

微波辅助萃取法快速测定苕麻果胶含量的研究

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 采用微波辅助萃取法测定苕麻中的果胶含量, 研究了苕麻粒径、液料比、微波功率、微波辐照时间、萃取次数等因素对微波辅助萃取果胶的影响。结果表明: 苕麻浸泡 20 min 后, 在微波功率 450 W、苕麻粒径 1.0 cm、液料比为 1:20(g/ml) 条件下进行微波辅助萃取, 辐照时间每次 6 min, 连续萃取 2 次后可达到 GB5889-86 中苕麻果胶的测定效果。试验将萃取时间从国标法的 3 h 缩短到 12 min, 测定的相对标准偏差为 2.23%, 并采用咔唑比色法对微波辅助萃取液中所含果胶进行了分析。
关键词 微波辅助萃取; 快速测定; 苕麻; 果胶;
中图分类号 O657.5 **文献标识码** A **文章编号** 0517-6611(2008)07-02610-03

Study on the Rapid Determination of Pectin Content in Ramie by Microwave-assisted Extraction
XIONG Zhong-duo et al (Institute of Environmental Science, Wuhan University of Science and Engineering, Wuhan, Hubei 430073)
Abstract The content of pectin in ramie was determined by microwave-assisted extraction. And the influences of such factors as ramie diameter, the material-to-solvent ratio, microwave power, microwave irradiation time and extraction times on the extraction effect were studied. The results showed that microwave-assisted extraction was made on ramie under the conditions as the microwave power of 450 W, ramie diameter of 1.0 cm and the liquid-material ratio of 20 ml/g after ramie was soaked for 20 min. After extracting twice continuously with every irradiation time for 6 min, the determination effects of ramie pectin could achieved the standard of GB5889-86. In the test, the extraction time was shortened from 3 h to 12 min, with the relative standard deviation of 2.23%. The content of pectin in microwave-assisted extract liquid was analyzed by using carbazole colorimetry.
Key words Microwave-assisted extraction; Rapid determination; Ramie; Pectin

苕麻有“中国草”之称(我国的苕麻产量占世界的 90% 以上), 是我国传统的出口产品, 也是农业产业结构调整中重点发展的高效经济作物之一。果胶可以调节植物体内水分, 同时又是苕麻中纤维素半纤维素、和木质素生长的营养物质^[1]。因此, 通过测定果胶的含量, 可以实时监测苕麻的生长情况。目前, 苕麻中果胶的测定为现行“GB5889-86 苕麻化学成分定量分析方法”, 但该分析方法存在测试周期长、效率低、耗能严重等问题。

微波辅助萃取法是利用微波能的特性对物料中的目标成分进行选择性地萃取, 从而达到使试样中的某些有机成分与基体物质有效分离的目的。微波萃取在天然产物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、西番莲果皮中提取果胶的研究也多有报道^[2-4]。该研究首次将微波辅助萃取技术用于苕麻中果胶的成分分析, 将 GB 法中的加热回流萃取方式改为微波辅助萃取, 优化了苕麻中果胶的微波辅助萃取条件, 按照 GB 法中的计算方法测定了果胶的含量; 并采用咔唑比色法对照测定了 GB 法和微波法 2 种不同萃取方式所得萃取液中果胶的含量。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 供试材料。选产自湖北省南漳县的苕麻。
1.1.2 试剂和仪器。试剂: 草酸铵、浓硫酸、苯、95%乙醇、咔唑, 均为市售分析纯; 标准果胶粉: sigma P9135; 仪器: N9CB9S 型微波炉, 苏州三星电子有限公司; BP221S 型分析天平, 上海精密科学仪器有限公司; UV-1201 型紫外可见分光光度计, 北京瑞利分析仪器有限公司; 101G-1 型干燥箱, 上海市实验仪器总厂。

1.2 方法

1.2.1 苕麻预处理。将苕麻剪碎成一定长度的段, 烘干后称取 5 g 左右, 放入盛有一定蒸馏水的烧杯中, 再置于 450 W

微波炉中加热 3 min, 冷却后重新换 180 ml 蒸馏水重复加热 6 min, 除去水溶性的物质和色素等, 过滤洗涤后备用。

1.2.2 测定方法。

1.2.2.1 果胶含量测定。果胶含量的测定采用以下 2 种方法: GB5889-86 苕麻化学成分定量分析; 咔唑比色法^[5-6]。

1.2.2.2 微波辅助萃取。将预处理后的苕麻根据 GB5889-86 中苕麻果胶测定的方法, 只将其加热萃取方式改为微波辅助萃取, 置于微波炉中, 选择适当的苕麻粒径、液料比、微波辐射功率、微波时间、萃取次数等因素进行试验, 然后根据 GB 法中果胶含量的公式计算果胶含量。

2 结果与讨论

2.1 微波辅助萃取苕麻中果胶的条件优化

2.1.1 苕麻粒径对果胶含量的影响。按“1.2.2.2”所述方法, 改变苕麻的粒径萃取果胶, 所得果胶含量与苕麻粒径之间的关系如图 1 所示。

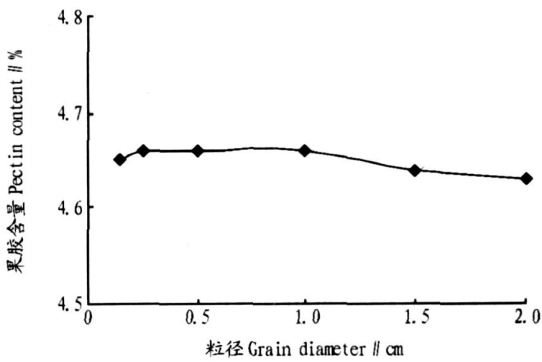


图 1 粒径对果胶含量的影响

Fig.1 Effects of grain diameter on pectin content

由图 1 可见, 苕麻粒径大小对果胶含量的影响不大, 与传统的由外到内浸取式加热不同, 微波加热可直接穿透到苕麻内部, 使苕麻内外同时受热。考虑到苕麻的后续处理方便, 采用 1.0 cm 的粒径进行试验。

2.1.2 料液比对果胶含量的影响。按“1.2.2.2”所述方法,

基金项目 国家“十五”支撑计划项目(2006BAC02A00)。
作者简介 熊重铎(1984-), 女, 江西南昌人, 硕士研究生, 研究方向: 纺织清洁生产。*通讯作者。
收稿日期 2007-11-05

选取粒径为 1.0 cm 的芒果,改变料液比萃取果胶,所得果胶含量与料液比之间的关系如图 2 所示。

由图 2 可见,料液比小不利于芒果中的果胶质水解成果胶转移到液相中。随着料液比的增加,果胶含量明显增大,当料液比为 1:20 时,果胶含量达最大。继续增大料液比,果胶含量反而降低。这可能是因为萃取液太少,不利于果胶的溶解;萃取液太多,反而会吸收大量的微波能,降低了微波的利用率,所以不利于果胶的萃取。

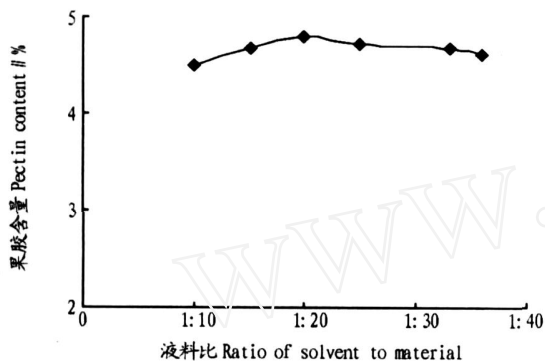


图 2 料液比对果胶含量的影响

Fig.2 Effects of the ratio of material to solvent on pectin content

2.1.3 微波辐射功率对果胶含量的影响。按“1.2.2.2”所述方法,选择粒径 1.0 cm 的芒果,料液比 1:20,改变微波辐射功率进行萃取反应,所得果胶含量与辐射功率间的关系如图 3 所示。

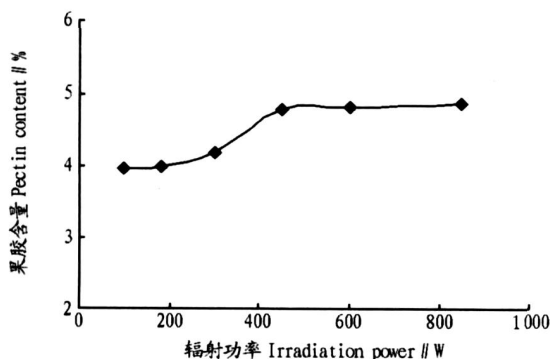


图 3 辐射功率对果胶含量的影响

Fig.3 Effects of irradiation power on pectin content

由图 3 可见,随着辐射功率的增加,果胶含量增加。在相同时间内,辐射功率过低时,萃取液的温度较低,不利于果胶的溶出,果胶含量就低;随着微波功率的增加,萃取液的温度相应增加,当功率增至 450 W 时,果胶含量明显增加;再继续增大功率,果胶含量增加的幅度不大。因此选择 450 W 作为试验功率。

2.1.4 微波辐照时间对果胶含量的影响。在其他条件不变的情况下,改变微波辐照时间,所得果胶含量与微波辐照时间间的关系如图 4 所示。

由图 4 可见,微波辐照时间延长有利于芒果中的果胶质充分转移到液相中,果胶含量不断提高,6 min 达到峰值;随着辐照时间的继续延长,果胶含量增加的幅度不大。因此,微波辐照时间选择为 6 min。

2.1.5 萃取次数。在其他条件不变的情况下,增加萃取次

数,所得果胶含量与萃取次数间的关系如图 5 所示。

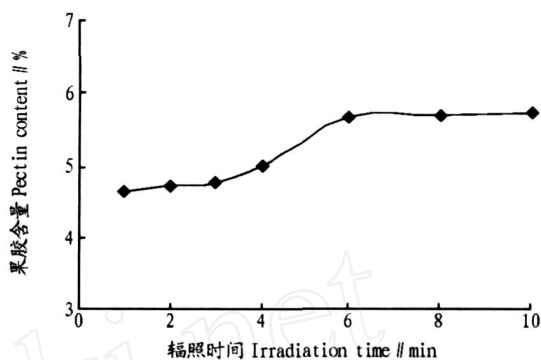
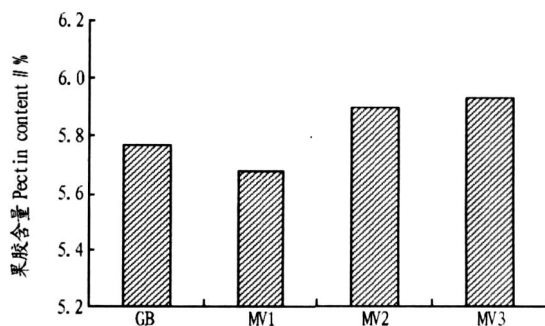


图 4 辐照时间对果胶含量的影响

Fig.4 Effects of microwave irradiation time on pectin content



注:图中横坐标 MV1、MV2 和 MV3 分别代表微波萃取 1 次、2 次和 3 次。

Note: MV1、MV2 and MV3 denote extracted for 1, 2 and 3 times, respectively.

图 5 萃取次数对果胶含量的影响图

Fig.5 Effects of extracting times on pectin content

与 GB 法相比,萃取 1 次果胶含量为 GB 法中果胶含量的 87.35 %以上;萃取 2 次果胶含量达国标法中的 102.25 %;萃取 3 次时果胶含量为国标法中的 102.77 %、与萃取 2 次的果胶含量相当。因此选择萃取 2 次进行试验。

2.2 微波辅助萃取芒果中果胶含量的测定 通过单因素试验得到微波辅助萃取芒果中果胶的最佳条件为:芒果粒径 1.0 cm,料液比 1:20,微波辐射功率 450 W,微波萃取 2 次,每次辐照 6 min。

2.2.1 果胶含量的测定。在最佳条件下进行芒果的微波辅助萃取后,经过滤、冲洗、烘干和称重,按照 GB 法中果胶含量方法计算果胶含量。当 $n = 8$ 时,测量的相对标准偏差为 2.23 %,平均值为 5.94 %。测定结果见图 6。

2.2.2 不同萃取方式萃取液中果胶含量的测定。咔唑比色法测定果胶含量是根据果胶水解生成半乳糖醛酸,在硫酸溶液中与咔唑试剂进行缩合反应,形成紫红色化合物,其呈色强度与半乳糖醛酸浓度呈正比,通过测定半乳糖醛酸的含量,再换算成果胶含量^[6]。

(1)测定波长的选择。按照果胶咔唑比色测试法,在 350 ~ 800 nm 波长范围内,作标准果胶粉(sigma)、GB 法萃取果胶和微波法萃取果胶的水解物半乳糖醛酸的吸收曲线,结果见图 7。图 7 表明,无论是 GB 法还是微波法,所得果胶的吸收曲线均与标准果胶粉(sigma)的吸收曲线相同,它们的络合物

均在 410 和 530 nm 处各有 1 个吸收峰,该试验以标准果胶粉(sigma)为标准,选择 530 nm 为测定波长作标准曲线。

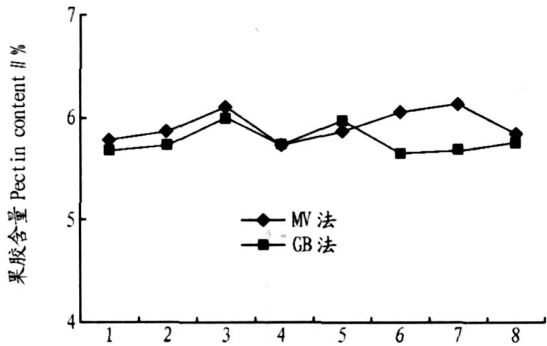
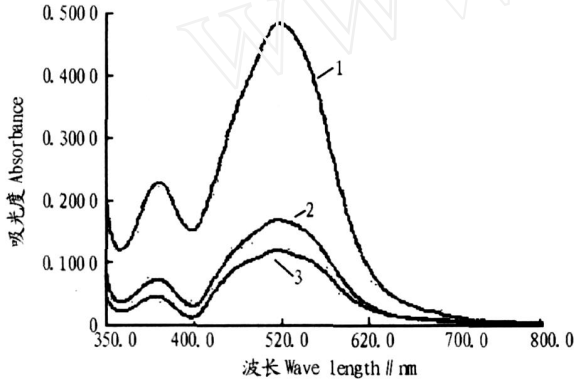


图 6 果胶含量的测定

Fig. 6 Determination of pectin content



注:1 为标准果胶粉(sigma)吸收曲线;2 为 GB 法萃取的果胶水解物吸收曲线;3 为微波辅助萃取的果胶水解物。

Note:(1) Standard pectin powder;(2) Pectin extracted by GB method;(3) Pectin extracted by microwave assistant method.

图 7 果胶水解物的吸收光谱

Fig. 7 Absorption spectrum for hydrolysate of pectin

(上接第 2609 页)

内的部分营养物质和生理活性成分也随着异化作用的加大而逐渐损失,黄酮类物质含量也随之减少。

叶脉作为一个完整叶片的一部分,其黄酮含量为 24.122 mg/g,在实际黄酮提取生产中叶脉是随着整片荷叶进行原料处理的;叶柄上、下部含量相差较大,上部含有 6.135 mg/g,而下部只有 0.189 mg/g。

2.2 微波提取莲蓬各部位黄酮含量 莲蓬与老叶片相当的黄酮含量达 50.552 mg/g(表 1),莲芯的黄酮含量则比叶柄上部还少,只有 3.859 mg/g;莲蓬柄的黄酮含量在所有部位中是最少的,平均也不超过 0.5 mg/g,可利用率低。在莲蓬柄上、中、下部分的黄酮含量比较中,黄酮的提取量从上部至下部逐渐减少。从叶柄和莲蓬柄黄酮含量看,低的部分是在下部,即是位于水中的部分。

3 结论

莲藕各部位黄酮含量比较,黄酮提取量从多到少的部

表 1 微波辅助萃取液中果胶含量的测定结果(n=6) %

Table 1 Determination results of pectin content in microwave assistant extracts

样品	果胶含量	相对标准偏差	加标回收率
Sample	Pectin content	RSD	Recovery rate
微波萃取法 MV	6.09	1.79	97.12
GB 法 GB	5.75	1.48	98.64

(2)果胶含量的测定。按照咋唑比色法,选择 530 nm 为测定波长,测定微波萃取液中果胶含量,并与 GB 法所得结果进行对比,结果见表 1。

由表 1 可见,测定 2 种不同萃取法所得果胶的加标回收率均在 97%以上,相对标准偏差均在 2.0%以下,萃取液中果胶的结构和含量均与 GB 法萃取液相符。

3 结论

(1)通过单因素试验,以国标法所用草酸铵(5 g/L)为萃取剂,微波辅助萃取苕麻中果胶的最佳工艺条件为:浸泡时间 20 min,粒径 1.0 cm,液料比 1:20,微波辐射功率 450 W,微波加热时间 12 min,萃取次数 2 次。

(2)微波辅助萃取苕麻中果胶含量的测定,所得果胶含量和果胶的结构均与 GB 法相符,并将萃取时间由 GB 法的 3 h 缩短到 12 min,大大缩短了苕麻中果胶成分的测定时间。

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.
[2] 贾艳萍,何爱民.微波法萃取橘皮中果胶的研究[J].中国酿造,2006,156(3):48-51.
[3] 李明元.利用微波辅助技术提高柠檬皮果胶提取率的研究[J].食品研究与开发,2007,128(5):91-94.
[4] 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.
[5] 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.
[6] 徐汶,王存文,王为国,等.豆腐柴叶果胶提取液中果胶含量的快速测定[J].食品与药品,2006,8(12):53-54.

位依次是:功能叶、嫩叶、老叶、莲蓬、叶脉、叶柄上部、莲芯、莲柄上部、莲柄中部、叶柄下部、莲柄下部。荷叶(包括叶脉)和莲蓬中的黄酮含量都达到一定程度,生产中可采用这 2 种原料进行黄酮类物质的提取,从而使荷叶和莲蓬有效地利用,这样既能降低原料的成本,也可以减少对环境的污染。

参考文献

[1] 唐裕芳,张妙玲,刘忠义,等.荷叶研究现状与展望[J].食品研究与开发,2004,25(4):14-16.
[2] 唐裕芳,张妙玲.荷叶超临界 CO₂ 萃取物抑菌效果稳定性研究[J].食品科技,2004(12):53-54,61.
[3] 吴光旭,张长峰,程书伟.适合荷叶贮藏的最佳加工技术参数研究[J].食品科技,2005(12):80-83.
[4] 赵骏,高瓅.不同生长期不同产地荷叶中生物碱含量的比较[J].中医药学刊,2006,22(9):1744-1745.
[5] 洪庆慈,汪海峰.荷叶中黄酮类物质含量的测定[J].郑州工程学院学报,2001,22(6):50-54.
[6] 邓胜国,邓泽元,黄丽.荷叶黄酮体外抗氧化活性的研究[J].食品科技,2006(7):274-276.
[7] 黄晓钰,刘邻渭.食品化学综合实验[M].北京:中国农业大学出版社,2002:222-223.