

大孔吸附树脂分离纯化核桃青皮总多酚

Purification of polyphenols from walnut peel by macroporous resin adsorption

李琼¹ 陈恺¹ 陈燕勤² 李焕荣¹

LI Qiong¹ CHEN Kai¹ CHEN Yan-qin² LI Huan-rong¹

(1. 新疆农业大学食品科学与药学院, 新疆 乌鲁木齐 830052; 2. 新疆农业大学化学工程学院, 新疆 乌鲁木齐 830052)

(1. College of Food Science and Pharmacy, Xinjiang Agricultural University, Urumqi, Xinjiang 830052, China;

2. College of Chemical Engineering, Xinjiang Agricultural University, Urumqi, Xinjiang 830052, China)

摘要:研究大孔吸附树脂对核桃青皮总多酚的分离和纯化工艺。结果表明:AB-8树脂是性能良好的总多酚吸附材料。最佳工艺条件:pH为4.0的核桃青皮多酚粗提液浓度为3 mg/mL,上样流速为2 mL/min,上样量为100 mL;洗脱剂乙醇体积分数30%,pH值6.0,洗脱流速为2 mL/min,洗脱量为250 mL。经AB-8大孔树脂纯化后,核桃青皮总多酚的纯度由原来的7.65%提高到36.36%,提高了4.8倍。

关键词:核桃;青皮;多酚;大孔树脂;纯化

Abstract: A method for separation and purification of polyphenols from Walnut peel with macroporous resins. The results as follows: five kinds of macroporous resins were selected, AB-8 resin was considered as suitable material to purify and separate the Walnut peel polyphenols. The optimum conditions were concentration of feed 3.0 mg/mL at pH 4.0, and the volume of polyphenols sample 100 mL, flowing rate 2.0 mL/min, elute ethanol concentration 30%, ethanol at pH 6.0, elute volume 250 mL, elution rate 2.0 mL/min. After eluted with AB-8 resin, the polyphenols purity reach 36.36%, which is approximately 4.8 times higher than the previous 7.65%.

Keywords: walnut; peel; polyphenols; macroporous resin; purify

核桃,又名胡桃、羌桃等,在中国有悠久的栽培历史,主要分布在山东、河北、云南等省份^[1]。据统计^[2],中国年产核桃青皮约35万t。核桃青皮,别名青龙衣,为核桃外部未成熟的绿色果皮,具有味辛、苦、性涩、平等特性^[3]。核桃青皮有效成分主要包括萜类、多酚类、多糖类及二芳基庚烷类等^[4]。多酚类作为重要的天然活性物质,具有抗氧化、抗癌、抗病毒、抑菌等作用,被国内外研究学者应用于此类功能性食品、药品的开发^[5]。

分离纯化多酚类化合物的方法包括金属离子沉淀分离

法^[6,7]、柱层析分离法^[8]、色谱分离法^[9]及膜分离技术^[10]等。其中,柱层析填料有大孔吸附树脂^[11]、离子交换树脂、凝胶、硅胶、聚丙烯酰胺^[12]等。这些填料相对稳定、选择性好、不易受无机盐类低分子化合物存在的影响,近年来已广泛应用于天然产物分离纯化方面^[13,14]。本试验以核桃青皮为研究材料^[15],用大孔吸附树脂分离纯化核桃青皮水提液中的多酚类物质,为进一步开发核桃青皮提供参考,这不仅在食品行业有广泛的应用前景,而且可以为核桃青皮资源的开发、综合利用及环境保护提供新途径。

1 材料与方法

1.1 试验材料

1.1.1 试验原料及试剂

核桃青皮多酚浸膏:本实验室前期采用乙醇溶剂水浴提取,经冷冻干燥制得;

大孔树脂:AB-8、D101、NAK-9型,安徽三星树脂科技有限公司;

大孔树脂:S-8、HP-20型,上海蓝季科技有限公司;

没食子酸标准品、钨酸钠、无水碳酸钠固体:分析纯,天津市光复精细化工研究所;

无水乙醇:分析纯,天津市致远化学试剂有限公司;

钼酸钠、浓磷酸、硫酸锂:分析纯,天津市福晨化学试剂厂;

溴水:分析纯,成都市科龙试剂厂;

浓盐酸:分析纯,天津市风船化学试剂有限公司。

1.1.2 仪器与设备

玻璃层析柱:规格为 $\Phi 1.7\text{ cm} \times 50\text{ cm}$ 、 $\Phi 4\text{ cm} \times 100\text{ cm}$,上海五相仪器仪表有限公司;

紫外—可见分光光度计:TU-1810型,北京普析通用仪器有限责任公司;

电热鼓风干燥箱:DHG-9123A型,上海一恒科学仪器有

基金项目:新疆维吾尔自治区科技支疆项目(编号:201291158)

作者简介:李琼(1992—),女,新疆农业大学在读硕士研究生。

E-mail: lq13579803659@163.com

通讯作者:李焕荣

收稿日期:2014-11-26

限公司;

恒温水浴锅:HH-S型,金坛市医疗仪器厂;

电子天平:AL204-IC型,梅特勒—托利多仪器有限公司;

旋转蒸发器:IKA RV10 digital型,广州仪科实验室技术有限公司;

实验室 pH 计:FE20 型,梅特勒—托利多仪器有限公司;

水浴恒温振荡器:SHZ-82 型,金坛市医疗仪器厂;

恒流泵:YZ1515 型,保定齐力恒流泵有限公司;

自动部分收集器:BS-100A 型,上海嘉鹏科技有限公司;

真空干燥箱:DZF-6090 型,上海一恒科学仪器有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 Folin-Ciocalteu 试剂的制备 准确称取 50.00 g 钨酸钠和 12.50 g 钼酸钠置于 1 000 mL 的磨口圆底烧瓶中,加 350 mL 蒸馏水溶解,再缓慢加入 20 mL 浓磷酸和 50 mL 浓盐酸,充分混匀,均匀小火,控制温度在微沸状态(110 ℃左右)回流 10 h。再加入 75.00 g 无水硫酸锂、25 mL 蒸馏水和数滴溴水,开口继续煮沸,使溴水完全挥发,终点颜色为黄绿色。冷却并定容至 1 000 mL,过滤,储存于棕色瓶中,放入低温冰箱中保存备用^[16]。

1.2.2 核桃青皮总多酚上样液的制备 基于前期的研究,以水为提取剂,采用热浸提工艺,真空抽滤,得到核桃青皮粗提液。旋转蒸发后的浸膏状粗提物,真空冷冻干燥,密封保存。

果胶酶澄清工艺^[17]为:取一定量的真空冷冻干燥的固体样品,少量蒸馏水溶解后定容,抽滤后加入一定量的果胶酶,40 ℃下酶解 2 h,二次抽滤后调节上样液 pH 为 4 即可。

1.2.3 核桃青皮总多酚标准曲线绘制 准确称取没食子酸标准品,蒸馏水溶解,定容。将母液逐级稀释成一定浓度梯度的没食子酸标准溶液,分别为 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 μg/mL。分别吸取 1 mL 标准溶液于比色管中,加入 1 mL Folin-Ciocalteu 试剂、5 mL 蒸馏水和 3 mL 质量分数为 12.5%的 Na₂CO₃ 溶液,30 ℃水浴 1 h 后于 764 nm 下测定吸光度,以浓度为横坐标,吸光值为纵坐标,绘制标准曲线。用同样的方法测定核桃青皮中多酚的吸光值,测得的吸光值代入标准曲线中即得到核桃青皮中总多酚含量。

1.2.4 大孔树脂的预处理 分别适量称取 5 种大孔吸附树脂,参照文献^[18]进行树脂预处理。先用大约 4 倍体积 95% (V/V) 的乙醇室温下密封浸泡 24 h 后,用 95% 乙醇溶液洗涤,直至洗出液加适量水无白色混浊,再用蒸馏水洗至无醇味。加入 4 倍体积 5% 的 NaOH 溶液浸泡 8 h 后,用蒸馏水洗至中性,再用 4 倍体积 5% 的 HCl 溶液浸泡 8 h,最后用蒸馏水洗至中性。

再生方法:先用 95% 乙醇浸泡 24 h (洗出液体积分数达到 70% 时,下步可省),洗净乙醇后再按预处理方法用 NaOH 与 HCl 溶液处理即可。

1.2.5 树脂的筛选

(1) 静态吸附:分别称取 5 种预处理过的湿树脂各 1.0 g 于 250 mL 具塞磨口三角瓶中,加入 3.0 mg/mL 核桃青皮多酚粗提液,避光密封,放于 25 ℃水浴振荡器中,120 r/min 持续振荡 12 h。然后从上清液中取样 2 mL 定容至 10 mL 吸取 1 mL,按照 1.2.3 的方法测定。根据没食子酸标准方程计算多酚含量,依据式(1)和(2)计算:

$$q = \frac{(C_0 - C_1) \times V}{M} \quad (1)$$

$$\omega = \frac{C_0 - C_1}{C_0} \times 100\% \quad (2)$$

式中:

q ——吸附量,mg/g;

ω ——吸附率,%;

C_0 、 C_1 ——吸附前、后试液多酚浓度,mg/mL;

V ——供试液体积,mL;

M ——树脂湿重,g。

(2) 静态解吸:将已吸附饱和的树脂用滤纸过滤,直至树脂表面没有残留溶液。再将其置于 250 mL 具塞三角瓶内,加入 30% 的乙醇 100 mL,避光密封,放于 25 ℃水浴振荡器中,120 r/min 持续振荡 8 h。然后吸取一定量上清液,按照 1.2.3 的方法测定吸光度。依据式(3)计算解吸率:

$$R = \frac{C_2 \times V_2}{(C_0 - C_1) \times V_1} \times 100\% \quad (3)$$

式中:

R ——解吸率,%;

C_2 ——解吸后多酚浓度,mg/g;

C_0 ——吸附前多酚浓度,mg/g;

C_1 ——吸附后多酚浓度,mg/g;

V_1 ——吸附多酚溶液体积,mL;

V_2 ——解吸后多酚溶液体积,mL。

(3) AB-8 大孔吸附树脂静态吸附及解吸动力学曲线:处理方法同 1.2.5(1),每隔 1 h 取一定体积上清液,按照 1.2.3 的方法测定吸光度,根据没食子酸标准方程计算多酚含量和吸附量,并绘制饱和和吸附曲线。

处理方法同 1.2.5(2),每隔 1 h 取一定体积上清液,按照 1.2.3 的方法测定吸光度,根据没食子酸标准方程计算多酚含量和解吸率,并绘制解吸曲线。

1.2.6 动态吸附及解吸试验 将静态吸附及解吸试验中筛选出的最优树脂,湿法装柱于玻璃层析柱(Φ 1.7 cm × 50 cm),静置 2 h 平衡层析柱^[19,20]。吸取一定体积质量浓度的上样液以不同流速上样,用一定体积蒸馏水洗脱至无色后,再用一定体积分数的乙醇以不同流速洗脱,分别将吸附后残液、水洗液、醇洗液浓缩,依照 1.2.3 的方法测定其各部分的总多酚含量。依据式(4)和(5)计算:

$$\omega = \frac{M_1 - M_2}{M_1} \times 100\% \quad (4)$$

$$R = \frac{M_3}{M_1 - M_2 - M_4} \times 100\% \quad (5)$$

式中:

ω ——吸附率, %;

R ——解吸率, %;

M_1 ——上样液多酚质量, mg;

M_2 ——漏出液多酚质量, mg;

M_3 ——解吸液多酚质量, mg;

M_4 ——水洗液多酚质量, mg。

1.2.7 AB-8 大孔吸附树脂静态吸附核桃青皮总多酚试验

(1) 上样液浓度的影响:分别称取 1.0 g 处理好的 AB-8 树脂 5 份,依次加入浓度为 1.0、3.0、5.0、7.0、9.0 mg/mL 的上样液 70 mL,按照 1.2.5(1)的方法处理并计算吸附率。

(2) 解吸液浓度的影响:将吸附饱和的 AB-8 树脂过滤,直至树脂表面没有残留溶液。分别加入体积分数为 10%、30%、50%、70%、90% 的乙醇溶液解吸,按照 1.2.5(2)的方法处理并计算解吸率。

(3) 上样液 pH 的影响:称取 1.0 g 处理好的 AB-8 树脂 6 份于锥形瓶中,分别加入 50 mL、pH 为 2、3、4、5、6、7 浓度为 3.0 mg/mL 的上样液,按照 1.2.5(1)的方法处理,测定溶液中多酚的含量,并计算吸附率。

(4) 解吸液 pH 的影响:将吸附饱和的 AB-8 树脂过滤,直至树脂表面无溶液残留。分别加入 50 mL、pH 为 3、4、5、6、7 的 30% 乙醇解吸液,按照 1.2.5(2)的方法处理,测定溶液中多酚含量,并计算解吸率。

1.2.8 AB-8 大孔吸附树脂动态吸附与解吸条件优化

(1) 上样液流速对吸附效果的影响:将核桃青皮多酚上样液(浓度为 3.0 mg/mL, pH 值为 4)以不同的流速上样,即 2、3、4 mL/min。每 10 mL 为一管收集流出液,当流出液中多酚浓度达到上样液浓度的 1/10 时即为泄漏点,再用大量蒸馏水冲洗,收集残液、水洗液,按 1.2.3 测定溶液中多酚的含量,并计算吸附率。

(2) 洗脱液流速对解吸效果的影响:将核桃青皮多酚上样液(浓度为 3.0 mg/mL, pH 值为 4)以 2 mL/min 的流速上样,用大量蒸馏水冲洗,再用 30% 的乙醇洗脱液分别以 2、3、4 mL/min 的流速上柱,每 8 mL 为一管分段收集流出液,按 1.2.3 测定溶液中多酚的含量,并计算解吸率。

(3) 洗脱量对树脂解吸效果的影响:将核桃青皮多酚上样液(浓度为 3.0 mg/mL, pH 值为 4)以 2 mL/min 的流速上样后,用大量蒸馏水冲洗,再用 30% 的乙醇洗脱液以 2 mL/min 的流速上柱洗脱,每 20 mL 为一管分段收集流出液,按 1.2.3 测定溶液中多酚的含量,绘制洗脱曲线。

2 结果与分析

2.1 多酚标准曲线的绘制

通过 1.2.3 的方法,标准曲线方程见图 1。没食子酸浓度与吸光值的标准曲线方程为: $y = 0.0123x + 0.0292$,

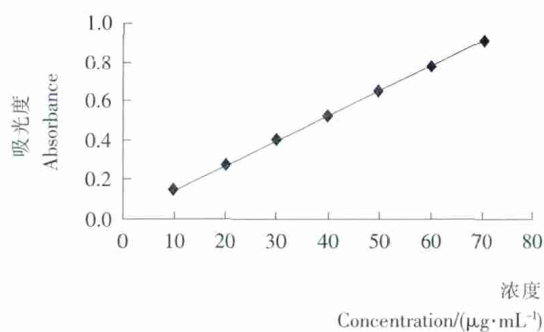


图 1 多酚标准曲线

Figure 1 Standard curve of polyphenol

$R^2 = 0.9974$ (x : 浓度, $\mu\text{g/mL}$; y : 吸光值), 没食子酸浓度范围在 10~70 $\mu\text{g/mL}$ 内, 线性关系良好。

2.2 大孔树脂的筛选

2.2.1 静态吸附试验 大孔树脂孔径结构和大小、极性、被吸附分子的溶解度等因素都影响吸附性能。多酚类化合物的分子中含有多个酚羟基, 分子极性并不太高, 因此在弱极性和非极性树脂上吸附的效果更好。由图 2 可知, 大孔树脂对多酚类化合物有较强的吸附能力。其中, S-8 树脂的吸附量最大可达到 11.211 mg/g 的吸附量, 次之为 AB-8 和 HP-20, D101 和 NAK-9 的吸附量相差不多。说明大孔树脂对核桃青皮多酚有较强的选择性。

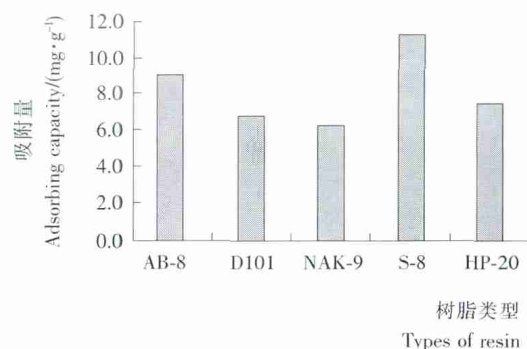


图 2 不同类型树脂对核桃青皮中多酚的静态吸附量

Figure 2 Static adsorption of different types of resin for walnut peel polyphenols

2.2.2 静态解吸试验 本试验采用 30% 乙醇溶液解吸。由图 3 可知, 大部分树脂解吸率较高, NAK-9 树脂最高可达到 80.15%; D101 树脂次之。由于 S-8 的极性相对于解吸液的极性, 因此解吸率非常低仅有 15.77%。综合以上试验结果, S-8 树脂虽然吸附量最大但解吸率却最小, AB-8 的吸附率高于 D101、NAK-9 和 HP-20, 即使 AB-8 的解吸率稍低于这三者, 但也达到了 65.48%, 大部分的核桃青皮多酚得到洗脱, 因此采用 AB-8 树脂对核桃青皮多酚进行纯化。

2.2.3 AB-8 大孔吸附树脂静态吸附及解吸动力学曲线

由图 4 可知, AB-8 树脂在吸附初期能够快速吸附核桃青皮多酚, 5 h 时达到最大吸附率并趋于饱和, 随时间增加吸附率稍有降低, 但基本趋于稳定, 即说明 8 h 后达到吸附平衡。核桃青皮多酚吸附曲线与 Langmuir 单分子层吸附类型

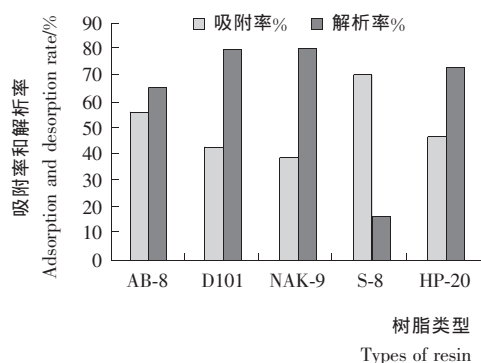


图 3 不同类型树脂对核桃青皮中多酚的静态吸附率和解析率

Figure 3 Static adsorption and desorption properties of different types of resin for walnut peel polyphenols

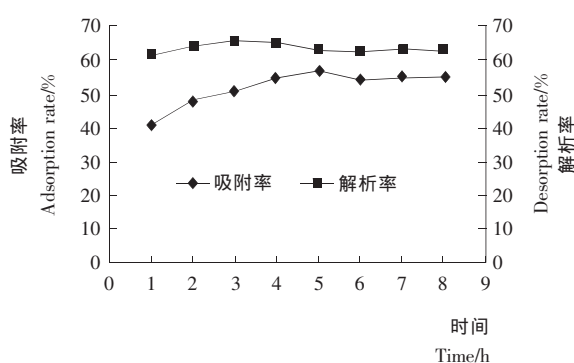


图 4 AB-8 树脂静态吸附及解析动力学曲线

Figure 4 Static adsorption and desorption kinetic curve for AB-8 resin

曲线基本相符。通过解吸曲线可知,30%的乙醇对已吸附的多酚有较好的解吸能力,解吸速率较快。解吸初期随时间增加解吸率增大,3 h 后达到最大解吸率 66.14%,随时间延长解吸率降低,可能由于多酚氧化,解吸后期解吸率趋于平衡。

2.3 静态吸附与解吸试验结果分析

2.3.1 上样液浓度的影响 由图 5 可知,上样液浓度对大孔树脂吸附性能有明显的影。当核桃青皮多酚浓度较低时(小于 3.0 mg/mL),随着上样液中多酚质量的增加,AB-8 树脂的吸附率逐渐上升,这可能是因为低浓度时,核桃青皮的多酚分子与树脂的接触机会增大,多酚分子能够迅速扩散至树脂内部;当上样液多酚质量浓度大于 3.0 mg/mL 时,随质量浓度增加,AB-8 树脂的吸附率呈降低趋势,原因可能是由于高质量浓度的上样液使得树脂内部的多酚分子扩散受到抑制,导致树脂的吸附量缓慢下降。此外,增加上样液的质量浓度,试液中的杂质与多酚产生竞争吸附,严重时还会有絮状沉淀产生并堵塞树脂。因此,上样液质量浓度选择 3.0 mg/mL 为宜。

2.3.2 解吸液浓度的影响 乙醇作为解吸剂是由于其无毒无害的特性被广泛应用于树脂洗脱。由图 6 可知,当乙醇体

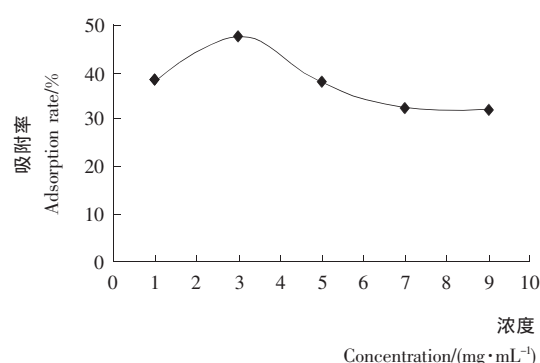


图 5 上样液浓度对吸附率的影响

Figure 5 Effects of polyphenols concentration on adsorption rate

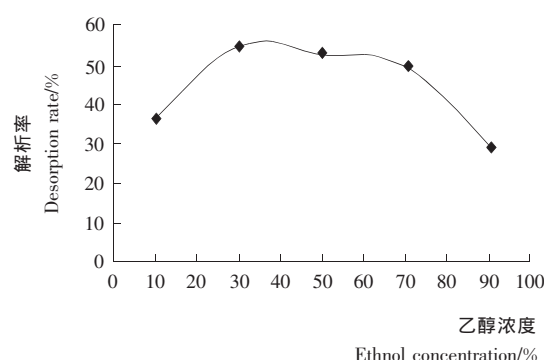


图 6 乙醇浓度对多酚解吸率的影响

Figure 6 Effects of ethanol concentration on desorption rate of polyphenols

积分数由 10% 增大到 30% 时,多酚的解吸率呈现快速增加的趋势;乙醇的体积分数由 30% 增大至 90% 时,多酚解吸率呈现缓慢下降。由此可知,乙醇体积分数在某一特定范围内的增大,能够增大多酚的溶解度并趋于平缓变化;在乙醇体积分数较大时,由于乙醇中的水分含量少,且核桃青皮原液中高分子物质的沉淀都会使树脂中多酚分子扩散难度加大。因此,选用 30% 的乙醇为解吸液。

2.3.3 上样液 pH 及解析液 pH 的影响 由图 7 可知,上样液 pH 值对大孔树脂的吸附和解吸起着重要作用。因为 pH 直接影响溶质离子化程度,进而影响溶质和溶剂间的吸引力。在一定范围内,随 pH 值逐渐升高,核桃青皮多酚吸附率逐渐上升;当 pH 大于 4 时,AB-8 树脂对核桃青皮多酚的吸附率反而降低。其原因可能是,在溶液 pH 值较高的条件下,多酚化合物的酚羟基会解离形成 H^+ ,并产生相应的阴离子,进而削弱溶液中氢键间的相互作用力,最终导致树脂的吸附能力随之下降。在碱性环境中 AB-8 树脂易结块,不利于吸附。酸性条件保证多酚以分子形态存在,偏酸性的上样溶液有利于大孔树脂对多酚的吸附。

而且可以看出,低酸性环境有利于核桃青皮多酚的解吸,树脂解吸率较高;随着 pH 值的升高,多酚的解吸率呈现

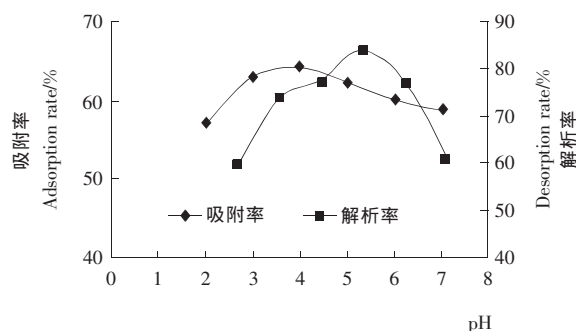


图 7 上样液 pH 及解吸液 pH 对多酚吸附率和解析率的影响

Figure 7 Effects of sample pH and ethanol pH value on adsorption and desorption rate

先增加后减少的趋势,在 pH 值为 6.0 左右时,解吸率达到最高。而中性条件下解吸率则稍有下降,这可能是由于多酚类化合物结构产生不可逆的变化,进而引起多酚类化合物分子结构和性质的改变,故选择洗脱剂 pH 值为 6.0 左右,因此可不进行 pH 值调整。

2.4 动态吸附与解吸试验

2.4.1 上样液流速对吸附效果的影响 由图 8 可知,当上样浓度一定时,流速越大,泄漏点出现得越早,树脂的吸附效率就越低。上样流速对树脂吸附的影响主要是溶质向树脂表面的扩散作用。上样流速太快时,核桃青皮多酚溶液和树脂接触时间短,其分子来不及扩散到树脂内表面就发生泄漏,导致吸附率降低。上样流速较小时,多酚分子能够充分与树脂内表面接触,树脂对多酚的吸附率增大。但若流速过小,需延长试验周期^[21],综合考虑采用 2 mL/min 的上样流速。采用 3.0 mg/mL 核桃青皮多酚粗提液以 2 mL/min 上柱,其中多酚含量为 221.19 $\mu\text{g/mL}$,随上样量的增加,流出液浓度上升;当上样液达到 100 mL 左右时,流出液多酚浓度占上样液浓度的 1/10,即达到泄漏点。

2.4.2 乙醇流速对解吸效果的影响 由图 9、10 可知,洗脱速度是影响洗脱效果的一个重要因素。随着洗脱速度的增加,树脂的解吸率逐渐降低,当洗脱速度为 2 mL/min 时树

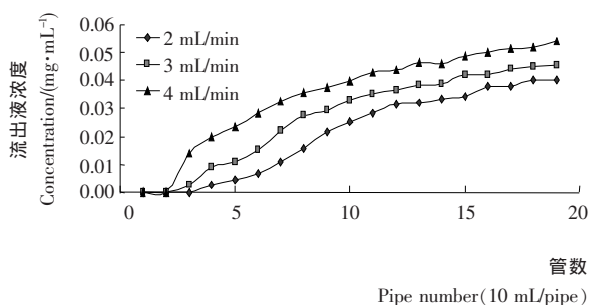


图 8 上样液流速对树脂吸附效果的影响

Figure 8 Effects of the sample flow velocity on resin adsorption efficiency

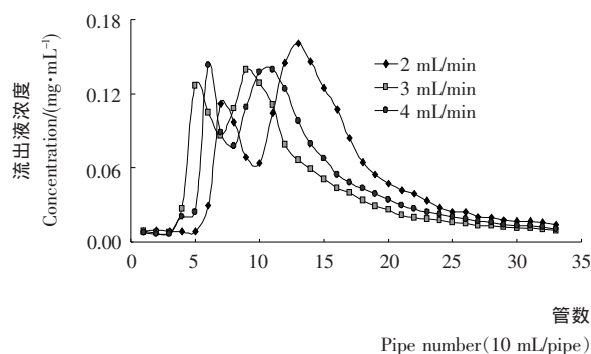


图 9 乙醇洗脱速度对洗脱效果的影响

Figure 9 Effects of ethanol desorption rate

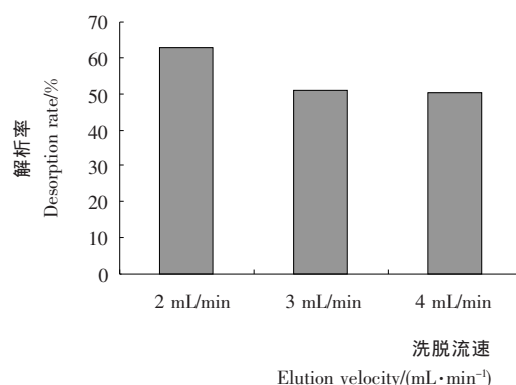


图 10 乙醇洗脱流速对解吸率的影响

Figure 10 Effect of ethanol elution velocity on desorption rate

脂的解吸率最高,这是由于当洗脱流速过快时,洗脱剂无法与被吸附的多酚分子充分作用,不能将大孔树脂吸附位点上的多酚分子完全置换出来。以 2 mL/min 洗脱的核桃青皮多酚洗脱峰无拖尾现象、多酚的流出液浓度相对集中,当洗脱量达到 250 mL 时,洗脱率已达到 84%,因此,洗脱量取 250 mL 为宜。

2.5 验证实验和放大实验

2.5.1 验证实验 将 60.0 g 预处理好的 AB-8 树脂通过湿法装柱法装入 $\Phi 1.7 \text{ cm} \times 50 \text{ cm}$ 的玻璃层析柱中,静置 2 h 平衡层析柱。将 pH 为 4.0 的 3.0 mg/mL 核桃青皮多酚粗提液以 2 mL/min 的流速上柱,上样量为 100 mL。用适量蒸馏水冲洗树脂层以去除残余样液。再用 250 mL 浓度为 30% 的乙醇以 2 mL/min 的流速进行洗脱,收集洗脱液,旋蒸至一定体积。通过减压干燥制得纯化后核桃青皮多酚粉末并对其纯度进行测定。纯化前核桃青皮多酚样品含量为 7.65%,经大孔吸附树脂纯化后测得样品纯度为 36.36%,精制倍数达到 4.8 倍。

2.5.2 放大实验 将 1 200.0 g 预处理好的 AB-8 树脂通过湿法装柱法装入 $\Phi 4 \text{ cm} \times 100 \text{ cm}$ 的玻璃层析柱中,静置 2 h 平衡层析柱。将 pH 为 4.0 的 3.0 mg/mL 核桃青皮多酚粗提液以 2 mL/min 的流速上柱,上样量为 2 000 mL。用适量蒸馏水冲洗树脂层以去除残余样液。再用 5 000 mL 浓度为

30%的乙醇以 2 mL/min 的流速进行洗脱,收集洗脱液,旋蒸至一定体积。通过减压干燥制得纯化后核桃青皮多酚粉末并对多酚纯度进行测定。纯化前核桃青皮多酚样品含量为 7.65%,经大孔吸附树脂纯化后测得样品纯度为 34.24%,精制倍数达到 4.5 倍。

通过放大实验可知,柱层析能有效地分离纯化核桃青皮多酚类化合物,适合大规模生产,但纯化效果与设备径高比、树脂填充密度及物质本身特性等因素有着密切的关系,只有在综合考虑的前提下才能生产出高质量的产品。

3 结论

本试验研究了大孔树脂分离纯化核桃青皮多酚的工艺,在最佳条件下,利用柱层析法,可得到较高纯度的核桃青皮多酚化合物,该方法简单,成本低廉且效果好。研究确定 AB-8 型大孔树脂分离纯化核桃青皮多酚的最佳工艺条件:上样液 pH 为 4.0 的 3.0 mg/mL 核桃青皮多酚粗提液,以 2 mL/min 的速度上样,上样量为 100 mL。先用适量蒸馏水淋洗,再用 250 mL、30%的乙醇溶液洗脱,洗脱速度为 2 mL/min,可得到纯度为 36.36%的核桃青皮多酚化合物。对小试工艺参数放大 20 倍试验,经纯化后测得样品纯度为 34.24%,精制倍数达到 4.5 倍。

参考文献

- 1 阿布力克木·阿布力孜,迪丽努尔·塔力甫,艾沙·努拉洪.分光光度法测定和田核桃仁内隔膜中总黄酮含量[J]. 食品科学, 2008,29(11): 552~554.
- 2 李志美. 核桃的开发利用[J]. 林业调查规划, 2004(S1): 199~201.
- 3 王晓泊,张翠,刘颖. 青龙农药用研究现状[J]. 青龙农药用研究现状, 2007,28(3): 120~122.
- 4 李海洋,韩军岐,李志西. 核桃青皮有效化学成分提取分离研究综述[J]. 现代园艺, 2012(15): 9~11.
- 5 刘丹. 亲水性多酚分离纯化技术研究[D]. 大连:大连理工大学, 2010.
- 6 赵元鸿,杨富佑,谢冰,等. 茶多酚的制备及沉淀机理探讨[J]. 云南大学学报, 1999,21(4): 317~318.
- 7 何晓梅,刘体云,魏梦洁. 沉淀法制备茶多酚工艺研究[J]. 安徽农业科学, 2011,39(22): 13 503~13 505.
- 8 韩丙军,彭黎旭. 植物多酚提取技术及其开发应用现状[J]. 华南热带农业大学学报, 2005,11(1): 21~26.
- 9 董新荣,刘仲华,李本祥,等. 制备型高效液相色谱法制备纯化 3 种辣椒素单体[J]. 色谱, 2008,26(3): 366~369.
- 10 秦为辉,陈新,张长春,等. 提取与分离新技术在天然产物研究中的应用[J]. 武汉工业学院学报, 2008,27(2): 19~22,31.
- 11 岳敏. 大孔吸附树脂在富集分离中药有效部位工艺中的应用[D]. 北京:首都师范大学, 2004.
- 12 董晓燕. 生物化学实验[M]. 北京:化学工业出版社, 2003.
- 13 陈亮,李医明,陈凯先,等. 植物多酚类成分提取分离研究进展[J]. 中草药, 2013,44(11): 1 501~1 507.
- 14 张赞彬,李彩侠,吴亚卿. 黄酮类化合物的研究进展[J]. 食品与机械, 2005,21(5): 77~80.
- 15 张晓丽,曾晓雄,李春阳. 菜籽多酚提取工艺的优化[J]. 食品与机械, 2012,28(2): 142~146.
- 16 Ivo O, Anabela S, Isabel C F R, et al. Total phenols, antioxidant potential and antimicrobial activity of walnut (*Juglans regia* L.) green husks[J]. Food and Chemical Toxicology, 2008, 46(1): 2 326~2 331.
- 17 曹增梅. 番石榴多酚的提取分离及保鲜应用研究[D]. 湛江:广东海洋大学, 2013.
- 18 艾志录,王育红,王海,等. 大孔树脂对苹果渣中多酚物质的吸附研究[J]. 农业工程学报, 2007,23(8): 245~248.
- 19 袁英姿,曹清明,钟海雁,等. 大孔吸附树脂纯化油茶籽多酚的研究[J]. 食品与机械, 2009,25(1): 61~63,85.
- 20 李志洲. 微波辅助提取石榴叶中多酚类物质的工艺[J]. 食品与机械, 2009,25(4): 72~75.
- 21 周跃勇,王岸娜,吴立根. 大孔吸附树脂分离纯化猕猴桃中多酚的优选研究[J]. 河南工业大学学报(自然科学版), 2007,28(5): 32~36.

信息窗

食品药品监管总局发布《食品药品监督管理统计管理办法》

2014 年 12 月 19 日,国家食品药品监督管理总局《食品药品监督管理统计管理办法》(总局令第 10 号)发布,该规章于 2014 年 9 月 29 日经总局局务会议审议通过,于 2015 年 2 月 1 日起施行。

《食品药品监督管理统计管理办法》对原办法进行了修订,共六章二十八条,其修订的主要内容包括:明确了食品、保健食品、药品、化妆品、医疗器械等产品的全口径统计范围;调整了统计基本任务和适用范围;强化了各级食品药品监督管理部门对统计工作的组织领导与保障;增加了统计资料公开以及统计人员素质、权利和义务的规定;

规定了部门负责人、统计机构和统计人员及统计调查对象发生违法情况的法律责任;建立健全了统计资料的审核、签署、归档制度。

为有效解决统计机构和各业务部门及直属单位重复统计、多头统计的问题,提高统计调查的权威性和数据的质量,《食品药品监督管理统计管理办法》对各级食品药品监督管理部门的统计机构与业务部门及直属单位的职责进行了明确。

(来源:www.cifst.org.cn)