

文章编号: 1673- 7636(2008) 02- 0079- 06

微波辅助萃取测定苧麻果胶含量的方法

熊重铎, 李海燕, 曾庆福

(武汉科技学院环境科学研究所, 湖北 武汉 430073)

摘 要: 介绍了一种微波辅助萃取测定苧麻果胶含量的方法, 通过单因素实验, 确定了其最佳工艺条件, 并采用红外光谱法对所萃取果胶进行了定性分析。实验结果表明, 最佳工艺为: 以草酸铵(5g/L)为萃取剂, 苧麻纤维的长度为 1.0 cm, 液料比为 20 mL/g, 苧麻浸泡 20 min 后在 450 W 微波功率下辐照 6 min, 连续萃取两次后可达到 GB5889—86 国标法苧麻中果胶的测定效果。微波辅助萃取不仅大大缩短了果胶的萃取时间, 而且其萃取物的红外光谱亦与标准果胶结构相符。

关键词: 微波辅助萃取; 苧麻; 果胶含量; 红外光谱

中图分类号: TS12

文献标志码: A

A New Method of Determining Pectin Content in Ramie Based on Microwave-assisted Extraction

XIONG Zhong-duo, LI Hai-yan, ZENG Qin-fu

(Environment Science Research Institute, Wuhan University of Science and Engineering, Hubei Wuhan 430073, China)

Abstract: A new method of determining pectin content in ramie by microwave-assisted extraction (MAE) is described, the optimum condition was studied in single factor test, and the pectin was determined qualitatively by FTIR spectroscopy. The result showed that the optimum condition was the ratio of solvent to material 20 mL/g, the time of marination 20 min, the length of fibre 1.0 cm, microwave radiant efficiency 450 W for 6 min twice, $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ (5g/L) as solvent. By microwave-assisted extraction the pectin determination result would meet the requirement of GB5889-86. The method would reduce time greatly. Through FTIR spectroscopy we could know the molecular structure of pectin from microwave-assisted extraction was as the same as that of standard pectin.

Key words: microwave-assisted extraction; ramie; pectin content; FTIR spectroscopy

苧麻主要由纤维素、半纤维素、木质素和果胶等组成, 除了纤维素外, 其他物质统称为胶质。果胶在苧麻生长期是纤维素、半纤维素、和木质素等生长的营养物质, 并起着调节植物体内水分的作用^[1], 其含量随着苧麻的生长而逐渐降低, 但在植物生长末期又稍有回升。因此, 通过测定果胶的含量, 可以实时监测苧麻的生长情况。另外, 为获得可纺纤维, 必须对收割后的原麻进行脱胶处理, 纤维脱胶程度直接影响到后序加工的技术指标; 而果胶作为原麻胶质中的成分之一, 也需进行成分分析。

目前, 苧麻中果胶的现行测定方法为“GB5889—86 苧麻化学成分定量分析方法”, 该法采用 5g/L 的 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液为萃取剂, 经回流萃取 3 h 后, 过滤、洗涤、烘干后称重, 计算果胶含量。该分析方法存在测试周期长、效率低、耗水耗电等问题。

收稿日期: 2007- 11- 06

基金项目: 国家“十一五”支撑计划项目(2006BAC02A00)

作者简介: 熊重铎(1984-), 女, 硕士研究生, 研究方向: 纺织清洁生产。通讯人: 李海燕

联系方式: 武汉科技学院(阳光校区)环境与城建学院, 430200; Email: scbear8886@163.com.cn; 电话: 027- 62412090

© 2009 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

微波辅助萃取技术是利用微波对细胞的破壁作用和加热作用，加速细胞内的有效成分的快速溶出^[2]。微波萃取在天然产物的萃取方面已有广泛的应用，利用微波辅助萃取技术，从橘皮、柠檬皮、西番莲果皮中提取制备果胶也多有研究^[3-5]，但将其应用到天然产物成分分析中则少有报道。

本文利用微波辅助萃取技术对苧麻中的果胶进行了快速萃取，并对其工艺条件进行了优化，按照 GB5889—86 中的计算方法计算果胶的含量；另参照果胶的制备方法^[6]将萃取液中的果胶制备成果胶粉，采用红外光谱法对微波萃取所得果胶粉进行了鉴定。

1 材料与方法

1.1 实验试剂和仪器

试剂：草酸铵、浓硫酸、苯、95%乙醇、盐酸、溴化钾。以上试剂均为市售分析纯。

标准果胶粉：sigma P9135

样品：湖北省南漳县所产苧麻。

仪器：N9G99S 型微波炉、BP221S 型分析天平 0.0001g、pHS-3C 型数字酸度计、TENSOR 37 型红外光谱仪。

1.2 苧麻预处理

将苧麻剪碎成一定长度，烘干称取 5g 左右的苧麻，放入盛有一定量蒸馏水的烧杯中，再置于 450W 微波炉中加热 3min，冷却后重新换新蒸馏水重复加热 6min，除去水溶性的糖及部分色素类物质等，过滤将苧麻烘干至恒重并称重备用。

1.3 试验方法

选取盐酸为萃取剂，采用微波辅助萃取，选择不同的浸泡时间、浓度、苧麻粒径、液料比、微波辐射功率、微波时间、萃取剂和萃取次数等进行条件优化，将萃取果胶后的苧麻进行洗涤、烘干、称重，根据“GB5889—86 苧麻化学成分定量分析”中的计算方法得果胶含量，同时选用 GB5889—86 法作对照。

最后在优化条件下，按照果胶制备的方法将微波萃取的果胶制备出来，与标准果胶对照，进行红外光谱鉴定。

2 结果与讨论

2.1 微波辅助萃取苧麻中果胶的条件优化

2.1.1 浸泡时间对果胶含量的影响

将经 1.2 方法预处理的苧麻浸泡，以利于微波对细胞的破壁和待检测成分的溶出。按 1.3 所述试验方法，分别选择浸泡时间为 0、10、20、40、80、100、120min，研究了浸泡时间对果胶含量的影响，所得关系如图 1 所示。

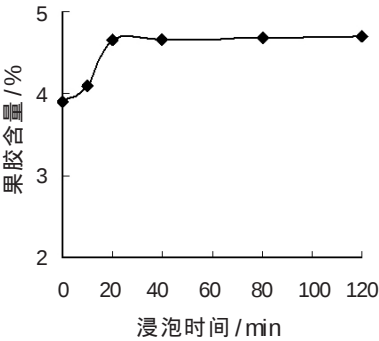


图 1 浸泡时间对果胶含量的影响

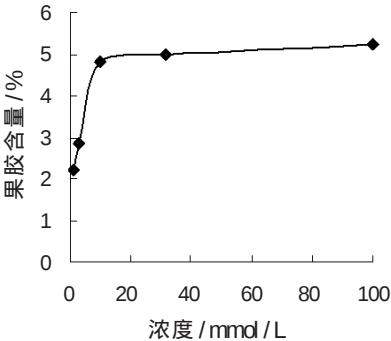


图 2 盐酸浓度对果胶含量的影响

由图 1 可知,随着浸泡时间的增加果胶含量提高,这是因为浸泡一定时间后干苧麻中失水的细胞吸水膨胀,最大限度地吸收微波能,细胞破壁有利于果胶的溶出^[2]。浸泡 20min 后继续延长浸泡时间含量增加幅度不大,故以下实验浸泡时间均采用 20min。

2.1.2 盐酸浓度对果胶含量的影响

选择浸泡时间为 20 min,按 1.3 所述试验方法,改变盐酸的浓度,分别为 1.0、3.2、10.0、31.6、100 mmol/L 进行果胶萃取,所得果胶含量与盐酸浓度的关系如图 2 所示。

由图 2 可见,随着盐酸浓度的增加,果胶含量增加,因为浓度低时,果胶质的水解不完全,随着盐酸浓度的增加,果胶质水解充分,果胶含量增加。但盐酸的浓度不宜过大,因为果胶质水解过于强烈,果胶脱脂降解果胶含量也会随之降低。所以盐酸浓度范围为 10.0~100mmol/L 为佳。

2.1.3 微波辐射功率对果胶含量的影响

选择浸泡 20min,盐酸浓度为 10.0~100mmol/L,按 1.3 所述试验方法,改变微波辐射功率萃取果胶,所得果胶含量与微波辐射功率之间的关系如图 3 所示。

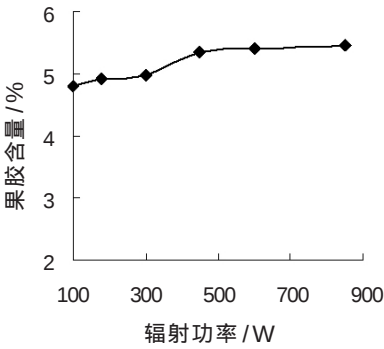


图 3 辐射功率对果胶含量的影响
Figure 3 Effect of microwave power on pectin content

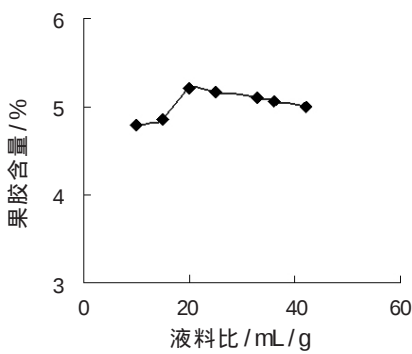


图 4 液料比对果胶含量的影响
Figure 4 Effect of ratio of solvent to material on pectin content

由图 3 可见,随着辐射功率的增加,果胶含量也增加。在相同的时间内,辐射功率过低时,萃取液的温度也比较低,不利果胶的溶出,果胶含量也低;随着微波功率的增加,萃取液的温度也相应增加,当功率增大至 450W 时,果胶含量明显增加,再继续增大功率,含量增加的幅度不大,综合考虑以下实验均采用 450W 的功率。

2.1.4 液料比对果胶含量的影响

其他条件不变,改变液料比萃取果胶,所得果胶含量与液料比之间的关系如图 4 所示。

由图 4 可见,液料比太小不利于苧麻中的果胶质水解成果胶转移到液相中,随着液料比的增加,果胶含量明显增大,当液料比为 20 mL/g 时,含量达最大。继续增大液料比,果胶含量反而降低,

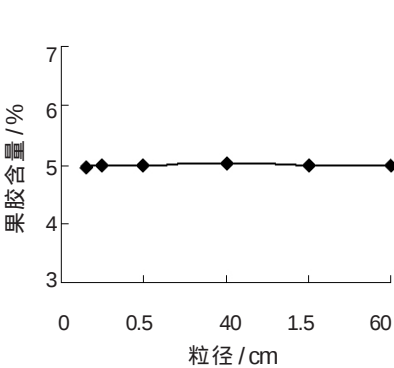


图 5 纤维长度对果胶含量的影响

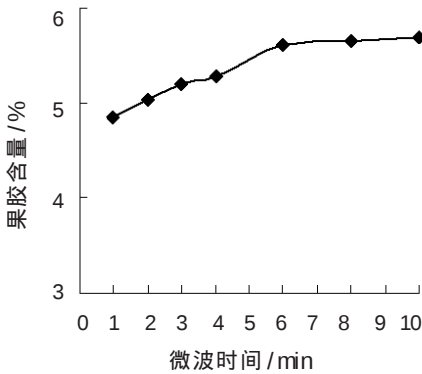


图 6 微波时间对果胶含量的影响

因为随着萃取液的增加,微波能被萃取液吸收的就多,不利于果胶的萃取。

2.1.5 苎麻纤维长度对果胶含量的影响

其他条件不变,改变苎麻纤维的长度萃取果胶,所得果胶含量与苎麻纤维长度之间的关系如图 5 所示。

由图 5 可见,苎麻纤维长度对果胶含量的影响不大,因为微波穿透力强,可直接穿透到苎麻内部加热,苎麻内外几乎同时受热。考虑到苎麻的后续处理方便,采用 1.0 cm 的长度比较合适。

2.1.6 微波辐射时间对果胶含量的影响

其他条件不变,改变微波加热时间萃取果胶,所得果胶含量与微波时间之间的关系如图 6 所示。

由图 6 可见,微波时间的延长有利于苎麻中的果胶质充分转移到液相中,果胶含量不断提高,6min 达到峰值,随着时间的继续延长,果胶含量增加的幅度不大,因此选择辐照时间为 6min。

2.1.7 萃取剂的选择

以盐酸为萃取剂是因为文献[3- 5]中选用的比较多,目的是为了制备果胶,萃取剂的用量比较大,从成本角度考虑的。而本文是以含量分析为目的,为了有利于微波辅助萃取法与 GB 法的对照研究,将萃取剂改为 GB 法中所用的溶剂草酸铵及其浓度为 5g/L,其他试验条件相同的条件下进行实验,结果见图 7 所示。

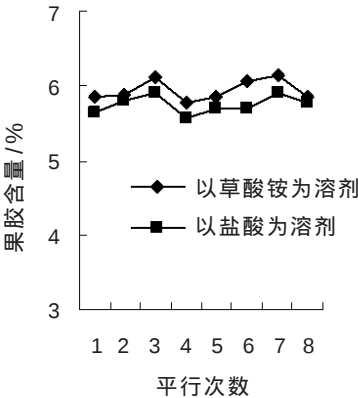


图 7 萃取剂的选择
Figure 7 Selection of solvent

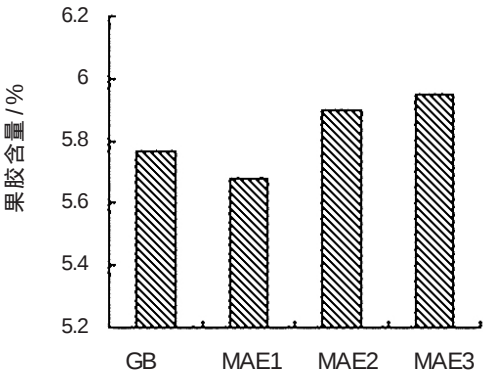


图 8 萃取次数对果胶含量的影响
Figure 8 Effect of the extraction time on pectin content

由图 7 可知,选用与 GB 法相同的萃取剂草酸铵微波萃取时,果胶含量稍微比盐酸萃取时的高些,说明本实验中最佳的萃取剂为草酸铵,不但比盐酸萃取效果好,而且与 GB 法中所用萃取剂相同,果胶含量也很接近 GB 法的结果,有利于微波辅助萃取法与 GB 法的对照研究。

2.1.8 萃取次数

以草酸铵为萃取剂,其它条件同上,增加萃取次数,所得含量与萃取次数之间的关系如图 8 所示。图 8 中横坐标 MAE1、MAE2 和 MAE3 分别代表微波辅助萃取一次、两次和三次。与 GB 法相比,一次含量为总果胶含量的 98.44% 以上,二次含量已达 102.25%,萃取三次时含量为 102.77%,变化不太明显,所以选择萃取二次进行实验。

2.2 微波辅助萃取苎麻中果胶的含量测定及鉴定

2.2.1 果胶含量的测定

根据以上试验得出了以下优化工艺条件:萃取剂为 5g/L 草酸铵,浸泡时间为 20min,微波功率为 450W,料液比为 20 mL/g,纤维长度为 1.0cm,微波辐射时间为 6min,萃取次数为二。

在以上最佳条件下进行微波辅助萃取试验,将萃取后的苎麻经过滤、冲洗、烘干和称重,按照 GB 法中的计算方法计算果胶含量。

由表 1 可知,微波辅助萃取果胶含量均值为 5.93%,基本与国标法的测定值相符,测量相对标

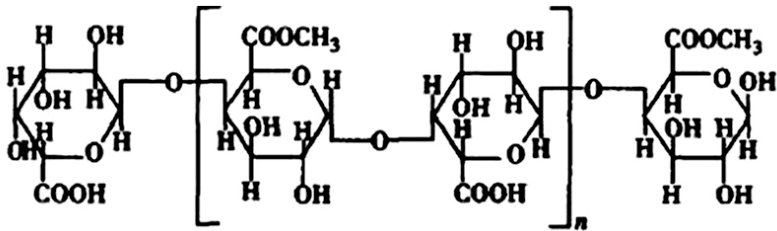
表 1 不同萃取方法所得果胶含量的测定(n=8)
Fig.1 The determination result of pectin content by different extraction method(n=8)

样品	果胶含量(%)	相对标准偏差(%)
微波辅助萃取	5.93	2.53
GB 法	5.77	2.50

准为 2.53%, 表明该方法准确度较好。微波辅助萃取优化工艺条件下萃取 12min 就能达到 GB 法萃取 3h 的效果, 大大缩短了苧麻中果胶成分的分析时间。

2.2.2 微波辅助萃取所得果胶的红外鉴定

果胶相对分子质量在 3 万 ~ 18 万之间, 其部分分子式如下:



按照果胶制备的方法^[9]将微波辅助萃取的果胶制成果胶粉, 采用 KBr 压片法进行红外光谱鉴定, 标准果胶粉 (sigma) 的红外图谱和对照图谱见图 9。

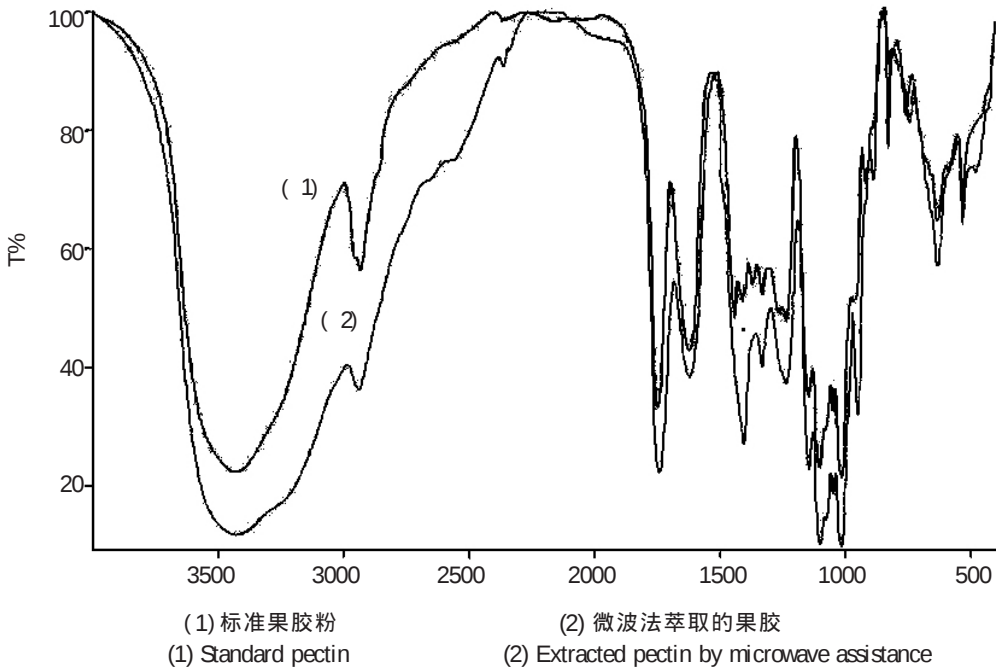


图 9 红外光谱
Fig.9 FT-IR spectra

由图 9 中标准果胶的红外光谱图 (1) 可知, 在 3400cm⁻¹ 附近吸收是果胶分子的—OH 伸缩振动, 在 2900cm⁻¹ 处是其 CH₂ 的 C—H 伸缩振动。1740cm⁻¹ 主要是其甲基酯的伸缩振动, 1610cm⁻¹ 处为羧基中的伸缩振动, 1000 ~ 1300cm⁻¹ 处为 C—O—C 的伸缩振动^[7]。对照图 9 中 (1) 和 (2) 可知, 微波辅助萃取所得果胶的红外光谱图与标准果胶的基本相同, 因此, 红外鉴定结果表明微波辅助萃取所得果胶结构与标准果胶粉结构相符。

3 结论

3.1 通过单因素实验得到微波辅助萃取苧麻中果胶的最佳条件为: (下转第 117 页)

4.3.2 引进加工设备, 增强剑麻初加工能力

积极引导剑麻加工企业投入资金引进大型加工鲜麻片设备, 形成一总套从鲜麻片到干纤维的生产技术流程。同时鼓励种植剑麻面积较多的麻农, 购买小型加工设备加工鲜麻片, 带动周边群众, 形成一户带多户, 一村带多村, 多村带整个乡镇的良好氛围。

4.3.3 增加投入, 加强对剑麻产业的扶持力度

县财政每年除了对新种剑麻种植户进行补贴外, 还将划出 50- 80 万元的资金扶持种植户购买鲜麻片加工设备 (每个乡镇 2 台), 并把这项经费列入财政预算。适当扶持一些贫困村农户开发剑麻生产, 从种苗、肥料、机耕等方面进行扶持, 既达到发展剑麻的目的, 又起到扶贫的效果。

4.3.4 挖掘土地潜力, 确保剑麻种植面积的落实

一是鼓励甘蔗种植大户 (种植面积 4 公顷以上) 调整出部分面积来种植剑麻; 二是把种植在坡度 25 度以上的部分甘蔗地改种剑麻; 三是把适合种植剑麻的低产果地改种剑麻; 四是把党政机关事业单位中单位或个人租赁土地进行农业生产经营、适合种植剑麻的土地改种剑麻。

4.3.5 成立剑麻产业协会, 增加产品竞争力

由政府牵头, 组织剑麻产业协会, 主要为剑麻种植户提供产前、产中、产后服务, 围绕剑麻种植、加工、全程标准化生产和协调产品价格的合理统一展开工作, 尤其是鲜麻片加工及纤维销售工作, 密切与加工企业联系, 逐步形成生产、加工、销售一条龙服务, 切实维护麻农利益。

4.3.6 加强组织领导, 保证剑麻产业各项工作正常开展

各乡镇落实一名领导具体负责剑麻生产工作, 抽调有关人员组成剑麻生产工作小组, 专职负责剑麻生产日常工作, 同时保证抽调人员的组织关系、年终考核、福利等方面一视同仁。剑麻生产工作机构切实担当起服务作用, 帮助群众和客商协调解决生产、加工过程中遇到的困难和问题, 做到人员、种苗、资金、技术到位, 确保剑麻生产工作正常运转, 不断做大做强扶绥县剑麻朝阳产业。

(上接第 83 页)

浸泡时间 20min, 苕麻纤维的长度为 1cm, 液料比 20mL/g, 萃取剂为 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, 微波辐射功率 450W, 微波萃取两次, 每次辐照 6min。

3.2 根据果胶的红外鉴定可知, 微波辅助萃取法所得果胶粉的红外谱图与标准果胶粉的红外谱图相同, 表明该法所得果胶结构与标准果胶结构相符。

3.3 与 GB 法相比, 微波辅助萃取法将果胶的萃取时间由 3h 缩短到 12min。大大缩短了果胶成分的分析时间。

参考文献:

- [1] 王德骥. 苕麻纤维素化学与工艺学: 脱胶和改性[M]. 北京: 科学出版社, 2000, 08.
- [2] 谢明勇, 陈奕. 微波辅助萃取技术研究进展[J]. 食品与生物技术学报. 2006. (1): 43- 45.
- [3] 贾艳萍, 何爱民. 微波法萃取橘皮中果胶的研究[J]. 中国酿造. 2006. (3): 48- 51.
- [4] 李明元. 利用微波辅助技术提高柠檬果皮果胶提取率的研究[J]. 食品研究与开发. 2007. (5): 91- 94.
- [5] 纵伟, 梁茂雨, 张世涛. 微波辅助提取西番莲果皮中果胶的研究[J]. 中国食品添加剂. 2007. (2): 63- 65.
- [6] 无锡轻工业大学, 天津轻工业学院. 食品分析[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2001: 201- 206.
- [7] 王成云, 刘彩明, 李丽霞, 等. 麻纤维的定性鉴别[J]. 科技·前沿, 2007(8): 38- 41.