

微波辅助提取红小豆中芦丁的工艺研究

徐逸飞¹,刘彩琴^{2,*}

(1.甘肃省食品质量监督检验研究中心,甘肃兰州 730000;

2.浙江树人大学生物与环境工程学院,浙江杭州 310015)

摘要:采用微波辅助提取技术提取红小豆中的芦丁,通过单因素实验和正交实验,考察了提取时料液比、乙醇浓度、微波辅助提取时间等影响因素对芦丁提取量的影响。结果表明,微波功率为 270W 时,最佳工艺参数是:料液比为 1:30、乙醇浓度 55%、提取时间 55s,在此参数下,芦丁的提取量为 80.80mg/100g。

关键词:芦丁,微波辅助提取,红小豆

Microwave-assisted extraction of rutin from Adzuki bean

XU Yi-fei¹, LIU Cai-qin^{2,*}

(1.Gansu Province Food Quality Supervision Inspection and Research Center, Lanzhou 730000, China;

2.College of Biology and Environment Engineering, Zhejiang Shuren University, Hangzhou 310015, China)

Abstract: In this paper, the optimization of extraction technology of rutin from Adzuki bean with microwave-assisted method was examined by rutin yield, using ethanol as extracting solvent based on single factor test and orthogonal experimental design. Results showed that under the 270W microwave power, the optimum microwave extraction parameters were as follows: solid-liquid ratio of 1:30, solvent 55% ethanol solution and microwave treatment time for 55s. Under these conditions, rutin yield was 80.80mg/100g.

Key words: Rutin; microwave-assisted extraction; Adzuki bean

中图分类号: TS202.3

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2013)17-0252-03

红小豆 (*Phaseolus angularis*), 又名赤豆、赤小豆、红豆、小豆等, 为豆科植物赤豆 *Phaseolus angularis* wight 或赤小豆 *Phaseolus calcaratus* Roxb. 的种子^[1]。因其高蛋白、低脂肪、多营养, 用于食品和饮料加工^[2-3]; 因其有利水除湿、和血排脓、消肿解毒之功效, 用于疾病的预防和治疗^[2]。研究发现, 红小豆含有儿茶素、表儿茶素葡萄糖苷、原花青素二聚体、杨梅素、原儿茶酸和单宁等物质, 具有良好的抗氧化特性和清除自由基的能力^[4-5]。红小豆水提物可防止香肠氧化^[6], 醇提物可降低血清胆固醇^[7]。作为中国传统的食品原料之一, 南北各地均有栽培, 开发和利用红小豆具有非常好的前景。植物的次级代谢产物-芦丁(3', 4', 5, 7-四羟基黄酮-3- β -D-芦丁糖苷) 广泛存在于植物中, 因其对心脏和肾的药理活性^[8]、具有降血压^[9]、护肝和抗癌作用^[10]而引起人们的关注。目前, 我国主要从槐米和荞麦^[11]中提取芦丁, 其产量明显受限于产地和自然条件。同时芦丁易氧化, 受热易降解^[12], 因此, 合适的原材料和提取工艺对芦丁功效的发挥至关重要。微波辅助提取技术(MAE) 因能提供特殊形式的能量, 使浸取浓度、浸取率和浸取效率有显著提高^[13], 被用来提取植物中的

活性物质。本实验研究以普通微波炉为微波加热装置, 以芦丁提取量为指标, 以乙醇为溶剂, 优化了微波辅助提取红小豆中芦丁的工艺参数, 为红小豆的开发提供一定的理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

红小豆 上海禾煜贸易有限公司; 芦丁标准品 国药集团化学试剂公司; 其他试剂 均为国产分析纯。

微波炉 格兰仕 WD900BS; FW100 型高速万能粉碎机 天津市泰斯特仪器有限公司; 紫外-可见分光光度计 日本岛津 UV-124 型; PL303 型电子分析天平 梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 提取方法 红小豆研磨粉碎, 过 80 目筛子, 得红小豆细粉。取 30g 红小豆细粉, 放入 100mL 圆底烧瓶中, 加入 60mL 石油醚, 水浴加热回流 2h 脱脂, 抽滤, 80℃烘箱中烘干得脱脂样品^[14]。

脱脂红小豆样品 1g, 置于锥形瓶中, 加适量的乙醇水溶液, 置微波炉中微波提取, 然后用 30% 乙醇定容至刻度, 摇匀, 用紫外-分光光度计测定 500nm 处吸光度, 根据标准曲线计算芦丁含量。

1.2.2 标准曲线的制备^[15] 精确称取芦丁标准样品 20.0mg, 置于 200mL 容量瓶中, 加少量 30% 乙醇水溶

收稿日期: 2013-01-22 * 通讯联系人

作者简介: 徐逸飞 (1976-), 男, 中级工程师, 研究方向: 食品安全。

液,水浴微热使其溶解,冷至室温,再用 30% 乙醇定容至刻度,摇匀,配成浓度为 0.1mg/mL 的芦丁标准溶液。取标准芦丁溶液 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL,分别置于 10mL 容量瓶中,每个容量瓶中分别相当于含有芦丁 0.00、0.10、0.20、0.30、0.40、0.50mg,分别加入 30% 乙醇水溶液至 5mL,摇匀后,各加入 5% 亚硝酸钠水溶液 0.3mL,摇匀,静止 5min,再加入 10% 硝酸铝水溶液 0.3mL,静止 6min,最后加入 4% NaOH 溶液 4.0mL,摇匀,并用 30% 的乙醇水溶液定容至刻度。放置 15min 后,以无标准芦丁溶液的作空白,在 500nm 波长处分别测定其吸光度,以浓度为横坐标,吸光度为纵坐标建立标准曲线方程。

1.2.3 芦丁含量计算方法 样品中芦丁的含量 (mg/100g) = (C × V) / m × 100

式中:C 为样液中芦丁的浓度 (mg/mL); V 为样液的定容体积 (mL); m 为称取样品的质量 (g)。

1.2.4 单因素实验设计 以芦丁提取量为指标,考察料液比 (1:30、1:40、1:50、1:60)、乙醇浓度 (50%、60%、70%、80%)、微波时间 (35、40、45、50s) 对红小豆中芦丁提取量的影响。每个实验设置 3 次重复。

1.2.5 正交实验设计 在单因素实验的基础上,选取料液比、乙醇浓度、微波时间为主要影响因素,在微波功率一定的条件下,以芦丁提取量为指标,进行 $L_9(3^3)$ 正交实验,确定微波辅助提取法的最佳提取工艺。实验设计见表 1。

表 1 $L_9(3^3)$ 正交实验设计因素及水平表

水平	因素		
	A 料液比	B 乙醇浓度 (%)	C 微波时间 (s)
1	1:25	45	45
2	1:30	50	50
3	1:35	55	55

1.3 数据处理

所有的实验数据均为三个重复的平均值,数据经 Excel 分析和处理。

2 结果与分析

2.1 芦丁标准曲线

以吸光度 A 为纵坐标,芦丁浓度 C (μg/mL) 为横坐标,建立标准曲线方程。其标准曲线方程为回归方程为 $Y = 0.0125x - 0.0252$ ($R^2 = 0.9995$),表明在该浓度范围内浓度和吸光度有良好线性关系。

2.2 料液比对芦丁提取量的影响

由于芦丁易溶解于热水和乙醇中^[1],所以将 50% 乙醇溶液作为提取溶剂,微波辅助提取时间 40s,微波功率 270W (由于微波炉限制,不能调节),在此条件下考察了 1:30、1:40、1:50、1:60 的料液比对红小豆中芦丁提取量的影响,结果见图 2。

从图 2 可知:在 1:30、1:40、1:50、1:60 料液比时,随溶剂用量的增大,芦丁含量降低。料液比 1:30 时,芦丁提取量最大,达到 56.72mg/100g。实验中发现若料液比为 1:20 时,红小豆溶解不充分,所以最佳料液比为 1:30。更高的液料比使提取率下降,这可能

是由于过量的溶剂吸收微波能量所致^[14]。

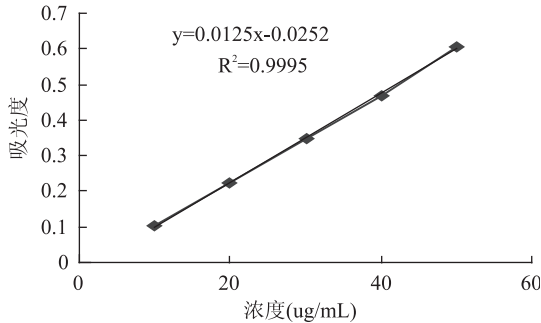


图 1 芦丁标准曲线

Fig.1 The curve of rutin standard solution

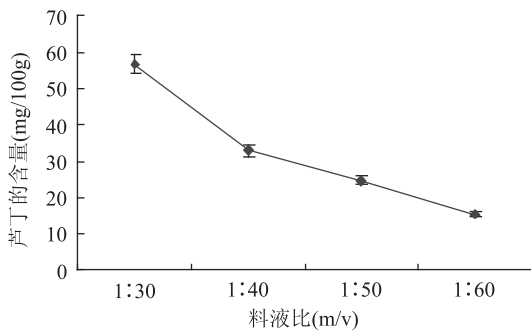


图 2 料液比对芦丁提取量的影响

Fig.2 The effect of solid-liquid ratio on rutin yield

2.3 乙醇浓度对芦丁提取量的影响

在料液比为 1:30,微波功率 270W,提取时间 40s 的条件下,以 50%、60%、70%、80% 的乙醇溶液为溶剂,考察了乙醇浓度对芦丁提取量的影响,结果见图 3。

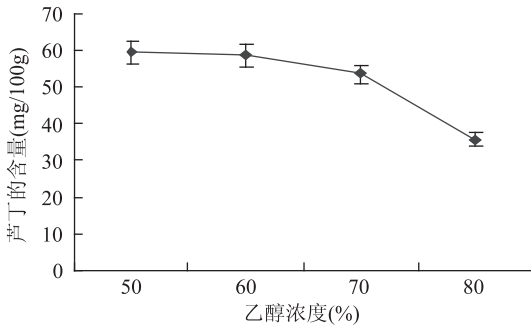


图 3 乙醇浓度对芦丁提取量的影响

Fig.3 The effect of ethanol concentration on rutin yield

从图 3 可知:乙醇浓度为 50%、60%、70%、80% 时,随乙醇浓度增大,芦丁的提取量下降。这是两方面协同作用的结果,其一:由于芦丁为极性分子,根据相似相溶原理,乙醇浓度越大,极性越弱,导致芦丁提取量下降;其二:由于微波致热易导致植物细胞内的极性物质吸收微波能,细胞内温度迅速上升,引起细胞内极性物质气化,当温度和内压达到一定值时,将会冲破细胞壁,从而使细胞内物质释放出来,所以随乙醇浓度增大,芦丁的提取率也降低了。乙醇浓度在 50% 和 60% 时提取的芦丁含量每 100g 中相差 1mg,从经济的角度来看,50% 的乙醇足以溶解红小豆中的芦丁。

2.4 微波提取时间对芦丁提取量的影响

在料液比 1:30,微波功率 270W,乙醇浓度 50% 的条件下,微波辅助提取时间为 35、40、45、50s,考查了提取时间对红小豆中芦丁提取量的影响,结果见图 4。

从图 4 可知:在 35s 到 50s 范围内,随提取时间的延长,芦丁的提取量增大。时间过短,目标成分未能充分溶出,而时间过长可能导致目标成分的热分解及其他杂质增加。而本实验中将提取时间延长至 60s 时,微波处理过程中有“烧干”的现象,所以初步确定最佳微波提取时间为 50s。

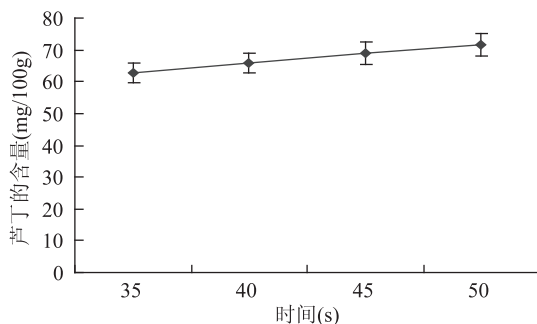


图 4 微波提取时间对芦丁提取量的影响

Fig.4 The effect of microwave treatment time on rutin yield

2.5 正交实验优化提取条件

根据以上单因素实验结果,选取对提取效果影响较大的液料比、乙醇浓度和微波时间三个因素,进行正交实验,实验设计见表 1,实验结果及分析见表 2。

表 2 正交实验结果及分析

Table 2 Experimental results for optimization of rutin yield

实验号	A	B	C	芦丁含量 (mg/100g)
1	1	1	1	72.64
2	1	2	2	54.52
3	1	3	3	79.84
4	2	1	2	62.72
5	2	2	3	77.52
6	2	3	1	80.76
7	3	1	3	65.84
8	3	2	1	69.00
9	3	3	2	77.64
k ₁	69.000	67.067	74.133	
k ₂	73.667	67.013	64.960	
k ₃	70.827	79.413	74.400	
R	4.667	12.347	9.440	

由表 2 极差分析结果可以看出,对芦丁提取量影响因素从大到小依次为 B > C > A,即:提取所用乙醇的浓度 > 微波提取时间 > 料液比。芦丁的最佳提取工艺条件为 A₃B₃C₃,即料液比 1:30,乙醇浓度 55%,提取时间 55s。在此条件下,芦丁的提取量为 80.80mg/100g。

3 小结

通过单因素实验和正交实验优化,得到微波辅

助提取红小豆中芦丁的最佳条件是:料液比 1:30,乙醇浓度 55%,提取时间 55s。在此条件下,芦丁的提取量为 80.80mg/100g。从提取量来看较有些提取方法^[14]的提取量低,但是提取时间大为缩短,避免了热效应对生物活性物质的破坏,非常符合低碳环保的理念,所以微波辅助提取技术可以在短时间内实现红小豆中芦丁的提取,而且无污染、便捷。

参考文献

- [1] 王海荣,尹卫平,张玉清,等.赤豆中黄色素芦丁的分离与鉴定[J].洛阳工学院学报,2000,21(1):77-79.
- [2] 张波,薛文通.红小豆功能特性研究进展[J].食品科学,2012,33(9):264-266.
- [3] 于章龙,段欣,武晓娟,等.红小豆功能特性及产品开发研究现状[J].食品工业科技,2011(1):360-362.
- [4] Amarowicz R, Eatrella I, Hernandez T, et al. Antioxidant activity of extract of adzuki bean and its fractions [J]. J Food Lipids, 2008, 15: 119-136.
- [5] Amarowicz R, Troszynska A, Baryl K N, et al. Polyphenolics extracts from legume seeds: correlations between total antioxidant activity, total phenolics content, tannins content and astringency [J]. J Food Lipids, 2004, 11(4): 278-286.
- [6] Jayawardana B C, Hirano T, Han K H, et al. Utilization of adzuki bean extract as a natural antioxidant in cured and uncured cooked pork sausages [J]. Meat Sci, 2011, 89(2): 150-153.
- [7] Itoh T, Furuichi Y. Lowering serum cholesterol level by feeding a 40% ethanol-eluted fraction from HP-20 resin treated with hot water extract of adzuki beans (*Vigna angularis*) to rats fed a high-fat cholesterol diet [J]. Nutrition, 2009, 25(3): 318-321.
- [8] Peng L, Jia X P, Wang Y Z, et al. Ultrasonically assisted extraction of rutin from *Artemisia selengensis* Turcz: comparison with conventional extraction techniques [J]. Food Anal Methods, 2010, 3: 261-268.
- [9] Yang Y, Zhang F. Ultrasound-assisted extraction of rutin and quercetin from *Euonymus alatus* (Thunb.) Sieb [J]. Ultrason Sonochem, 2008, 15(4): 308-313.
- [10] Tomohiro I, Yuko I, Hiroshige H, et al. Vignoside, A novel new sesquiterpene glucoside obtained from a hot-water extract of Adzuki Bean (*Vigna angularis*) [J]. J Jpn Soc Food Sci, 2005, 52(7): 319-323.
- [11] 许良,席海山,藏洪禹,等.荞麦籽壳中芦丁的微波辅助提取工艺的 SPSS 正交设计优化 [J]. 计算机与应用化学, 2012, 29(6): 719-722.
- [12] Herrera M C, Luque de Castro M D. Ultrasound-assisted extraction for the analysis of phenolic compounds in strawberries [J]. Anal Bioanal Chem, 2004, 379: 1106-1112.
- [13] Lee J Y, Kim J H. Effect of water content of organic solvent on microwave-assisted extraction efficiency of paclitaxel from plant cell culture [J]. Korean J Chem Eng, 2011, 28(7): 1561-1565.
- [14] 康永锋,李艳,段吴平,等.赤豆总黄酮的微波辅助提取与抗氧化活性研究 [J]. 食品工业科技, 2012(2): 224-227.
- [15] 王娜,潘治利,谢新华,等.红枣渣中芦丁的提取工艺研究 [J]. 食品科学, 2009, 30(16): 185-188.