

荔枝壳黄酮类物质的醇提工艺*

杨 宝 赵谋明 李宝珍 彭志英

(华南理工大学轻工与食品学院, 广州, 510640)

摘 要 荔枝壳含有丰富的黄酮类物质。文中采用响应面分析方法, 分析了乙醇、浸提时间、浸提温度和料液比之间的交互作用以及对粗黄酮产率的影响, 建立数学模型, 并得出最佳工艺条件为, 乙醇体积分数为 80%, 浸提温度 78℃, 浸提时间 4 h, 料液比 1:20(g:mL), 该条件下粗黄酮产率的质量分数为 17.92%。

关键词 荔枝壳, 提取, 黄酮

荔枝壳中含有多种活性成分, 如黄酮类、酚酸类物质, 有较高的加工利用价值。这些物质都有着良好的抗氧化性能和清除自由基能力, 对降血压, 降血脂, 抗肿瘤, 防止动脉粥样硬化, 消炎镇痛, 增强免疫能力有一定功效^[1]。

目前国内外对荔枝壳的研究主要集中在以下几个方面: 不同生长阶段荔枝壳花青素的变化^[2]; 荔枝壳褐变过程中花青素、多酚类物质的变化^[3,4]; 荔枝壳红色素和棕色素的稳定性研究^[5,6]。对于荔枝壳活性成分的提取研究, 目前尚未见报道。文中采用响应面分析的方法, 通过建立数学模型, 分析了浸提时间、温度、乙醇体积分数和料液比各因素之间的交互作用和对粗黄酮产率的影响, 得出最佳工艺条件。

1 材料与方法

1.1 试验材料

无水乙醇、 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 、 NaNO_2 、 NaOH 、 Na_2CO_3 , 均为分析纯。荔枝(怀枝品种)购于广州市场。

1.2 主要仪器

恒温水浴摇床, UV-754 分光光度计, FA2004 分析天平, RE-52AA 旋转蒸发器, 循环水真空泵。

1.3 试验方法

1.3.1 浸提方法^[8]

称取 5g(干基)荔枝壳, 加入一定体积的提取溶剂, 在一定温度水浴一定时间, 过滤, 35℃ 真空浓缩至干, 加入体积分数为 70% 乙醇溶液定容至 50 mL, 待测。

1.3.2 粗黄酮测定方法^[9]

采用硝酸铝-亚硝酸钠比色法, 以芦丁为标准品

绘制标准曲线。取 1 mL 提取液, 定容到 50 mL。再从中取 1 mL 样品, 加体积分数 30% 乙醇溶液 4 mL 和质量分数为 5% 亚硝酸钠溶液 0.5 mL, 混匀, 放置 6 min, 加入质量分数为 10% 硝酸铝溶液 0.5 mL, 混匀, 放置 6 min, 加质量分数为 4% NaOH 溶液 4 mL, 放置 15 min, 在 510 nm 处测定吸光度。

粗黄酮产率/% = 粗黄酮质量 \times 100 / 荔枝壳干基质量

1.3.3 建立数学模型

采用 Design Expert 软件设计实验方案, 直接得出数学模型。

2 结果与讨论

2.1 乙醇体积分数与浸提温度对粗黄酮产率的影响

由图 1 可知, 当固定乙醇体积分数时, 随着浸提温度的升高, 粗黄酮产率有显著的上升趋势。当固定浸提温度时, 随着乙醇体积分数的提高, 粗黄酮产率也呈现上升趋势, 表明荔枝壳黄酮类物质具有良好的醇溶性。比较不同乙醇体积分数下浸提温度对粗黄酮产率的影响可以发现, 当乙醇体积分数较低时, 粗黄酮产率随浸提温度的上升趋势明显; 而当乙醇体积

第一作者: 博士研究生。

* 广东省农业攻关项目(No. 2003A203507)

收稿日期: 2004-12-06, 改回日期: 2005-02-25

图 1 乙醇体积分数与浸提温度

对粗黄酮产率的交互影响

注: 其他条件为料液比 1:15(g:mL), 浸提时间 3 h。

分数较高时,上升趋势相对平缓。这可能是由于乙醇溶液随体积分数升高,其沸点降低,导致高温下的部分挥发,影响到浸提效果。

2.2 乙醇体积分数与浸提时间对粗黄酮产率的影响

浸提时间与粗黄酮产率呈正相关。分别比较乙醇体积分数和浸提时间对粗黄酮产率的影响可以发现(见图2),浸提时间对产率的影响显著低于乙醇体积分数的影响,表明在本文所选的浸提时间范围内,2h的时间可以较大程度的将荔枝壳中的粗黄酮提取出来,所以继续延长浸提时间,粗黄酮的提取率并没有太大升高。乙醇体积分数与浸提时间之间的交互作用表现为,升高乙醇体积分数的同时延长浸提时间会进一步提高粗黄酮产率。

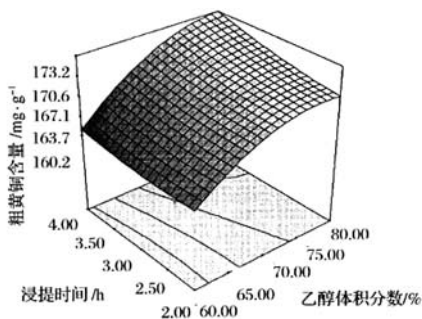


图2 乙醇体积分数与浸提时间
对粗黄酮产率的交互影响

注:其他条件为浸提温度 65℃,料液比 1:20(g:mL)。

2.3 乙醇体积分数与料液比对粗黄酮产率的影响

本文采用一次提取工艺来衡量不同因素对粗黄酮产率的影响,所选取的料液比值较大,从 1:10~1:20(g:mL)。从图3来看,增大提取溶剂的用量可以显著提高粗黄酮产率。当料液比采用 1:20,乙醇体积分数为 80% 时,粗黄酮产率质量分数达最高 17.58%。二者之间的交互作用表现为,增加浸提溶

图3 乙醇体积分数与料液比对粗黄酮产率的交互影响
注:其他条件为浸提温度 65℃,浸提时间 3h。

剂用量和乙醇体积分数会同时提高粗黄酮产率。

2.4 浸提温度与浸提时间对粗黄酮产率的影响

从图4来看,二者的交互作用在于,当浸提温度较低时,浸提时间从 2 h 延长至 4 h,其对粗黄酮产率的影响非常显著。而当浸提温度较高时,2 h 的浸提时间已经能够充分将粗黄酮从原料中浸提出来,继续延长浸提时间,产率无显著增长。

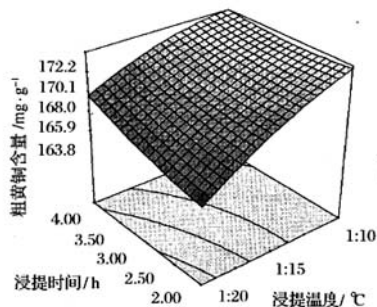


图4 浸提温度与浸提时间对粗黄酮产率的交互影响
注:其他条件为乙醇体积分数 70%,料液比 1:15(g:mL)。

2.5 浸提温度与料液比对粗黄酮产率的影响

提高浸提温度和料液比都会提高粗黄酮产率,但在不同温度或料液比条件下,它们分别对产率的影响程度不同(见图5)。如当料液比为 1:10(g:mL)时,浸提温度从 50℃ 上升到 80℃,粗黄酮产率质量分数从 15.79% 上升到 16.71%,升幅 0.92%。而当料液比为 1:20(g:mL)时,浸提温度上升同样幅度,粗黄酮产率质量分数 16.94% 上升到 17.48%,升幅 0.54%。

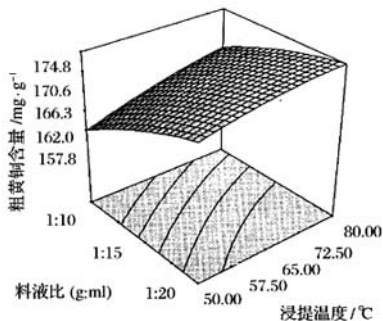


图5 浸提温度与料液比对粗黄酮产率的交互影响
注:其他条件为乙醇体积分数 70%,浸提时间 3 h。

2.6 浸提时间与料液比对粗黄酮产率的影响

不同料液比条件下,浸提时间对粗黄酮产率的影响趋势基本相同。随浸提时间的延长,粗黄酮产率呈现较平缓的上升趋势。在提高料液比同时延长浸提时间会进一步提高粗黄酮产率。

图6 浸提时间与料液比对粗黄酮产率的交互影响

注:其他条件为乙醇体积分数70%,浸提温度65℃。

2.7 数学模型的建立

通过 design expert 软件分析,得出二次方数学拟合模型,方程式为:

粗黄酮产率质量分数/% =

$$16.93 + 0.38A + 0.32B + 0.10C - 0.54D - 0.2A^2 - 0.084B^2 + 0.041C^2 - 0.11D^2 + 0.075AB + 0.073AC - 0.03AD - 0.089BC + 0.1BD - 0.034CD$$

其中:A表示乙醇体积分数,%;B表示浸提温度,℃;C表示浸提时间,h;D表示料液比(g:mL)。

最佳工艺条件为:乙醇体积分数为80%,浸提温度78℃,浸提时间4h,料液比1:20(g:mL),粗黄酮产率质量分数为17.92%。

3 结 论

(1)乙醇体积分数、浸提温度、浸提时间、料液比对粗黄酮产率有显著影响。提高乙醇体积分数和浸提温度,延长浸提时间,增大料液比都会提高粗黄酮产率。

(2)乙醇体积分数、浸提温度、浸提时间和料液比之间存在显著交互作用。

(3)最佳工艺条件为:乙醇体积分数80%,浸提温度78℃,浸提时间4h,料液比1:20(g:mL)。该条件下粗黄酮产率质量分数为17.92%。

参 考 文 献

- 1 Pascale S M, Erwan L R, Christine L G et al. Phenolic composition of litchi fruit pericarp[J]. J Agric Food Chem, 2000,48:5 995~6 002
- 2 Javier R L, Cesar O F, Pedro W E. Changes in anthocyanin concentration in lychee (litchi chinensis sonn.) pericarp during maturation[J]. Food Chem, 1999,65:195~200
- 3 Zhaoqi Z, Xuequn P, Zuoliang J et al. Role of anthocyanin degradation in litchi pericarp browning[J]. Food Chem, 2001,75:217~221
- 4 Yueming J. Role of anthocyanins, polypehnol oxidase and phenols in lychee pericarp browning[J]. J Sci Food Agric, 2000,80:305~310
- 5 Lee H S, Wicker L. Anthocyanin pigments in the skin of lychee fruit[J]. J Food Sci, 1991,56:466~468
- 6 何战胜,李贵荣,刘传湘.荔枝壳红色素的提取及稳定性观察[J].南华大学学报(医学版),2002,30:269~271
- 7 张前军,陈青,伍静.荔枝壳棕色素的提取及稳定性研究[J].贵州化工,2000:19~21
- 8 Rhodes, Michael J C, Price K R. Analytical problems in the study of flavonoid compounds in onions[J]. Food Chemistry, 1996,57:113~117
- 9 Shela G, Marina Z, Ratiporn H et al. Comparative content of total polyphenols and dietary fiber in tropical fruits and persimmon[J]. J Nutr Biochem, 1999,10:367~371

Study on Extracting Flavonoids from Litchi Pericarp by Alcohol Solution

Yang Bao Zhao Mouming Li Baozhen Peng Zhiying

(Light Industry and Food College, South China University of Technology, Guangzhou, 510640, China)

ABSTRACT Litchi pericarp enriches in flavonoids. Response surface methodology was performed and mathematic model was built to analyze the interaction of alcohol concentration, extraction time, extraction temperature and material-sovent ratio, and their effects on the yield of crude flavonoids. The optimal conditions were 80% (volume fraction) alcohol solution, extraction temperature 78℃, extraction time 4h and material-solvent ratio 1:20 (g/mL), the yield of the crude flavonoids was 17.92% (mass fraction).

Key words litchi pericarp, extraction, flavonoid