

及塔的结构与微胶囊化效果密切相关,尤其是与塔的进风和内部热风分配结构、塔高度、塔直径有密切关系。塔的高度增加,在生产量不变化时可以适当地降低进风温度而保证产品的水分。而直径变大,粘壁现象降低。虽然本试验利用喷雾干燥工艺对酥油进行微胶囊化包埋,探讨了影响微胶囊化效果的因素以及最佳的工艺条件,但在中试及工业化生产时都须根据塔结构做适当的调整。

参考文献:

- [1] 马小明. 食品工业中的微胶囊技术[M]. 花苑出版社, 1991.
- [2] Freudian S, X Q Han. Encapsulation of Food Ingredients CRC Reviews in food[J]. Sci and Nutri, 1993, 33 (6): 501-547.
- [3] Reinecius G A et al. Flavor Encapsulation, American chemical societ[M]. Washinton D C, 1983.
- [4] 黄伟坤等. 食品检验与分析(第一版)[M]. 轻工业出版社, 1983.
- [5] Kins M F. Effects of phsholipids on lipid oxidation of a salmon oil model system[J]. JACS, 1992, 69(3): 237-342.

金莲花中黄酮类化合物的提取 及其抗氧化性研究

唐津忠, 鲁晓翔, 陈瑞芳

(天津商学院工学院实验中心, 天津 300134)

摘 要: 研究了金莲花中黄酮类化合物的提取及其对猪油的抗氧化作用。首先, 我们采用正交实验法确定了金莲花中总黄酮提取的最佳方案, 通过对提取溶剂、提取固液比、提取时间和提取温度四因素三水平的选择实验, 得出最佳提取条件为: 以60%的乙醇作提取剂、按1:15的固液比、温度为60℃、提取时间为2h。在此条件下, 提取液总黄酮含量为15.93%, 粗提物产品得率为20.33%。将产物以不同比例添加到猪油中, 恒温并定期用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3-\text{I}_2$ 滴定法测油样的POV值。结果表明: 金莲花中黄酮类化合物对猪油有明显的抗氧化作用, 且黄酮类化合物的添加量在试验剂量范围内与其抗氧化性呈正相关; 当添加量为0.5%时, 金莲花中黄酮类化合物的抗氧化性能可与BHT相媲美; 同时还研究了提取物与VC的协同抗氧化作用, 结果表明金莲花中黄酮类化合物与VC有较好的增效协同效应。

关键词: 金莲花; 黄酮类化合物; 抗氧化性; POV值

Abstract: The extraction of flavonoids from *Trollius macropetalus* Fr.Schmidt was studied and the antioxidant activity of the extract towards lard was evaluated as well. First the extract conditions were optimized by the orthogonal experiment, such as extraction solvent, ratio of solid to liquid of extraction, temperature of extraction and time of extraction. At last the optimum conditions of operation were decided as follows: 60% alcohol, solid/liquid ratio 1:15, extracting for two hours under temperature 60℃. According to above technological conditions, the content of flavones is 15.93%, and the yield of this product is 20.33%. Then, the antioxidation of flavonoids on lard was assayed by $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3-\text{I}_2$ titrimetric method. The results showed that the dosage of flavones was in direct proportion to the antioxidation. When the concentration of flavones in lard was 0.5%, the antioxidative effect was as good as BHT. Meanwhile, when ascorbic acid was used together with flavonoids, ascorbic acid shows stronger synergistic antioxidative activities with flavonoids.

Key words: *Trollius macropetalus* Fr.Schmidt; flavonoids antioxidation; POV

中图分类号: R284

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2003)06-0088-04

食用油脂由于含有不饱和脂肪酸, 易与空气中的氧、必需脂肪酸等营养成分遭到破坏, 不但影响食品的风味, 也降低了食用价值, 甚至可引起食物中毒^[1]。

收稿日期: 2002-12-07

作者简介: 唐津忠(1968-), 女, 实验师, 主要从事食品有效成分检测、提取及应用方面的研究。

为了防止食用油脂的氧化酸败,通常在油脂和含油食品的加工过程中,采用添加抗氧化剂的方法。从植物原料中提取的天然抗氧化剂,具有安全、无毒等优点,越来越受到欢迎,天然抗氧化剂的研究也成为油脂化学的一个研究热点。

黄酮类化合物在本世纪30年代即发现具有VC活性,60年代证实具有抗油脂氧化活性,作为一种抗氧化剂使用。80年代以后,对其研究开始转向对活性氧自由基的清除及对老年病的防治功能上,发现在生物体内它们有预防心血管疾病、防癌抗癌、调节免疫、抗衰老、抗菌抗病毒、抗炎抗过敏、止血镇痛等诸多功效,已列为保健食品的一类功能因子^[2]。金莲花系毛茛科植物长瓣金莲花的干燥花,在我国东北资源丰富,民间用作清热解毒药。研究表明^[3],金莲花提取物对革兰氏阳性球菌及阴性杆菌都有抑制作用,对绿脓杆菌的抗菌作用尤为明显。临床观察表明^[4],金莲花水浸膏片对急性阑尾炎、痢疾、上呼吸道感染及绿脓杆菌感染,都有较好的疗效。国内外对金莲花的开发利用已有报道。鉴于金莲花中所含黄酮类化合物,本研究旨在该化合物对油脂抗氧化活性作用及其提取条件进行探讨,以便综合利用。

1 材料与方法

1.1 材料

金莲花 购于药店。

猪油 新鲜板油熬制而成。

主要试剂 乙醇(A R); AlCl₃(A R); 淀粉指示剂; 氯仿(A R); KI(A R); 乙酸(A R); 生育酚(A R); 抗坏血酸(A R); 乙酸乙酯(A R); Na₂SO₃(A R); BHT; DPPH等试剂。

1.2 主要设备

台式恒温水浴振荡器 上海跃进医疗器械厂;

721型分光光度计 上海第三分析仪器厂;

LD5-2A型离心机 北京医用离心机厂;

上皿电子天平 上海电子仪器厂;

电热恒温培养箱 湖北黄石医疗器械厂;

电热鼓风干燥箱 天津实验仪器厂;

ZFQ-972型旋转薄膜蒸发器 天津玻璃仪器厂。

1.3 方法

1.3.1 金莲花中黄酮类化合物的最佳提取条件

1.3.1.1 提取实验的设计

影响黄酮类浸提效果的因素主要有四个,即提取试剂、提取固液比、提取时间和提取温度。为了进一步研究这四个因素对金莲花中黄酮提取量的综合影

响,本实验采用L₉(3⁴)正交设计进行选择试验。以提取的黄酮含量为指标来确定最佳提取条件。各因素及水平设计见表1,正交试验设计见表2。

表1 因素与水平

水平	因素			
	提取剂 A	固液比 B	温度 C(°C)	时间 D(h)
1	水	1:10	50	1
2	60%乙醇	1:15	60	2
3	90%乙醇	1:20	70	4

表2 正交试验设计

实验次数	因素			
	A	B	C(°C)	D(h)
1	水	1:10	50	1
2	水	1:15	60	2
3	水	1:20	70	4
4	60%乙醇	1:10	60	4
5	60%乙醇	1:15	70	1
6	60%乙醇	1:20	50	2
7	90%乙醇	1:10	70	2
8	90%乙醇	1:15	50	4
9	90%乙醇	1:20	60	1

1.3.1.2 提取操作步骤

将金莲花烘干、去梗后粉碎,每组称取10g,置于250ml具塞三角瓶中。按正交试验表,以设定的固液比加入提取剂,于恒温水浴振荡器中浸提,过滤,将滤渣二次浸提,再过滤,合并两次所得的滤液。将滤液以4000r/min的速度离心分离10min,收集上清液,定容至200ml作为待测提取物。

1.3.1.3 指标的测定

提取液总黄酮含量的测定 AlCl₃比色法^[5]。

$$\text{黄酮甙(mg/g)} = E \times 320 \times V_0 / (1000 \times V \times m)$$

1.3.2 金莲花提取物的回收

确定了最佳提取方案后,按照该方案大量地提取金莲花中黄酮类化合物。将所得的粗提液用旋转蒸发器真空浓缩,回收有机溶剂,浓缩至粘稠状后,置于培养皿中,然后放入真空干燥箱中,烘干后称重,计算产品得率。

$$\text{产品得率} = (\text{所得产品重量} / \text{金莲花样品量}) \times 100\%$$

1.3.3 金莲花中黄酮类化合物对猪油的抗氧化性的测定

1.3.3.1 实验方法

将上述提取物称取不等量三份样品,用少许60

%的乙醇溶解后加入三只装有50g猪油的100ml烧杯中搅拌均匀,同时做空白样对照。将所有试样放入65±0.5℃恒温培养箱中,各烧杯加盖一表面皿,每隔一定时间搅拌一次,并交换位置,以确保环境条件相同。按照GB/T(5538-1995)^[6]的标准方法,每隔5d取样测定猪油的过氧化值(POV值),并以此来表示猪油的氧化速度,进而推算提取物的抗氧化性。

$$\text{计算公式: } X(\text{meq/kg}) = [(V_1 - V_0) \times C/m] \times 1000$$

1.3.3.2 实验内容

(1) 不同添加量的黄酮类化合物(0.05%、0.2%、0.5%)对猪油的抗氧化作用的比较;

(2) 黄酮类化合物与BHT(0.02%)、VE(0.05%)对猪油的抗氧化作用的比较;

(3) 黄酮类化合物与VC(1:1)的协同抗氧化作用。

2 结果与讨论

2.1 金莲花中黄酮类化合物最佳提取方案的确定

表3 正交实验结果及极差分析

实验次数	因素				黄酮含量(%)
	提取剂 A	固液比 B	温度 C(°C)	时间 D(h)	
1	水	1:10	50	1	10.98
2	水	1:15	60	2	12.40
3	水	1:20	70	4	14.20
4	60%乙醇	1:10	60	4	16.46
5	60%乙醇	1:15	70	1	15.68
6	60%乙醇	1:20	50	2	15.64
7	90%乙醇	1:10	70	2	7.30
8	90%乙醇	1:15	50	4	8.52
9	90%乙醇	1:20	60	1	6.86
K ₁	37.58	34.74	35.14	33.53	
K ₂	47.78	36.60	35.73	40.96	
K ₃	22.68	36.70	37.18	39.18	
R ₁	12.53	11.58	11.71	11.18	
R ₂	15.93	12.20	11.91	13.65	
R ₃	7.56	12.23	12.39	13.06	
R	8.37	0.65	0.68	2.47	

表3数据所得出实验结果为黄酮含量最高的试验组为4号(A₂B₁C₂D),通过以黄酮含量为指标的极差分析计算,可得出各因素对指标影响的主次顺序为:A>D>C>B。

可见溶剂的种类是影响提取效果的主要因素。从因素A(提取溶剂)看,用60%乙醇浸提的效果明显优于水和90%乙醇的效果。因此,本实验选取60%

乙醇(A₂)作为提取溶剂。

从因素D(提取时间)看,随着时间的延长,所提取的黄酮总量逐渐增加,这是因为时间长,使黄酮物质可以充分浸出。但观察4、5、6三组的黄酮含量,相差并不大。因此,从缩短生产周期方面考虑,选择提取时间为2h(D₂)。

从因素C(提取温度)看,选择第4组的理论最佳条件即60℃(C₂)。

从因素B(固液比)看,考虑到该值过小时,提取剂因不能充分的浸润原料,而不能将原料中的有效物充分浸提出来;反之,若固液比过高,一是会给后序的浓缩工序增加难度,二来提取的效果也未见更好。因此,我们选择固液比为1:15(B₂)。

综上所述,我们确定的最佳提取方案为:A₂B₂C₂D₂。即以60%乙醇为提取剂、提取固液比为1:15、提取温度为60℃、提取时间为2h,在此条件下,黄酮含量为15.93%,粗提物产品得率为20.33%。

2.2 金莲花中黄酮类化合物对猪油的抗氧化性研究

2.2.1 不同浓度提取物的抗氧化性能比较

表4 不同浓度提取物的抗氧化性能比较(POV)

添加量	时间(d)				
	0	5	10	15	20
空白	3.25	7.88	12.43	79.18	188.98
0.05%	3.25	7.41	11.70	20.77	88.28
0.2%	3.25	6.31	9.75	12.43	23.33
0.5%	3.25	4.94	8.28	10.53	18.16

由表4可看出,所有试验组的POV值均低于空白对照组的值,证明金莲花中黄酮类化合物对猪油有一定的抗氧化作用;随着提取物添加量的增加,其对猪油的抗氧化作用增强,两者在试验剂量范围内呈正相关;而且,随保藏时间的延长,其抗氧化效果更加显著。

2.2.2 与BHT、α-VE抗氧化性能的比较

为了确定金莲花中的黄酮类化合物对猪油抗氧化作用大小,我们仍以0.05%、0.2%、0.5%三个浓度为添加量,并与BHT、α-VE的最大限度添加量0.02%、0.05%为对照,对猪油进行了抗氧化性实验,实验结果见表5。

由表5所示结果看,当黄酮类化合物的添加量为0.5%时,其抗氧化作用可以与人工合成抗氧化剂BHT相媲美,也好于VE的效果,这显示了金莲花中黄酮类化合物在食用油脂抗氧化方面的巨大潜力。

2.2.3 抗坏血酸(VC)对黄酮类化合物的增效作用

表 5 不同浓度提取物与 α -VE、BHT 的抗氧化性能比较 (POV)

添加量	时间(d)				
	0	5	10	15	20
空白	3.25	7.88	12.43	79.18	188.98
0.05% 黄酮类	3.25	7.41	11.70	20.77	88.28
0.2% 黄酮类	3.25	6.31	9.75	12.43	23.33
0.5% 黄酮类	3.25	4.94	8.28	10.53	18.16
0.05% α -VE	3.25	8.29	27.45	88.42	97.12
0.02%BHT	3.25	5.25	8.45	10.40	18.53

我们以抗坏血酸为增效剂,与实验提取物混合使用,对猪油进行抗氧化试验,以考查 VC 对金莲花中黄酮类化合物的增效作用,实验结果见表 6。

表 6 提取物与增效剂混合的抗氧化性能比较 (POV)

添加量	时间(d)			
	0	5	10	15
空白	3.25	7.88	12.43	79.18
0.05% 黄酮类	3.25	7.41	11.70	20.77
0.025% 黄酮类+0.025%VC	3.25	6.34	6.60	9.96

由表 6 所 实验结果看出,0.025% 黄酮类+0.025% VC 的抗氧化作用比单独用 0.05% 黄酮类的抗氧化作用大,说明 VC 对黄酮类化合物有一定的协同作用。

3 结 论

3.1 本实验,确定了金莲花中黄酮类化合物最佳提取条件:乙醇浓度 60%、固液比 1:15、温度 60℃、

时间 2 h。

3.2 按上述工艺条件所得的提取液中,总黄酮含量为 15.93%,产品经真空浓缩、烘干后粗提物产品得率为 20.33%。

3.3 金莲花中黄酮类化合物对猪油具有一定的抗氧化作用,随添加量的增加,其抗氧化作用逐渐增强,在试验剂量范围内呈正相关;添加 0.5% 黄酮类化合物的抗氧化效果可与 0.02% 的人工合成抗氧化剂 BHT 相媲美。

3.4 金莲花中黄酮类化合物与 VC 结合使用对猪油有较好的协同抗氧化增效作用。

3.5 鉴于金莲花中黄酮类化合物对食用油脂具有较强的抗氧化作用,且金莲花本身也具有明显的 菌作用,因此具有一定的开发意义。

参考文献:

- [1] 胡迎芬等.厚朴提取物对猪油抗氧化作用的研究[J].食品科学,2000,(7):29-31.
- [2] 张德权等.生物类黄酮的研究及应用状况[J].食品与发酵工业,1999,(6):52-57.
- [3] 中国药物大辞典(上册)[J].中国医药科技出版社,1991.
- [4] 刘丽娟等.长瓣金莲花的 菌作用及其总黄酮的含量的测定[J].中草药,1992,(9):461-462.
- [5] 照范,张迪清.保健食品化学及其检测技术[M].中国轻工出版社,1998.112.
- [6] 粮油食品品质分析(第二版)[M].中国轻工业出版社,2000.449.

水生植物菱中黄酮类化合物的初步分离

牛凤兰¹, 刘国良¹, 董威严¹, 程 舸¹, 桂军涛¹, 曲 扬², 李超生³

(1. 吉林大学公共卫生学院, 长春 130021)

(2. 吉林大学图书馆, 长春 130021)

(3. 吉林省中医中药研究院, 长春 130021)

摘 要: 为了研究水生植物菱中的保健功能成分,用 95% 乙醇提取菱,并用极性不同的溶剂萃取提取液,继而用硅胶薄层将萃取液进行分离,结果表明菱中确实含有黄酮类化合物,菱作为一种具有保健作用的功能食品非常有开发价值。

关键词: 菱; 黄酮; 分离

Abstract: In order to discover the main components of the water chestnut, the kernel of this plant was distilled with 95% alcohol as reference. Then solvents with different polarities were used to extract the liquor. Some flavone appeared in line after being

收稿日期: 2002-11-18

作者简介: 牛凤兰(1951-),女,主要从事分析检验等工作。