

## 微波辅助提取荸荠皮中多酚类物质的工艺研究

陈秋娟, 罗杨合, 张志, 杨军君 (贺州学院化学与生物工程学院, 广西贺州 542899)

**摘要** [目的] 探讨提取条件对荸荠皮中多酚类物质提取率的影响, 确定最佳提取工艺。[方法] 以荸荠皮为原料, 采用微波提取其中的多酚类物质, 通过单因素试验和正交试验, 探索微波功率、乙醇浓度、微波提取时间、料液比 4 个因素对多酚类物质提取的影响, 确定多酚类物质提取最佳工艺。[结果] 微波提取荸荠皮中多酚类物质的最佳工艺条件: 微波提取功率 400 W, 乙醇浓度 70%, 微波提取时间 6 min, 料液比 1:40 g/ml, 在此条件下, 荸荠皮中多酚类物质的提取率为 3.15%。[结论] 该研究为荸荠皮的进一步开发利用提供了理论依据。

**关键词** 荸荠皮; 多酚类物质; 微波辅助; 提取

中图分类号 S645.3 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2013)24-10144-03

## Extracting Polyphenol from Water Chestnut Peel with Microwave-Assisted Extraction

CHEN Qiu-juan et al (College of Chemical and Biological Engineering, Hezhou University, Hezhou, Guangxi 542899)

**Abstract** [Objective] The study aimed to discuss the effect of extraction condition on the extraction rate of polyphenol in the water chestnut peel so as to determine the optimum extraction process condition. [Method] With the water chestnut peel as the test material, through the single-factor test and orthogonal test, the effect of 4 factors including microwave power, ethanol concentration, microwave extraction time and solid-liquid ratio on the extraction of polyphenol were researched by using microwave extraction and the optimum extraction process of polyphenol was confirmed. [Result] The optimum extraction process condition of polyphenol in water chestnut peel by using microwave was as follows: microwave power of 400 W, ethanol concentration of 70%, microwave extraction time of 6 min, solid-liquid ratio of 1:40 g/ml. Under these conditions, the extraction ratio of water chestnut peel polyphenol was 3.15%. [Conclusion] The research provided certain theoretical basis for the development and utilization of water chestnut peel.

**Key words** Water chestnut peel; Polyphenol; Microwave; Extraction

植物多酚是一种含有多个酚羟基的化合物<sup>[1]</sup>, 广泛存在于植物的花、叶、木、皮、果内。植物多酚因其具有较强的抗氧化活性, 以及明显的抑菌、抗癌、抗衰老和抑制胆固醇上升等功效, 使多酚类物质在天然产物化学、生物化学、医药、食品、饲料及日用化妆品等领域成为研究热点, 并日益受到人们的关注<sup>[2-4]</sup>。

荸荠不仅汁多味甜, 营养丰富, 而且具有良好的药用价值。长期以来, 人们除了将荸荠直接食用外, 主要将其加工成各种荸荠营养饮料<sup>[5]</sup>、荸荠保健品等产品, 然而在荸荠食用和加工过程中, 占鲜荸荠质量 20%~25% 的荸荠皮除少部分用作饲料外, 大部分都被作为废弃物丢弃, 资源浪费量很大<sup>[6]</sup>。如果能将这些废弃物加以充分利用, 对提高荸荠的附加值将具有十分积极的意义。笔者研究了微波辅助下荸荠皮中多酚类物质的提取工艺, 为荸荠皮的开发利用提供试验依据。

## 1 材料与方

**1.1 材料** 荸荠皮, 收集于贺州市芳林路荸荠种植点。主要试剂: 1 mol/L Folin-Ciocalteu (FC) 试剂、没食子酸、碳酸钠等试剂均为国产分析纯。

主要仪器与设备: SP-722 型见光分光光度计, 上海光谱仪器有限公司; 格兰仕 P80D23N1P-G5 (WO) 型微波炉, 佛山市顺德区格兰仕微波沪电器有限公司; JA2103N 型电子分析天平, 上海民桥精密科学仪器有限公司。

## 1.2 方法

**1.2.1 标准曲线的制作。** 称取 10.0 mg 没食子酸溶于 100

ml 容量瓶中, 制成 100 μg/ml 的没食子酸标准溶液。分别移取 0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50、3.00 ml 没食子酸标准溶液于 7 支 10 ml 具塞刻度试管中。再分别加入 0.40 ml FC 试剂, 立即混匀, 振荡 1 min, 再分别加入 10% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 0.35 ml, 振荡 30 s, 用蒸馏水定容至刻度线, 室温下静置 80 min 后, 于波长 765 nm 处测定吸光度, 以吸光度为纵坐标, 没食子酸质量浓度为横坐标绘标准曲线, 得回归方程为  $A = 0.03362C - 0.0594$ , 相关系数  $R^2 = 0.9995$ 。

**1.2.2 荸荠皮多酚类物质的提取工艺。** 挑选无腐烂荸荠, 洗净后削皮, 收集荸荠皮放到阴凉处避光自然风干后, 粉碎备用。称取一定量的荸荠皮粉末于 500 ml 锥形瓶中, 一边加入乙醇溶液一边搅拌, 使荸荠皮粉末与乙醇溶液充分混匀, 然后静置 5 min, 让溶液充分渗入到荸荠皮组织内。把装有样品的锥形瓶放入微波炉中进行快速加热提取多酚, 趁热抽滤, 取滤液, 用蒸馏水定容到 100 ml, 于波长 765 nm 下测定吸光度值。通过回归方程求出吸光度对应的没食子酸浓度, 再按下式计算多酚类物质提取率:

$$\text{多酚提取率} = \frac{C \times V_1 \times 10^{-2} V_2 \times 10^{-6}}{m} \times 100\%$$

式中,  $V_1$  (ml) 为带塞试管的体积;  $V_2$  (ml) 为吸取的荸荠皮样品溶液体积;  $C$  (μg/ml) 为荸荠皮样品溶液中多酚的浓度;  $m$  (g) 为荸荠皮粉末的质量。

**1.2.3 微波辅助提取单因素试验。**

**1.2.3.1 微波功率的选择。** 称取一定量的荸荠皮粉末于 500 ml 锥形瓶中, 按乙醇浓度为 40%, 料液比为 1:30 g/ml, 微波提取时间为 5 min 的条件下, 分别采用功率 200、300、400、500、600 W, 研究不同的微波功率对多酚类物质提取率的影响。

**1.2.3.2 乙醇浓度的选择。**称取一定量的荸荠皮粉末于 500 ml 的锥形瓶中,在选定微波提取时间为 5 min,按微波功率为 300 W,料液比为 1:30 g/ml 的条件下,乙醇浓度分别为 40%、50%、60%、70%、80%、90% 时,研究不同的乙醇浓度对多酚类物质提取率的影响。

**1.2.3.3 微波提取时间的选择。**称取一定量的荸荠皮粉末于 500 ml 锥形瓶中,在选定乙醇浓度为 40%,料液比为 1:30 g/ml,微波功率为 300 W 的条件下,分别微波处理 3、4、5、6、7 min,研究不同的微波时间对多酚类物质提取率的影响。

**1.2.3.4 料液比的选择。**称取一定量的荸荠皮粉于 500 ml 锥形瓶中,在选定乙醇浓度为 40%,微波提取时间为 5 min,微波功率为 300 W,料液比分别选用 1:10、1:20、1:30、1:40、1:50、1:60 g/ml,研究不同的料液比对多酚类物质提取率的影响。

**1.2.4 正交试验。**在单因素试验基础上,为了综合考虑多因素相互作用对荸荠皮中多酚类物质提取的影响,根据单因素试验结果采用  $L_9(3^4)$  正交试验设计对荸荠皮中多酚类物质提取条件进行优化设定。

## 2 结果与分析

### 2.1 单因素试验结果

**2.1.1 微波功率对荸荠皮中多酚类物质提取率的影响。**由图 1 可知,微波功率从 200 W 提高到 300 W 时,多酚提取率逐渐增大,这是因为微波功率限制在一定范围内可以提高多酚的提取率。而当微波功率为 300 W 时,多酚提取率达到最大值,随后随着微波功率的增大,多酚提取率又逐渐减小。或许是由于当微波功率过大时,由于体系吸收的微波过多,温度迅速上升,温度过高会导致多酚被氧化或者分解,多酚的提取率呈现出明显下降的趋势。因此,选择 300 W 为最佳微波提取功率。

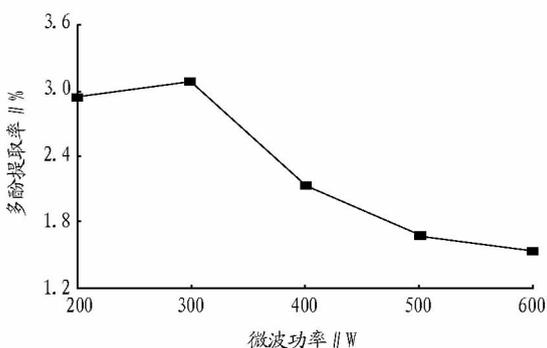


图 1 微波功率对多酚提取率的影响

**2.1.2 乙醇浓度对荸荠皮中多酚类物质提取率的影响。**从图 2 可知,随着乙醇浓度的升高,多酚类物质提取率逐渐增大,当乙醇浓度为 70% 时达到最大值,接着又迅速下降。主要原因可能是当乙醇浓度达到 70% 时,多酚类物质的极性与溶剂的极性相近,致使多酚类物质从细胞中充分溶出。然而增大或者减小乙醇的浓度,溶剂的极性与多酚类物质的极性不接近,会影响多酚类物质的溶出。因此,选择乙醇浓度 70% 为最佳提取浓度。

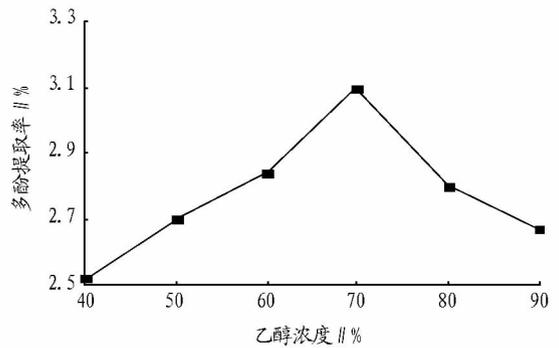


图 2 乙醇浓度对多酚提取率的影响

**2.1.3 微波提取时间对荸荠皮中多酚类物质提取率的影响。**由图 3 可知,随着微波处理时间的延长,多酚提取率先呈上升趋势,当提取时间为 5 min 时,多酚的提取率达到最大,随后逐渐下降。这可能是因为微波作用时间过长,少量多酚在微波的强烈作用下分解或被氧化,而微波作用时间过短,未能使多酚从细胞中充分溶出。因此,选择 5 min 为最佳提取时间。

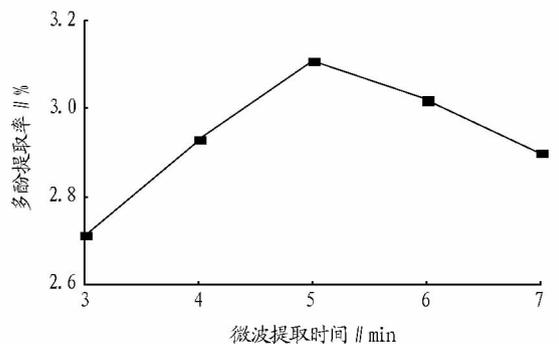


图 3 微波提取时间对多酚提取率的影响

**2.1.4 料液比对荸荠多酚类物质提取率的影响。**从图 4 可知,当料液比为 1:10 ~ 1:40 g/ml 时,多酚提取率随着料液比的减小而增大,这可能是由于料液比过大时,多酚不能充分溶解在乙醇溶液中,而在相同微波辐射下,料液比大的体系温度明显增大,导致多酚分解或氧化。但当料液比为 1:40 g/ml 时,多酚的提取率最大,随后逐渐减小。因为料液比减小时,溶剂对微波能的吸收增加,减少了细胞液对微波能的吸收,多酚从细胞中溶出量减少。因此,选择为 1:40 g/ml 为最佳料液比。

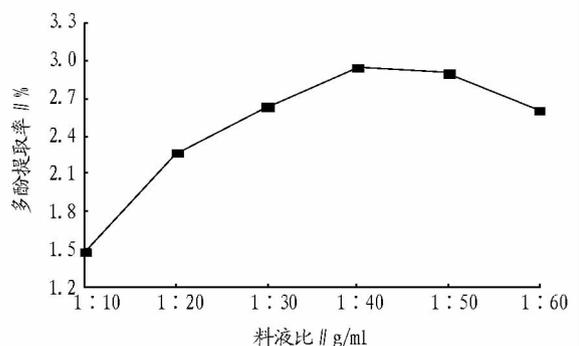


图 4 料液比对多酚类物质提取率的影响

**2.2 正交试验结果** 在单因素试验的基础上,用正交试验对提取因素:料液比、微波功率、乙醇浓度、微波处理时间进行优化。选用正交表  $L_9(3^4)$  对荸荠皮多酚类物质提取工艺进行研究,正交试验因素水平设计见表 1,结果分析见表 2。

表 1 正交试验因素水平设计

水平	因素			
	料液比 (A)//g/ml	微波功率 (B)//W	乙醇浓度 (C)//%	微波处理时间 (D)//min
1	1:30	200	60	4
2	1:40	300	70	5
3	1:50	400	80	6

表 2 正交试验结果分析

试验号	因素				多酚提取率//%
	料液比	微波功率	乙醇浓度	微波处理时间	
1	1	1	1	1	1.85
2	1	2	2	2	2.75
3	1	3	3	3	2.85
4	2	1	2	3	2.64
5	2	2	3	1	2.42
6	2	3	1	2	2.57
7	3	1	3	2	2.26
8	3	2	1	3	2.35
9	3	3	2	1	2.74
$K_1$	2.15	2.25	2.27	2.34	
$K_2$	2.54	2.51	2.71	2.59	
$K_3$	2.45	2.72	2.51	2.61	
R	0.39	0.46	0.44	0.27	

表 2 极差 R 的数据显示,对荸荠皮中多酚类物质提取率影响因素的大小顺序为: B(微波功率) > C(乙醇浓度) > A(料液比) > D(微波处理时间),确定微波提取最适工艺条件为  $A_2B_3C_2D_3$ ,即料液比为 1:40 g/ml,微波功率为 400 W,乙醇浓度 70%,微波提取时间 6 min,此时的多酚提取率为 3.15%。

### 3 结论

试验通过微波辅助提取荸荠皮多酚类物质工艺的单因素试验和正交试验,得出最适提取工艺条件:料液比 1:40 g/ml,微波功率 400 W,乙醇浓度 70%,微波提取时间为 6 min。试验结果显示,微波辅助提取法优于传统提取法,它大大缩短了提取时间,并且提取产率高,既省时省力,又能降低消耗的成本、节约能源,是一条高效开发利用废弃荸荠皮资源的有效途径。

### 参考文献

- [1] 李志洲. 提子皮中多酚类物质的微波提取及抗氧化性研究[J]. 中成药, 2009, 31(12): 1939-1942.
- [2] 石碧, 狄莹. 植物多酚[M]. 北京: 科学出版社, 2000: 1-3, 154-198.
- [3] 王小军, 秦福生, 李小勇. 天然抗氧化剂茶多酚在肉制品贮藏保鲜中的应用[J]. 肉类研究, 2006(3): 33-36.
- [4] 周建新. 植物源天然食品防腐剂的研究现状、存在问题及前景[J]. 食品科学, 2006, 27(1): 263-268.
- [5] 罗杨合, 高志明, 陈振林, 等. 富含类黄酮的荸荠饮料的研制[J]. 食品研究与开发, 2008, 29(12): 60-63.
- [6] 郝淑贤, 刘欣, 赵力超, 等. 荸荠皮提取物抑菌成分稳定性的探讨[J]. 食品科学, 2005, 26(2): 71-74.
- [7] 温鹏飞, 邢延富, 牛铁泉, 等. UV-C 对葡萄果实品质和多酚类物质积累的影响[J]. 华北农学报, 2013(2): 133-138.
- [8] 袁林颖, 高飞虎, 钟应富, 等. 微波辅助提取绿茶茶多酚及纯化工艺研究[J]. 西南农业学报, 2012(3): 1074-1079.
- [9] BORAK J S, LAMBIN E F, STRAHLER A H. The use of temporal metrics for land cover change detection at coarse spatial scales[J]. Int J Remote Sens, 2000, 21(6): 1415-1432.
- [10] BRADLEY B A, JACOB R W, HERMANC J F, et al. A curve fitting procedure to derive inter-annual phenologies from time series of noisy satellite NDVI data[J]. Remote Sens Environ, 2007, 106(2): 137-145.
- [11] RAMSEY J B. Regression over timescale decompositions: A sampling analysis of distributional properties[J]. Econ Syst Res, 1999, 11(2): 163-184.
- [12] BRUCE L M, KOGER C H, JIANG L. Dimensionality reduction of hyperspectral data using discrete wavelet transform feature extraction[J]. Geosci Remote Sens IEEE Trans, 2002, 40(10): 2331-2338.
- [13] ECHER E. Multi-resolution analysis of global total ozone column during 1979-1992 Nimbus-7 TOMS period[J]. Ann Geophys, 2004, 22(5): 1487-1493.
- [14] FREITAS R M, SHIMABUKURO Y E. Combining wavelets and linear spectral mixture model for MODIS satellite sensor time-series analysis[J]. J Comput Interdiscip Sci, 2008, 1(1): 51-56.
- [15] LIN N, JIANG Q G, ZHANG H H, et al. Analysis on the change of vegetation cover and its prediction method—A case study in eastern Jilin[J]. Agricultural Science & Technology, 2012, 13(8): 1800-1804.
- [16] 郭双双, 王勇辉. 博尔塔拉河下游河岸带不同植被覆盖下土壤养分特征[J]. 安徽农业科学, 2013, 41(12): 5322-5325.
- [17] 杨绍铿, 廖雪萍, 谭裕模, 等. 广西近十年植被 NDVI 变化及其对降水的响应特征分析[J]. 西南农业学报, 2013(2): 766-771.
- [18] 王士永, 贾国栋, 段红祥, 等. 北京山区小流域不同植被覆盖对地表径流影响研究[J]. 湖南农业科学, 2011(19): 51-56.

(上接第 10107 页)

所造成的。20 个选定气象站的 NDVI 有着相同的变化周期, 都是接近 290 d, 不同植被类型的变化周期没有明显的差异, 这预示着植被生长周期接近 10 个月。

### 参考文献

- [1] TUCKER C J, VANPRAET C L, SHANNAN M J, et al. Satellite remote sensing of total herbaceous biomass production in the Senegalese Sahel: 1980-1984[J]. Remote Sensing of Environ, 1985, 17(3): 233-249.
- [2] 李震, 阎福礼, 范湘涛. 中国西北地区 NDVI 变化及其与温度和降水的关系[J]. 遥感学报, 2005(3): 106-111.
- [3] ZHANG Y D, XU Y T, QI F X. Correlation analysis of NDVI with climate and hydrological factors in oasis and desert[J]. Acta Phytocologica Sinica, 2003, 27(5): 816-821.
- [4] XU J H, CHEN Y N, LU F, et al. The nonlinear trend of runoff and its response to climate change in the Aksu River, western China[J]. Int J Climatol, 2011, 31(5): 687-695.
- [5] LAU K M, WENG H. Climate signal detection using wavelet transform: how to make a time series sing[J]. Bull Am Meteorol Soc, 1995, 76(12): 2391-2402.
- [6] MARTINEZ B, GILABERT M A. Vegetation dynamics from NDVI time series analysis using the wavelet transform[J]. Remote Sens Environ, 2009, 113(9): 1823-1842.
- [7] DE BEURS K M, HENEERY G M. A statistical framework for the analysis of long image time series[J]. Int J Remote Sens, 2005, 26(8): 1551-1573.
- [8] COPPIN P, JONCKHEERE I, NACKAERTS K, et al. Review article digital change detection methods in ecosystem monitoring: A review[J]. Int J Remote Sens, 2004, 25(9): 1565-1596.