

不同方法提取冷榨藤椒油中的油树脂及其成分分析

Analysis of components of oleoresin of cold drawn oil in *Zanthoxylum* with different extraction methods

蒋燕 蒲彪 王汉清 徐林 冯亚超 陈燕

JIANG Yan PU Biao WANG Han-qing XU Lin FENG Ya-chao CHEN Yan

(四川农业大学食品学院, 四川雅安 625014)

(Sichuan Agricultural University College of Food Science, Ya'an, Sichuan 625014, China)

摘要:为探讨不同方法对冷榨藤椒油油树脂的提取效果,筛选适宜提取油树脂的方法,并探讨不同方法提取对冷榨藤椒油油树脂风味成分的影响。以冷榨藤椒油为原料,分别采用水浴、超声波和微波辅助溶剂法提取油树脂,并通过 GC—MS 分析不同提取方法所得油树脂风味成分。结果表明:3 种方法提取的油树脂在 270 nm 处的吸光度值由大到小排序依次为:超声波>水浴>微波;经正交试验获得超声波辅助提取的最优条件为:料液比 1:20 ($m:V$),功率 400 W,温度 40 °C,时间 40 min;GC—MS 检测发现,有机溶剂提取法得到的油树脂,均含有较丰富的风味成分,但不同方法提取的油树脂成分的种类和含量均不同。其中,以超声波辅助提取得到的成分种类最多,其特征风味成分的相对含量也最高(柠檬烯 4.62%,芳樟醇 63.07%,亚油酸甲酯 5.11%),水浴次之,微波提取的成分种类及相对含量均最低。

关键词:冷榨;藤椒油;油树脂;超声波;微波;风味物质

Abstract: To discuss the effects with different methods of oleoresin of cold pressing oil in *Zanthoxylum* extraction, select appropriate oleoresin extraction method, and explore different extraction methods of oleoresin flavor components of cold pressing oil in *Zanthoxylum*. With the cold pressing oil in *Zanthoxylum* as raw material, water bath, ultrasonic and microwave methods were used to extract the oleoresin and GC—MS was adopted to analyze flavor components of the different extraction methods of oleoresin. The results showed that the extraction of oleoresin absorbance at 270 nm value of ultrasound is the highest, followed by water bath, the lowest is microwave; the optimum conditions of ultrasonic extraction were obtained by orthog-

onal test, that is ratio of material to liquid 1:20 ($m:V$), power 400 W, temperature 40 °C, time 40 min. GC—MS analysis results indicated that oleoresin obtained by organic solvent extraction contains rich flavor components, but the kinds and contents of oleoresin extracted by different methods were different. The constituents of oleoresin which was extracted by ultrasonic was the maximum, and the relative contents of main flavor substances were the highest (linalool was as high as 63.07%, limonene was 4.62%, methyl linoleate was 5.11%). The water bath were second, microwave extraction were the lowest. The results lay a foundation for the development and utilization of oleoresin of *Zanthoxylum*.

Keywords: cold pressing; *Zanthoxylum* oil; oleoresin; ultrasonic; microwave; flavor substance

藤椒,学名竹叶花椒(*Zanthoxylum armatum* DC Pro-dr.),属于花椒的一个品种^[1]。藤椒是一种具有独特香气和味道的香料植物,产量是花椒的两倍,除了以整粒或粉末的形式作为食用香辛料外,还有藤椒油、藤椒油树脂以及保鲜藤椒等产品;其果皮、果梗、种子及根茎叶均可入药,且与花椒相比,具有更好的调味、健胃消食、散寒止痛等功效,有很高的开发前景和经济利用价值。目前,对花椒属植物的研究大多以红花椒或青花椒品种为原料,如陕西韩城大红袍^[2]、重庆江津青花椒^[3]等,而对四川盛产的藤椒缺乏系统研究,藤椒果实颗粒大,出油率高,藤椒油与花椒油相比,麻香味更加浓郁,口感更加丰满,成分更加丰富。油树脂是采用适当溶剂把香辛料中的香气成分和风味成分提取出来,再将溶剂挥干后得到的粘稠的油状物,主要成分有挥发性的精油、色素、活性成分和非挥发性的油脂等,其含有的丰富风味成分和活性成分,多具有抑菌和抗氧化等作用。因此,提取藤椒油树脂,对藤椒风味物质的探索与应用具有重要意义。

由于藤椒鲜果不易贮藏,采摘后在常温下易发生褐变和霉变,故常将其制成藤椒油使用。传统的热油浸提法耗时

基金项目:国家林业局林业公益性行业科研专项(编号:201304703);
国家自然科学基金面上项目(编号:31171726)

作者简介:蒋燕(1990—),女,四川农业大学在读硕士研究生。
E-mail: 15283525343@163.com

通讯作者:蒲彪

收稿日期:2015-10-09

长,对油温控制的要求高,易出现焦糊味,产品质量参差不齐;而冷榨制油技术的操作温度较低($\leq 65\text{ }^{\circ}\text{C}$),故冷榨藤椒油中保留了更加丰富的营养物质和活性成分。藤椒风味物质的提取方法主要有水蒸气蒸馏法^[4]、有机溶剂提取法^[5]、超临界 CO_2 萃取法^[6]等,方法各有优缺点,所得产品总量和组成也存在较大差异。有机溶剂提取法温度低、对香气成分的破坏性小,获得的香气成分种类及含量均高于水蒸气蒸馏法和超临界 CO_2 法^[7-8],但可能存在溶剂残留问题。超声波具有高效率、易控温、有效成分不易被破坏等优点;微波具有选择性高、快速高效、质量稳定等优点,国内外均有采用超声^[9-11]、微波^[12-13]提取植物活性成分的研究报道,但在藤椒活性成分提取上的应用相对较少^[14-15],且多集中于研究其提取工艺的优化,目前暂未见有以冷榨法生产的藤椒油为原料,对不同方法提取的藤椒油树脂风味物质组成,及其相对含量进行对比分析的相关报道。本研究拟分别采用水浴、超声波和微波3种方式辅助溶剂提取法对冷榨藤椒油树脂进行提取,对比分析提取率及其提取物的风味物质,旨在为冷榨藤椒油风味物质及其系列产品的进一步开发与利用提供试验依据。

1 材料与方 法

1.1 材料与试剂

冷榨藤椒油:四川洪雅县么麻子食品有限公司;

甲醇、无水硫酸钠:分析纯,成都市科龙化工试剂厂;

甲醇:色谱纯,成都市科龙化工试剂厂。

1.2 主要仪器设备

超声波细胞粉碎机:JY 92-IIN型,宁波新芝生物科技股份有限公司;

微波科学实验炉:ORW08S-3H型,南京澳润微波科技有限公司;

气相色谱-质谱连用仪:Agilent 7890A型 GC System, Agilent 5975C型 inert MSD,安捷伦科技有限公司;

紫外可见分光光度计:UV-1800 PC型,上海美谱达仪器有限公司;

电子天平:BT 124 S型,北京赛多利斯仪器系统有限公司;

电热恒温水浴锅:DZKW-8-4型,北京市永光明医疗仪器厂;

循环水多用真空泵:SHB-III型,菏泽市鑫源仪器仪表有限公司;

旋转蒸发器:RE 52-99型,上海亚荣生化仪器厂。

1.3 试验方法

1.3.1 藤椒油树脂的提取

(1)最佳料液比的确定:采用甲醇作为提取溶剂,准确称取1 g(精确到0.000 1 g)冷榨藤椒油,分别采用料液比1:5,1:10,1:15,1:20,1:25($m:V$),40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴浸提藤椒油4 h,过滤除去油脂成分。通常,在0~1吸光度范围内,油树脂中的酰胺类物质含量与吸光度成正比,吸光度越大,

含量越高,吸光度可反映油树脂风味成分的含量,甲醇的最大吸收波长为210 nm,不会对试验结果产生影响,故以甲醇为参比溶液,将提取液进行全波长扫描,确定油树脂的最大吸收波长,并以最大吸收波长处的吸光度高低来确定最佳料液比。

(2)水浴浸提单因素试验:在最佳料液比条件下,固定其他因素,分别采用25(夏季常温),35,40,45,50,55 $^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴浸提4 h,过滤后测定提取液在最大吸收波长处的吸光度,确定最佳提取温度;在最佳提取温度下分别水浴浸提1,2,3,4,5 h,过滤后测定提取液在最大吸收波长处的吸光度,确定最佳水浴浸提时间。在最优条件下提取油树脂,过滤、除水,并在40 $^{\circ}\text{C}$ 下旋转蒸发后置于4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存,备用。

(3)超声波提取单因素试验:在最佳料液比条件下,固定其他因素,分别采用超声功率100,200,300,400,500,600 W,提取30 min,过滤后测定提取液在最大吸收波长处的吸光度,确定最佳超声功率;以最佳超声功率分别提取10,20,30,40,50,60 min,过滤后测定提取液在最大吸收波长处的吸光度,确定最佳超声提取时间。在最优条件下提取油树脂,过滤、除水,并在40 $^{\circ}\text{C}$ 下旋转蒸发后置于4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存,备用。

(4)微波提取单因素试验:在最佳料液比条件下,固定其他因素,分别采用微波功率200,300,400,500,600 W提取30 min,过滤后测定提取液在最大吸收波长处的吸光度值,确定最佳微波功率;微波功率越大,产热量越高,可能会导致油树脂的风味成分的活性或结构遭到破坏,故微波时间不能太长。在最佳微波功率下分别提取5,10,15,20,25 min,过滤后测定提取液在最大吸收波长处的吸光度,确定最佳微波提取时间。在最优条件下提取油树脂,并过滤、除水,并在40 $^{\circ}\text{C}$ 下旋转蒸发后置于4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存,备用。

(5)正交试验:选择吸光度高的提取方法,并在对应单因素试验的基础上,进行正交试验。

1.3.2 成分分析

(1)气相色谱条件:色谱柱 HP-5MS (30 m \times 250 μm , 0.25 μm)弹性石英毛细管柱,升温程序:初始温度70 $^{\circ}\text{C}$,以3 min/s的速率升到250 $^{\circ}\text{C}$,载气为高纯氦气,载气流量1 mL/min,进样口温度250 $^{\circ}\text{C}$,溶剂延迟3 min,辅助加热器温度280 $^{\circ}\text{C}$,不分流进样,进样量1 μL 。

(2)质谱条件:电子轰击离子源(EI),电子能量70 eV,离子源温度230 $^{\circ}\text{C}$,四级杆温度150 $^{\circ}\text{C}$,质量扫描范围(m/z)30~500,质谱数据库 NIST. 11 library。

(3)数据处理:样品中未知风味成分的定性由质谱仪所带数据库 NIST. 11 library 进行计算机自动检索,统计匹配度大于90%的风味成分,采用峰面积归一法计算各组分的相对百分含量。

2 结果与分析

2.1 单因素试验结果

2.1.1 料液比对藤椒油树脂吸光度的影响 通过对不同

料液比的提取液进行全波长扫描(扫描范围:200~700 nm)显示,最大吸收波长为 270 nm,故试验选择 270 nm 处的吸光度的大小来判断藤椒油树脂活性成分提取率的高低。由图 1 可知,在一定范围内,随着提取溶剂量的增加,藤椒油与溶剂的接触面浓度差也增大,进而提高了油与溶剂的溶解扩散速度,使其在 270 nm 下的吸光度增大,提取率增加,料液比为 1:20($m:V$)时吸光度达到一个峰值(0.436),继续增加溶剂的量,油树脂的溶解度达到饱和,提取率不再上升,并趋于稳定。从提取效果、溶剂用量成本和降低浓缩负荷等方面综合考虑,选择 1:20($m:V$)为最佳料液比。

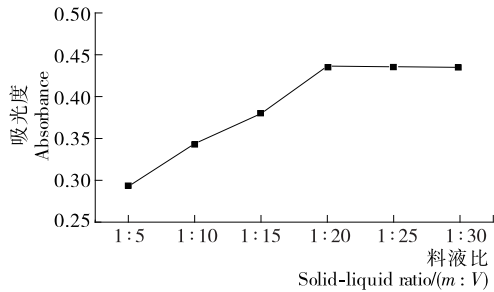


图 1 料液比对吸光度的影响

Figure 1 Effect of ratio of material to liquid on absorbance

2.1.2 水浴温度和水浴时间对藤椒油树脂吸光度的影响 由图 2、3 可知:在一定范围内,随着温度的升高,提取液吸光度呈现先上升后下降的趋势,存在一个最高点,即 40 °C 时,吸光度最高(0.445),温度过高,可能会破坏藤椒油树脂的活性成分从而导致吸光度下降,故以 40 °C 为最佳水浴温度;水浴时间越长,吸光度越高,提取 4 h 的吸光度为 0.438,4 h 之后,吸光度无明显升高,说明 4 h 已达提取动态平衡,从省时、节约能源角度考虑,选择最佳水浴时间为 4 h。

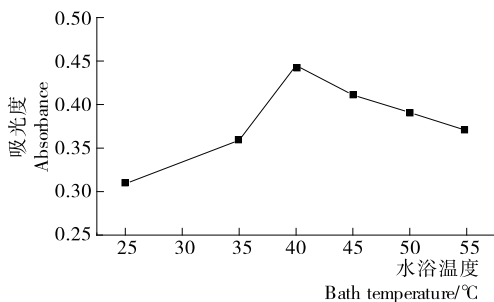


图 2 水浴温度对吸光度的影响

Figure 2 Effect of bath temperature on absorbance

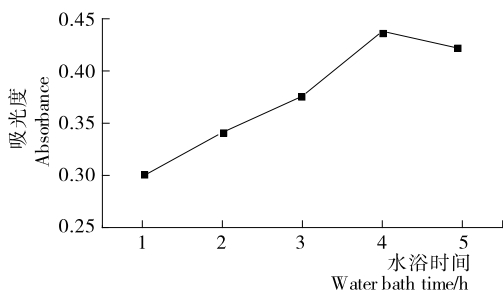


图 3 水浴时间对吸光度的影响

Figure 3 Effect of water bath time on absorbance

2.1.3 超声功率和超声时间对藤椒油树脂吸光度的影响 由图 4、5 可知:在一定范围内,随着超声功率的升高,吸光度呈现先上升后下降的趋势,在 300 W 时,吸光度最高(0.712),比水浴提取法(提取 4 h)高 60%,且超声时间仅需 30 min,既省时又高效;超声时间从 10 min 到 60 min 范围内,吸光度先上升后下降,30 min 时达最大值(0.709),超声功率和超声时间过大均可能导致活性成分被破坏,故选择超声功率 300 W,超声时间 30 min。

2.1.4 微波功率和微波时间对藤椒油树脂吸光度的影响 由图 6、7 可知:随着微波功率和时间的增加,提取液吸光

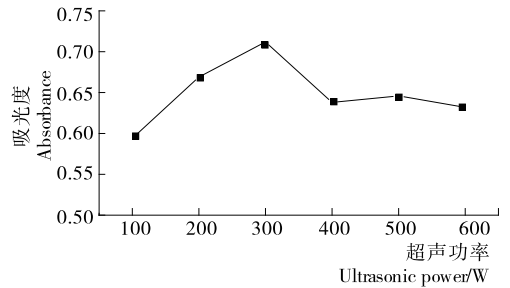


图 4 超声功率对吸光度的影响

Figure 4 Effect of ultrasonic power on absorbance

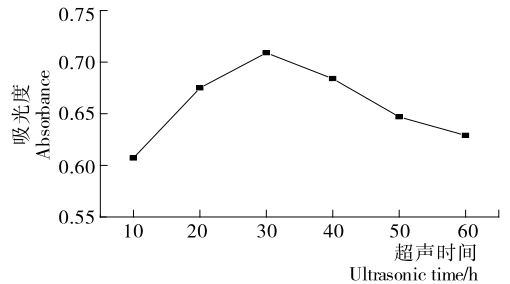


图 5 超声时间对吸光度的影响

Figure 5 Effect of ultrasonic time on absorbance

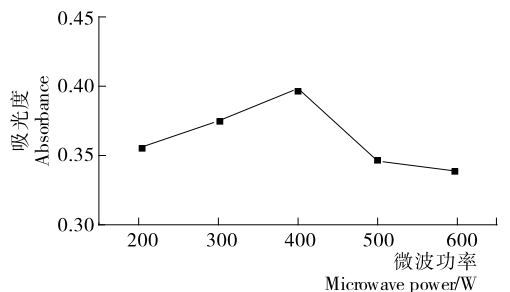


图 6 微波功率对吸光度的影响

Figure 6 Effect of microwave power on absorbance

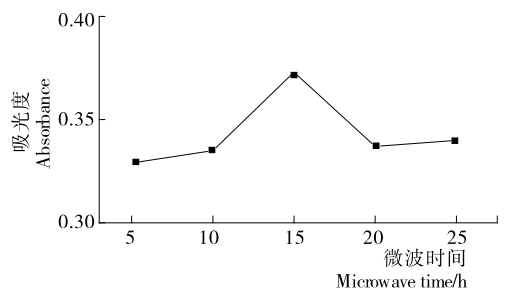


图 7 微波时间对吸光度的影响

Figure 7 Effect of microwave time on absorbance

度先上升后下降,但吸光值总体均小于水浴和超声提取法,其最佳提取条件为微波功率 400 W,微波时间 15 min。

2.1.5 正交试验结果与分析 通过比较吸光度的高低,选择优化超声波辅助溶剂提取法。在单因素试验的基础上,综合考察超声时间、超声功率、料液比和超声温度对提取冷榨藤椒油树脂提取液吸光度的影响,选择 4 因素 3 水平正交试验,试验因素与水平见表 1,结果与分析见表 2。

表 1 因素水平表

Table 1 Factors and levels

水平	A 超声时间/min	B 超声功率/W	C 料液比(m:V)	D 超声温度/℃
1	20	200	1:15	35
2	30	300	1:20	40
3	40	400	1:25	45

表 2 正交试验结果与分析

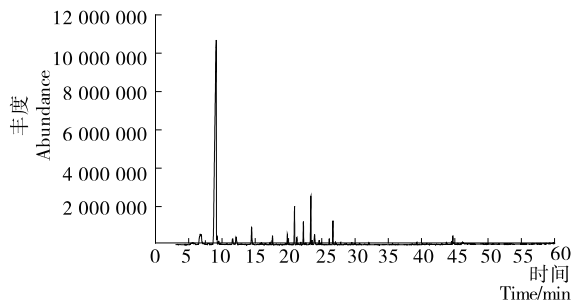
Table 2 Results and analysis of orthogonal experiment

试验号	A	B	C	D	吸光度
1	1	1	1	1	0.651
2	1	2	2	2	0.671
3	1	3	3	3	0.711
4	2	1	2	3	0.665
5	2	2	3	1	0.585
6	2	3	1	2	0.719
7	3	1	3	2	0.689
8	3	2	1	3	0.598
9	3	3	2	1	0.755
<hr/>					
k_1	0.677 7	0.668 3	0.656 0	0.663 7	
k_2	0.656 3	0.618 0	0.697 0	0.693 0	
k_3	0.680 7	0.728 3	0.661 7	0.658 0	
R	0.024 3	0.110 3	0.041 0	0.035 0	

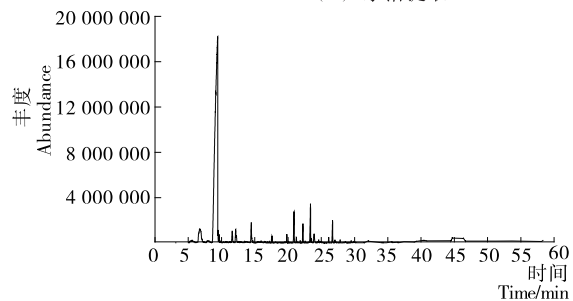
由表 2 可知,影响吸光度的各因素重要程度排序依次为:超声功率>料液比>超声温度>超声时间,得到的最佳超声辅助溶剂提取工艺条件为 $A_3 B_3 C_2 D_2$,即:料液比 1:20 (m:V),超声时间 40 min,超声功率 400 W,超声温度 40℃。单因素试验和正交试验中均没有最佳工艺条件,因此另进行 3 次最佳提取工艺条件的重复验证实验,结果表明:在最佳工艺条件下,提取液在 270 nm 处的吸光度均值为 0.769,高于超声辅助提取试验中的 9 组试验结果,再次验证此条件为最佳提取工艺条件。提取的藤椒油树脂形态粘稠、绿色纯正、麻香味浓郁,无肉眼可见杂质,品质较好。

2.2 冷榨藤椒油树脂成分分析

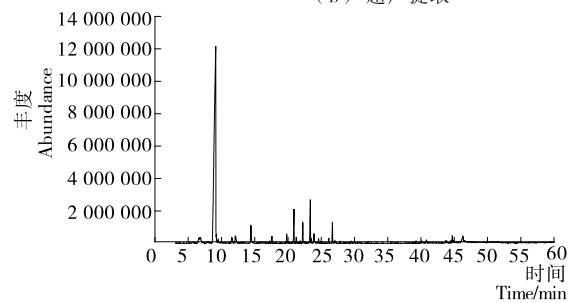
水浴、超声波、微波辅助溶剂提取冷榨藤椒油树脂的 GC—MS 总离子流图分别见图 8。经 NIST.11 数据库检索统计,采用峰面积归一法计算各组分的相对百分含量,匹配度大于 90%且相对含量大于 0.1%的组分见表 3。



(a) 水浴提取



(b) 超声提取



(c) 微波提取

图 8 不同方法提取冷榨藤椒油树脂的气相色谱—质谱总离子流图

Figure 8 Different extraction methods of oleoresin of cold pressing oil in *Zanthoxylum* GC—MS total ion flow chart

表 3 不同方法提取冷榨藤椒油树脂的 GC—MS 分析结果[†]

Table 3 Different extraction methods of oleoresin of cold pressing oil in *Zanthoxylum* GC—MS results

化合物名称	出峰时间/min	相对含量/%		
		水浴	超声波	微波
桉烯	5.324	—	0.29	—
β-法呢烯	5.622	—	0.68	—
月桂烯	5.645	—	—	—
d-柠檬烯	6.766	4.59	4.62	2.70
对甲基苯酚	8.488	0.15	—	—
芳樟醇	8.929	58.72	63.07	59.76
α-侧柏酮	9.421	0.55	0.32	0.60
香茅醛	10.623	0.09	0.12	0.07
(-)-4-松油醇	11.584	1.21	1.12	1.08
α-松油醇	12.105	1.54	1.41	1.56
乙酸香叶酯	14.153	—	0.26	—

续表 3

化合物名称	出峰时间/min	相对含量/%		
		水浴	超声波	微波
丁酸-1-乙 烯基-1, 5-二 甲 基-4-己 烯基酯	14.439	—	1.51	2.60
丁酸芳樟酯	14.451	2.51	—	—
α -甲基萜	15.893	0.35	0.23	0.29
β -甲基萜	16.556	0.25	0.17	0.25
长松针烯	18.164	—	0.08	—
(+)- α -乙酸松油酯	18.164	0.12	—	0.12
乙酸橙花酯	18.788	0.07	—	—
β -榄香烯	19.812	0.99	0.88	0.83
β -石竹烯	20.888	3.84	2.48	3.46
β -可巴烯	21.243	—	0.33	—
β -葑澄茄油萜	21.255	0.55	0.27	—
β -大根香叶烯	21.420	—	0.05	0.69
(Z,Z,Z)-1,5,9,9 四-甲基-1,4,7-环己三烯	22.233	—	1.06	1.72
避蚊酯	22.473	—	0.82	0.14
γ -衣兰油烯	23.160	0.18	0.16	0.17
D-大根香叶烯	23.343	4.17	2.34	3.86
β -葑草烯	23.503	—	0.92	—
β -瑟林烯	23.520	0.37	0.21	0.33
γ -榄香烯	23.903	1.68	1.70	1.48
α -毕澄茄烯	24.602	0.40	—	0.40
邻苯二甲酸癸基异丁基酯	25.139	—	0.41	—
11-十六碳烯酸甲酯	25.786	—	0.24	—
α -榄香醇	26.106	0.51	0.29	1.85
橙花叔醇	26.621	2.05	2.83	1.85
桉叶油醇	29.843	0.10	1.06	0.10
正十五醛	32.086	0.16	0.10	—
棕榈醛	32.855	0.11	0.18	0.16
棕榈酸甲酯	39.278	0.20	2.79	0.17
棕榈油酸	40.160	0.22	—	0.46
驱蚊叮(增塑剂 DBP)	40.474	—	0.16	0.13
棕榈酸	40.772	0.25	0.21	0.54
亚油酸甲酯	44.497	0.21	5.11	0.18
油酸甲酯	44.697	0.68	—	0.55
反式油酸甲酯	44.880	—	2.19	0.25
硬脂酸甲酯	45.498	0.11	1.18	—
油酸	46.305	—	0.75	1.99
反油酸	46.356	0.59	1.11	—
油酸乙酯	46.683	—	0.11	—
抗氧化剂 2246	53.698	—	0.54	—
γ -生育酚	58.400	—	0.91	—

† “—”表示未检出。

由表 3 可知:3 种方法提取的藤椒油树脂均含有醇类、烯炔、酮类、醛类等成分,匹配度大于 90% 的风味成分多样性排序为:超声波(65 种)>微波(55 种)>水浴(52 种)。烯炔类、醇类和酯类多用于合成香精香料(β -石竹烯、毕澄茄油烯),

部分物质具有杀菌、杀虫作用(柠檬烯、芳樟醇、桉叶油醇、避蚊酯等)和抗氧化活性(γ -生育酚、抗氧化剂 2246)等生理功能。不同提取方法得到的油树脂成分和含量存在差异,其中,超声波提取的柠檬烯(4.62%)和芳樟醇(63.07%)的相对含量均为最高;水浴和微波提取的芳樟醇相对含量亦接近 60%,水浴提取的 β -石竹烯(3.84%)和大根香叶烯(4.17%)的相对含量较高,且还含有超声波和微波没有的成分,如丁酸芳樟酯(2.51%);而微波提取的油树脂成分种类和水浴相差异不大,油酸的相对含量较高(1.99%),柠檬烯相对含量较少(2.70%),其他成分相对含量均普遍偏低。GC—MS 几乎未检出麻味物质,可能由于简单的提取法不易将麻味物质与其他物质分离,且其不同分子结构的相似性和物质本身的不稳定性,导致用 GC—MS 较难将其分离并检测出来,同时解析采用的超高温会破坏麻味物质的结构,故可考虑用柱层析结合制备型高效液相色谱对油树脂进一步进行分离纯化,并采用液相色谱法或液质联用法来对麻味物质进行检测。

3 结论

(1) 超声波辅助可更加有效提取藤椒油树脂,且大大缩短了提取时间,具有低温、短时、高效以及对活性物质破坏性小等优点;采用正交试验优化并得到了超声波辅助提取的最佳工艺条件。

(2) 采用 GC—MS 检测发现,有机溶剂提取法得到的油树脂,含有较为丰富的香气成分,且超声波辅助提取得到的风味物质成分的种类和相对含量均最多,水浴次之,微波提取的成分种类和相对含量均最低。因此,超声波辅助有机溶剂提取法在藤椒油树脂得率、活性成分的种类和相对含量等评价指标上均为最佳。

(3) GC—MS 法未检出有酰胺类物质,可能由于该类物质自身的不稳定性和结构的相似性,提取方法选择不当或在 GC—MS 超高温条件下被破坏导致无法检出,后期可考虑将其多级分离纯化后用 LC—MS 对其进行检测;本试验未对醇提取物的性质应用进行研究,后期可对其抑菌和抗氧化等活性进行测定,确定其应用方向;还可对相对含量高的活性成分进行进一步的分离纯化提高其纯度,以提高其应用价值。

参考文献

- [1] 张华. 青花椒的结实特性及营养成分的研究[D]. 雅安: 四川农业大学, 2011: 2-4.
- [2] 付苗苗. 花椒中麻味物质的提取分离及纯化工艺的研究[D]. 西安: 西北大学, 2010: 1-10.
- [3] 李宏梁, 薛婷. 花椒果皮的研究进展[J]. 中国调味品, 2014, 39(1): 124-128.
- [4] 张怀予, 王军节, 陈园凡, 等. 水蒸气蒸馏法提取花椒精油及挥发性成分分析[J]. 食品与发酵工业, 2014, 40(7): 166-171.
- [5] 赵志峰. 汉源花椒风味物质研究及花椒油生产工艺优化[D]. 成都: 四川大学, 2005: 9-12.
- [6] 张郁松. 花椒风味物质超临界萃取与有机溶剂萃取的比较[J]. 中国调味品, 2014, 39(2): 25-27.
- [7] 祝瑞雪, 曾维才, 赵志峰, 等. 汉源花椒精油的化学成分分析及其抑菌作用[J]. 食品科学, 2011, 32(17): 85-88.

(下转第 157 页)

表3 正交试验结果方差分析表[†]

Table 3 Variance analysis of orthogonal experimental results

因素	平方和	自由度	均方	F值	显著性
A(误差 e)	53.36	2	26.68	1.00	—
B	1 187.10	2	593.55	22.25	*
C	985.83	2	492.91	18.47	—
D	743.82	2	371.91	13.94	—

[†] $F_{0.05}(2,2)=19.00, F_{0.01}(2,2)=99.00$; *表示在0.05水平上存在显著差异; —表示不存在显著差异。

与最优超声参数相同的条件下,采用200 r/min水浴振荡提取(见1.3.2),离心收集山楂汁类黄酮提取液。试验证实采用振荡提取山楂汁类黄酮,每次需2.5 h才能达到与超声波(50 min)提取大致相同的类黄酮含量。超声波能显著缩短提取时间,提高类黄酮的提取效率。

3 结论

(1) 相比传统浸提方法,超声波技术可以高效、快速地将山楂汁中类黄酮物质溶出。通过单因素和正交试验设计,优选得到山楂汁类黄酮的最佳超声提取工艺为:预煮时间30 min,超声温度50 ℃,超声时间50 min,超声功率150 W。在此最优条件下,制备的山楂汁中类黄酮含量为335.32 mg/100 mL。超声温度对山楂汁中类黄酮的含量具有显著性影响,需要严格控制。

(2) 目前国内外学者^[11,17-18]对山楂黄酮的提取研究多以乙醇作为提取溶剂,未将提高黄酮提取率和山楂实际加工生产相结合。山楂汁制备工艺对类黄酮物质影响的研究尚为空白。将超声波与果胶酶共同作用应用于提取山楂汁类黄酮,为山楂的深度开发和利用提供了工艺参数和理论依据。超声波作为一种新型的制汁工艺,在辅助果胶酶协同制备山楂汁的同时,可以更加有效地增加山楂汁中类黄酮物质的含量,提高山楂汁品质。

(3) 超声波辅助酶法提取类黄酮可以明显缩短提取时间,但超声作用与酶作用的交互作用机理尚不明确,需要进一步的试验研究和论证。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典2010年版:一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:29.
- [2] Rigelsky J M, Sweet B V. Hawthorn: pharmacology and therapeutic uses[J]. American Journal of Health-System Pharmacy, 2002, 59(5): 417-422.
- [3] Edwards J E, Brown P N, Talent N, et al. A review of the chemistry of the genus *Crataegus*[J]. Phytochemistry, 2012, 79: 5-26.
- [4] Wu Jia-qi, Peng Wei, Qin Rong-xin, et al. *Crataegus pinnatifida*: chemical constituents, pharmacology, and potential applications[J]. Molecules, 2014, 19(2): 1 685-1 712.
- [5] 骆晓涛, 张守勤, 张格, 等. 不同提取方法对山楂总黄酮含量的影响[J]. 农机化研究, 2008(9): 145-147.
- [6] 杨昱, 白靖文, 俞志刚. 超声辅助提取技术在天然产物提取中的

- 应用[J]. 食品与机械, 2011, 27(1): 170-174.
- [7] 刘成莲. 超临界流体萃取与超声技术在农产品加工中的应用[J]. 农产品加工, 2008(12): 32-33.
- [8] 钟烈洲. 超声波对现榨苹果汁的品质影响[D]. 杭州:浙江大学, 2013: 5-14.
- [9] Adekunle A O, Tiwari B K, Cullen P J, et al. Effect of sonication on color, ascorbic acid and yeast inactivation in tomato juice[J]. Food Chemistry, 2010, 122(3): 500-507.
- [10] Bhat R, Kamaruddin N, Liong M T, et al. Sonication improves kasturi lime (*Citrus microcarpa*) juice quality[J]. Ultrasonic Sonochemistry, 2011, 18(6): 1 295-1 300.
- [11] 高文秀, 赵文卓, 李平平. 果胶酶解法辅助超声波提取山楂中总黄酮的初步工艺优化[J]. 吉林化工学院学报, 2013, 30(7): 29-32.
- [12] Toma M, Vinatoru M, Paniwnyk L, et al. Investigation of the effects of ultrasound on vegetal tissues during solvent extraction[J]. Ultrasonic Sonochemistry, 2001, 8(2): 137-142.
- [13] Li Hai-zhou, Pordesimo L, Weiss J. High intensity ultrasound-assisted extraction of oil from soybeans[J]. Food Research International, 2004, 37(7): 731-738.
- [14] 廖维良, 赵美顺, 杨红. 超声波辅助提取技术研究进展[J]. 广东药学院学报, 2012, 28(3): 347-350.
- [15] Hromádková Z, Alföldi J, Ebringerová A. Study of the classical and ultrasound-assisted extraction of the corn cobxylan[J]. Industrial Crops and Products, 1999, 9(2): 101-109.
- [16] 张吉祥, 欧来良. 正交试验法优化超声提取枣核总黄酮[J]. 食品科学, 2012, 33(4): 18-21.
- [17] 刘北林, 董继生, 霍红. 山楂黄酮最佳提取工艺探讨[J]. 食品科学, 2007, 28(6): 167-170.
- [18] 孙协军, 李秀霞, 冯彦博, 等. 山楂黄酮超高压提取工艺研究[J]. 食品工业科技, 2015, 36(2): 291-296.

(上接第134页)

- [8] 莫彬彬, 连宾, 万固存, 等. 超临界CO₂分步萃取花椒香气和麻味物质的初步研究[J]. 食品科学, 2009, 30(8): 201-203.
- [9] 杜双奎, 于修焯, 王青林, 等. 超声波辅助提取亚麻籽油的研究[J]. 中国粮油学报, 2009, 24(4): 70-73.
- [10] 杜若源, 谢晶, 王婷, 等. 超声波辅助提取银杏叶中总黄酮的工艺优化[J]. 食品与机械, 2015, 31(1): 167-170.
- [11] Zhao Bing, Yin Hui. Technology of the ultrasonic-circulated extraction and its application in the research and manufactory of herbal drugs[J]. Chinese Traditional and Herbal Drugs, 2006, 37(1): 154-156.
- [12] Pan Ying-ming, Wang Kai, Huang Si-qin, et al. Antioxidant activity of microwave-assisted extract of Longan (*Dimocarpus Longan* Lour.) peel[J]. Food Chemistry, 2008, 106(3): 1 264-1 270.
- [13] 王正宽, 周菲, 刘圆, 等. 微波技术在桂枝茯苓胶囊提取过程中的应用[J]. 中国中药杂志, 2015, 40(11): 2 123-2 127.
- [14] 姜欢笑, 蒲彪, 周婷, 等. 超声波辅助提取花椒冷榨油饼粕中油脂的工艺优化[J]. 食品工业科技, 2014, 35(21): 220-223.
- [15] 李东, 左勇, 邹杰, 等. 藤椒油微波提取工艺研究[J]. 中国调味品, 2013, 38(9): 85-88.