1	2 630
7	2	1	2	1	2 330
8	2	2	1	2	3 670
K_1	10 010	10 500	10 870	8 780	
K_2	12 010	11 520	11 150	13 240	
R	2 000	1 020	280	4 460	

正交试验结果表明影响程度从强到弱的次序为提取液配比> 颗粒度> 提取时间> 料液比。超声波萃取的优化工艺条件如下: 采用体积比为 800 mL/ L 的乙醇/ 石油醚混合液, 超声时间为 45 min, 料液比为 1∶20, 颗粒度 ≤100 目。按此提取条件进行实验, 测得 100 g 干花中叶黄素的质量为 4 325 μg, 大于正交试验中的最高值。

4 结 语

1) 超声波萃取菜芙蓉干花中叶黄素的优化工艺条件如下: 采用体积比为 800 mL/ L 的乙醇/ 石油醚提取混合液, 超声时间为 45 min, 料液比为 1∶ 20, 颗粒度 ≤100 目。在此条件下做了 3 次平行验证, 100 g 干花中叶黄素的质量为 4 325 μg。

2) 利用超声波浸提法对菜芙蓉花中叶黄素的提取已显示出明显的优势, 具有省时、节能、提取率高等优点。对超声时间对菜芙蓉花中叶黄素提取的影响进行了系统的研究, 超声强度、超声温度等因素对提取的影响将在以后的研究中探索。

参考文献:

[1] 古 昆, 陈静波, 刘 玫, 等. 叶黄素的几类降解反应研究[J]. 化学研究与应用, 1999, 11(6): 543-544.
[2] 孟祥河, 毛忠贵, 潘秋月. 叶黄素的保健功能[J]. 中国食品添加剂, 2003, (1): 17-20.
[3] 杨丽飞, 邓 宇. 叶黄素提取工艺的初步研究[J]. 广州食品工业科技, 2004, 20(1): 45-47.
[4] 汪河滨, 李炳奇, 李学禹, 等. 甘草中黄酮的超声提取及含量测定[J]. 时珍国医国药, 2004, 15(12): 815-816.
[5] 王清滨, 陈国良. 食品着色剂及其分析方法[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004.
[6] 李春英, 王 微, 赵春建, 等. 沙棘不同部位总黄酮含量的测定及比较[J]. 植物研究, 2005, 25(4): 453-456.

(上接第 6 页)
发展观指导下的方向;

2) 围绕中国机械产品的薄弱环节开展研究工作, 是机械学科发展战略应该包括的十分重要的内容;

3) 国际上正在研究与开发的新技术、新理论和新方法, 应该是发展战略的主要内容之一;

4) 在产品研究与开发过程中, 直接影响产品总体质量的是产品的设计方法, 学术界已投入了相当大的精力从事这一方面的研究工作。今后更应该进一步加强宏观研究和微观研究的结合, 这将使中国在设计理论与方法的研究上取得更大的突破。

机械学科发展战略随着时代的推移而得到不断的发展, 它的内容也将会得到不断的修改和补充。因此, 前面提出的几点建议不一定十分全面, 有待大家进一步完善、补充和提高。

向本期载文的审稿专家致谢

本期《河北科技大学学报》共发表论文 21 篇。这些论文的发表, 是与有关专家的认真审读、细查资料、推敲分析、中肯评价分不开的。他们的评价(有的给予了客观的肯定, 有的给出了修改意见, 有的指出了存在的问题) 使作者和编者都受益匪浅。对此, 本编辑部特向这些专家表示敬意, 对他们的辛勤劳动表示感谢。

本期载文的审稿专家名单如下(按姓名的汉语拼音顺序排列):

常彦忠 陈 鹏 陈伟忠 陈一鸣 崔 平 段 斌 韩金舫 刘继凤
刘 焜 李友善 陆小华 瞿雄伟 任德亮 孙晓云 田鹤亭 王小平
魏世泽 魏 雨 杨伟峰 张 波 张 娟 赵地顺

(本刊编辑部)