

乙醇-水体系中黄酮类化合物的浸取工艺研究

范莹莹¹, 黄小凤²

(1 昆明理工大学 理学院, 云南 昆明 650093)

2 昆明理工大学 环境科学与工程学院, 云南 昆明 650093)

摘要: 研究了乙醇-水体系浸取银杏叶中黄酮类化合物的工艺条件, 通过分光光度法测定黄酮的含量并计算它的浸出率. 根据黄酮类化合物浸出率的计算结果, 选用 70% 乙醇溶液作为提取剂, 并通过正交试验给出了黄酮类化合物的最佳浸出条件: 浸取温度为 70℃, 固液比为 1:20 浸取剂 pH 为 8. 在此条件下, 银杏叶中黄酮类化合物的浸出率可达到 92.2%.

关键词: 乙醇-水; 银杏叶; 黄酮类化合物; 浸取工艺

中图分类号: O623.54 **文献标识码:** A **文章编号:** 1007-855X(2006)02-0104-03

Technology on the Extraction of Flavones from Ginkgo Leaves

FAN Ying-ying, HUANG Xiao-feng

(1 Faculty of Science, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093 China)

2 Faculty of Environment Science and Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093 China)

Abstract Using ethanol-water as leaching reagent, the technological factors extracting flavones from Ginkgo leaves are studied. According to the result of leaching efficiency, 70% ethanol solution is selected as leaching reagent. The best conditions of extraction are determined by the orthogonal tests: leaching temperature is 70 °C, and the ratio of solid to liquid is 1:20, pH is 8. Under this condition, leaching efficiency of flavones from Ginkgo leaves can reach 92.2%.

Key words ethanol-water; Ginkgo leaves; flavones; technology on extraction

0 引言

银杏叶是银杏科植物银杏的叶子, 以银杏叶提取物为原料制成的药物具有清除自由基, 保护脑缺血, 脑水肿, 改善脑功能等多种作用^[1]. 另外, 银杏叶制剂还可用于保健食品和化妆品等方面^[2]. 银杏叶中黄酮类化合物的提取直接决定着银杏叶的药用价值, 因而成为国内外的研究热点. 目前, 常用的银杏叶浸取溶剂主要有低级醇, 低级酮和水等, 由于甲醇、丙酮等溶剂毒性较大, 而水的浸出率又较低, 故本文选用乙醇-水作为浸取剂, 分别考察了乙醇浓度、浸取温度、浸取溶剂 pH、固液比等因素对浸出率的影响.

1 实验部分

1.1 实验仪器与药品

仪器: 回流冷凝装置, 722型分光光度计(上海第三分析仪器厂), pH计(上海雷磁仪器厂).

药品: 无水乙醇, 亚硝酸钠, 硝酸铝, 芦丁, 所用试剂均为分析纯.

实验所用银杏叶取自云南大学校园, 经清洗、干燥后粉碎待用.

收稿日期: 2005-12-01

第一作者简介: 范莹莹(1973~), 女, 在读博士研究生, 讲师. 主要研究方向: 分析化学, 有机化学.

E-mail: fanyingying@sohu.com

1 2 实验方法

称取一定量银杏叶于回流冷凝装置中, 加入溶剂, 在一定温度和 pH 条件下, 浸取 2 次, 每次 3 h, 将浸取液合并后浓缩并定容, 移取一定量该试液, 与硝酸铝发生显色反应, 然后以芦丁做为标准溶液, 用分光光度计在 510 nm 处测定吸光度^[3], 计算浸取液中总黄酮类化合物的含量及浸出率。

2 结果与讨论

2.1 乙醇浓度的确定

称取 10.0 g 干燥并粉碎的银杏叶置于回流冷凝装置中, 用不同浓度的乙醇溶液分别在 50℃, 70℃浸取 2 次, 每次 3 h, 合并两次滤液后浓缩, 定容, 移取一定量定容后的试样进行显色反应并用 722 型分光光度计分析, 结果如图 1 所示。

由图 1 可见, 浸出率随乙醇浓度增加而增加, 虽然用高浓度乙醇作为溶剂可得到更好的浸出率, 但考虑到成本亦将随之大幅度提高, 而且用 70% 乙醇在 70℃下浸出率已经达到 88.3%, 完全可以满足制药的需要, 所以本实验选择 70% 乙醇作为提取剂。

2.2 最佳浸出条件的确定

影响银杏叶浸出率的因素主要有: 固液比, 浸取温度, 浸取剂 pH 值等。为此, 笔者设计了三因素三水平的正交试验来确定最佳浸取条件, 所选因素水平见表 1。实验方法如下: 称取银杏叶 10.0 g 于回流冷凝装置中, 用 70% 乙醇在所选取的条件下浸取二次, 每次 3 h, 合并两次滤液后浓缩, 定容, 移取一定量定容后的试样进行显色反应并用 722 型分光光度计分析, 计算浸出率, 实验结果与分析列于表 2。

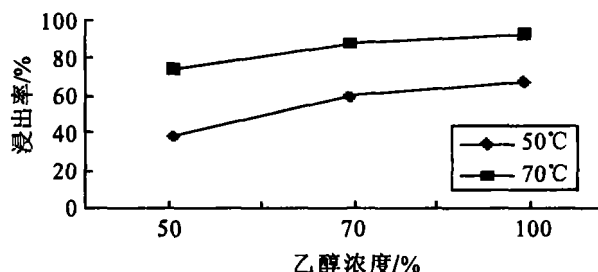


图1 乙醇浓度对黄酮类化合物的浸出率的影响
Fig.1 The effect of ethanol concentration on leaching efficiency

表 1 正交实验因素水平表

Tab 1 The different levels of the factors in orthogonal tests

	浸取温度 /℃	固液比 /固:液	浸取剂 pH
	(A)	(B)	(C)
1	40	1: 10	4
2	55	1: 20	6
3	70	1: 30	8

表 2 正交实验结果分析表

Tab 2 The results analysis of the orthogonal tests

	浸取温度 /℃	固液比 /固:液	浸取剂 pH	总黄酮浸出率
	(A)	(B)	(C)	%
1	40 (1)	1: 10 (1)	4 (1)	24.5
2	40 (1)	1: 20 (2)	6 (2)	38.1
3	40 (1)	1: 30 (3)	8 (3)	40.6
4	55 (2)	1: 10 (1)	6 (2)	63.0
5	55 (2)	1: 20 (2)	8 (3)	89.2
6	55 (2)	1: 30 (3)	4 (1)	75.7
7	70 (3)	1: 10 (1)	8 (3)	78.2
8	70 (3)	1: 20 (2)	4 (1)	81.5
9	70 (3)	1: 30 (3)	6 (2)	84.4
	103.2	165.7	181.7	
	227.9	208.8	185.5	
	244.1	200.7	208.0	
R	140.9	43.1	26.3	

正交实验结果说明,以 70% 乙醇溶液为溶剂浸取银杏叶时,最佳水平搭配为 $A_3 B_2 C_3$,即浸取温度 70℃,固液比 1:20 浸取剂 pH 值为 8 为了验证正交试验结果,我们又分别作了水平搭配为 $A_3 B_2 C_3$ 和 $A_3 B_3 C_3$ 两组试验,实验结果为: $A_3 B_2 C_3$ 实验总黄酮浸出率为 92.2%, $A_3 B_3 C_3$ 实验总黄酮浸出率为 90.2%,由此可见,固液比为 1:30 时,浸出率反而有所下降,这可能是因为浓缩时间较长,黄酮类化合物有部分分解的缘故。另外,从极差值 R 可见,浸取温度对总黄酮浸出率影响最大,固液比次之,浸取剂 pH 值对浸取率影响最小。但从实验结果可明显看出, pH 为 8 时浸出率较高,结合黄酮类化合物结构可分析原因:大多数黄酮及其苷具有酚羟基和羰基,为弱酸性化合物,因此它们在碱性溶剂中溶解度增大,可选用弱碱性浸取剂提取黄酮类化合物。

从表中数据还可得到温度升高浸出率增加的结论,但若温度过高,则黄酮类化合物的结构可能会受到破坏,造成活性成分降低,因此,选取浸出温度不应超过 80℃。

3 结论

通过以上实验结果,确定用 70% 乙醇提取银杏叶中黄酮类化合物的最佳工艺条件为:浸取温度 70℃,固液比: 1:20 浸取剂 pH 为 8

参考文献:

- [1] 梁立兴. 银杏叶的开发利用及研究进展 [J]. 世界林业研究, 1996(3): 44-51
- [2] 刘桂霞. 银杏叶的研究进展 [J]. 国外医药: 植物药分册, 1994, 9(1): 10-14
- [3] 陈发奎. 常用中草药有效成分含量测定 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1997: 49-58

(上接第 99 页)

由表 6 的分析比较结果可知:与相等水分含量的三种花菜类食物相比较,金雀花蛋白质含量高于花椰菜和怀菊花,略低于黄花菜,而脂肪含量又是四种花菜类食物中最低的,为典型的高蛋白低脂肪食品原料;金雀花中胡萝卜素、硫胺素、硒等维生素和矿质元素含量高于其它三种花菜类食物,而其尼克酸、维生素 E、钙、铁等的含量是金雀花较低,其它维生素和矿质元素大多是含量相当。综上所述,金雀花营养成分种类齐全,含量较为丰富,比例较为适当,具有较高的营养价值,且为天然无污染食物,值得进一步开发利用。

参考文献:

- [1] 李洪文. 多功能野生物种——金雀花繁苗及丰产栽培技术 [J]. 耕作与栽培, 2003, (4): 27-28
- [2] 张丽琴, 杨敏杰, 秦荣. 云南民间食花野菜 [J]. 北方园艺, 2003, (4): 24-25
- [3] 郑集. 普通生物化学 (第二版) [M]. 北京: 高等教育出版社, 1996: 285-286
- [4] 王光慈. 食品营养学 [M]. 北京: 中国农业出版社, 2001: 30
- [5] 陈炳卿. 营养与食品卫生学 (第三版) [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1994: 18-33
- [6] 中国预防医学科学院标准处. 食品卫生国家标准汇编 [M]. 北京: 中国标准出版社, 2001.
- [7] 中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所. 食物成分表 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 2003