超声辅助提取红枣中芦丁的工艺研究

王筠，李全良，刘芳
（周口师范学院化学系，河南周口 466000）

摘要：在超声辅助下提取红枣中的芦丁，以芦丁提取率为评价指标考察了超声提取温度、提取时间和料液比等因素对芦丁得率的影响。正交试验结果表明最佳提取工艺：用体积分数95%的乙醇为溶剂时，超声提取温度60 ℃，时间20 min，料液比1:20时，得率最高24.2%。

关键词：超声法；红枣；芦丁；提取工艺
文章篇号：1673-9078(2013)1-115-117

Researches on Ultrasonic-assisted Technology of Extracting Rutin from *Zizyphus Jujube*

WANG Jun, LI Quan-liang, LIU Fang
(Department of Chemistry, Zhoukou Normal University, ZhouKou 466000, China)

Abstract: Ultrasonic-assisted method was adopted to extract rutin from *Zizyphus jujube*, the effects of ultrasonic treatment temperature, time and solid to liquid ratio on the yield of rutin were studied. According to orthogonal tests, the optimum extraction condition was as follows: volume fraction of ethanol 80%, extraction temperature 60 ℃, ultrasonic treatment time 40 min, solid to liquid ratio l: 20 (g/g), under which the yield of rutin was 24.2%.

Keywords: ultrasonic method; *Zizyphus jujube*; rutin; extracting technology

芦丁（rutin）别名芸香苷，浅黄色针状晶体，主要从芸香叶、槐米、荞麦等芸香科植物中提取。芦丁属黄酮类物质，具有抗炎、抗病毒等多种药效，能降低毛细血管通透性和脆性，恢复毛细血管的正常弹性。临床用于防治高血压脑溢血、糖尿病视网膜出血和出血性紫癜等疾病[1,2,3,4]。

红枣是深受人们喜爱的一种保健食品和药材，其药物活性成分是黄酮类化合物[5]。红枣产地分布广泛、资源充足且富含芦丁[6]，因此我们研究了以红枣为原料提取芦丁的工艺条件。这不仅实现了红枣的深加工利用、开发出高附加值产品，而且为芦丁生产提供新的来源和提取工艺方法。

1 实验部分

1.1 实验材料和设备

红枣采摘自河南省周口本地。芦丁标准品购于上海沪宇生物试剂公司，纯度98%；其余试剂均为分析纯，实验用水为蒸馏水。主要仪器有KQ-300VDB型三频数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司生产)；721分光光度计(上海第三分析仪器厂)等。

将采摘的红枣去核，切丝，放入干燥箱80 ℃下干燥24 h，然后将其粉碎，过60目筛，备用。

1.2 实验方法

1.2.1 芦丁标准溶液的配制和标准曲线的绘制

按照文献[7,8]的方法进行芦丁标准溶液的配制和标准曲线的绘制(图1)。

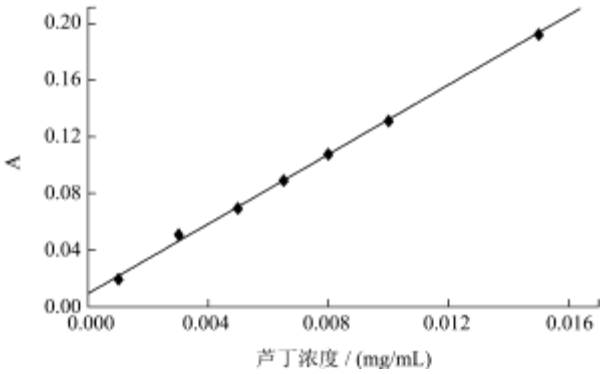


图1 芦丁标准曲线

Fig.1 Standard curve of rutin

标准曲线绘制：准确称取芦丁标准品50 mg，加少量70%乙醇溶解，定容至250 mL，摇匀，静置。再用移液管移取5 mL，用乙醇定容至50 mL。将配制好的芦丁标准液分别取0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL于50 mL

收稿日期：2012-09-13
基金项目：河南省教育厅自然科学基金项目（2011B150042）
作者简介：王筠(1975-)，男，硕士研究生，讲师，研究方向：食品分析

容量瓶中，各加2.0 mL 5%的亚硝酸钠溶液，静置。加10%硝酸铝溶液2.0 mL，摇匀，定容至刻度。放置20 min后，以试剂空白作参比溶液，测定510 nm处吸光度，从而绘制标准曲线，得回归方程Y=13.1329X+0.00406, R^2=0.9975，在测量范围内芦丁浓度与吸光度呈良好的线性关系。

1.2.2 试样芦丁的测定

称取1 g红枣样品（60目），在不同操作条件下进行提取，过滤后取滤液2.0 mL，按标准曲线绘制的测定方法在510 nm处测定吸光度，计算芦丁含量。

1.2.3 产物芦丁的分离

将操作条件下所得乙醇溶液过滤后，滤液减压蒸出有机溶剂，将析出的固体真空干燥。

2 结果与讨论

2.1 单因素试验结果

实验用体积分数95%的乙醇为溶剂，来提取所制红枣样品中的芦丁，以芦丁得率为评价指标，分别考察了超声波法(频率为80 Hz，功率300 W)下提取温度、超声处理时间和料液比对芦丁提取率的影响。

2.1.1 提取温度对红枣中芦丁得率的影响

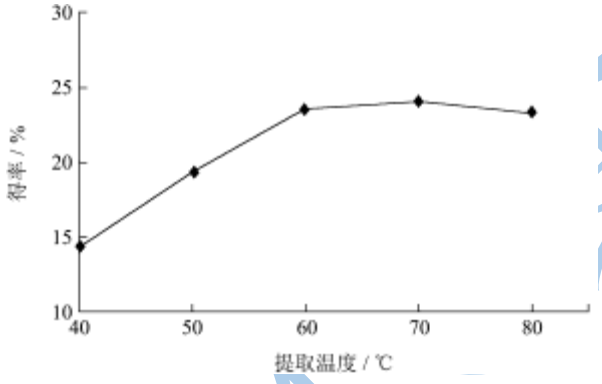


图2 提取温度对红枣中芦丁提取率的影响

Fig.2 Effect of extractiontemperature on the yield of rutin

从图2可以看出，得率随着提取温度的升高而逐渐升高，原因是温度升高可以加速溶剂分子及芦丁分子的扩散传质运动。当温度达到60 ℃以上，得率随温度升高而发生改变的幅度不大，为了避免温度过高引起有机溶剂挥发，因此提取温度60 ℃为宜。

2.1.2 超声处理时间对得率的影响

在其他条件不变的条件下，得率先随着超声处理时间的延长而逐渐升高，到40 min时最高，之后随时间的进一步延长反而有所下降(图3)。原因可能是操作条件下超声40 min时芦丁已经充分溶出，此后继续超声处理会导致溶液中已析出的芦丁部分降解所致。

2.1.3 料液比对得率的影响

按样品重量分别在红枣样品中加入10倍、15倍、20倍及25倍重量的乙醇，在不改变其它测定条件下，测定提取液芦丁含量。图4实验结果表明：当乙醇用量超过样品重量的15倍后，提取液吸光度的增加很小。考虑到溶剂使用量和蒸馏分离等操作费用，乙醇最佳用量为样品重量的20倍。

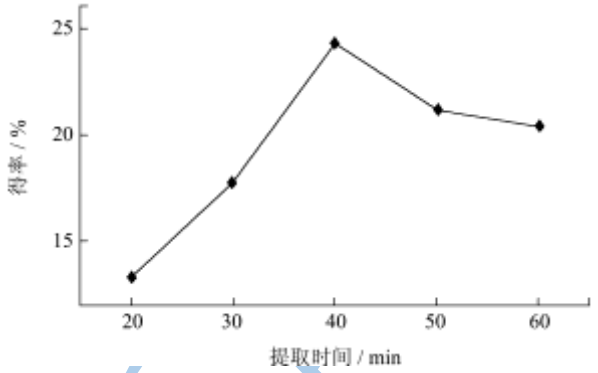


图3 提取时间对芦丁提取率的影响

Fig.3 Effect of extraction time on the yield of rutin

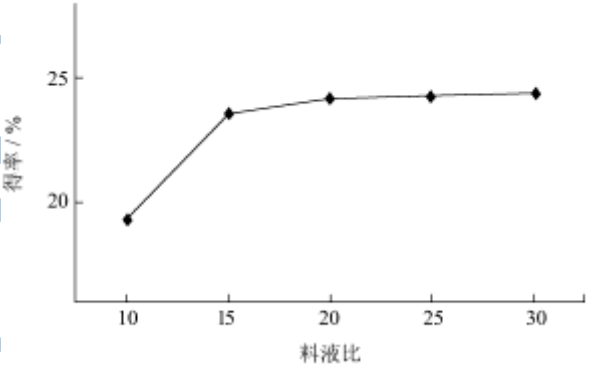


图 4 料液比对芦丁提取率的影响

Fig.4 Effect of solid-liquid ratio on the yield of rutin

2.2 正交实验

在单因素试验的基础上，选用$L_9(3^4)$正交实验表进行正交试验。以芦丁得率为考察指标，选取三个主要的影响因素提取温度、提取时间、料液比和四个水平进行，实验因素水平表见表1，试验结果见表2。

表 1 提取红枣芦丁实验的因素水平表

Table 1 Experimental factors and levels in orthogonal test

水平	A (提取温度/℃)	B (时间/min)	C [料液比/(g:g)]
1	40	30	10
2	50	40	15
3	60	50	20
4	70	60	25

由表2可知，影响芦丁提取的主次因素为提取温度>料液比>提取时间。表中最佳提取工艺条件为提取温度60 ℃，提取时间为40 min，料液比为1:25，得率为23.8%。

表 2 提取红枣芦丁的正交实验结果

Table 2 Experimental results in orthogonal test of extracting jujube rutin

序号	A	B	C	得率/%
1	1	1	1	12.2
2	1	2	2	14.3
3	1	3	3	16.6
4	1	4	4	17.3
5	2	1	2	19.2
6	2	2	1	18.6
7	2	3	4	21.2
8	2	4	3	20.8
9	3	1	3	21.9
10	3	2	4	23.8
11	3	3	1	22.4
12	3	4	2	23.1
13	4	1	4	22.3
14	4	2	3	23.4
15	4	3	2	23.6
16	4	4	1	21.5
k_1	15.1	18.9	18.7	
k_2	19.95	20.0	20.1	
k_3	22.8	21.1	20.6	
k_4	22.7	20.7	21.2	
R	7.7	2.1	2.5	

2.3 验证实验

在正交实验的基础上，考虑到当提取温度60 ℃，提取时间为40 min时料液比1:20没有出现在实验中，经过验证实验发现在此条件下，得率可提高到24.2%。

3 结论

超声波技术是一种高效方法用于天然产物有效成分的提取，有广阔的应用前景。通过实验研究了在超声辅助下提取红枣中的芦丁，以95%乙醇为提取剂，样品粒度为60目，提取温度60 ℃，超声时间40 min，料液比为1:20倍时，芦丁得率最高24.2%，与文献[9]相比得率有明显提高。该法具有操作简便、省时节能、得率高等优点，为当地红枣开发利用提供了一定的参考价值。

参考文献

[1] Kang S, Lee C, Choi H, et a1. Evaluation of oriental medicinal herbs for estrogenic and antiproliferative activities [J]. Phytotherapy Research, 2006, 20: 1017-1020

[2] 李茂星,谢景文,葛欣.芦丁的药学研究进展[J].华西药学杂志,2005,15(6):450-451

[3] 黄河胜,马传庚.黄酮类化合物药理作用研究进展[J].中国中药杂志,2000,10(25):589-592

[4] 宾婕,刘洁,张春勇,等.正交设计优选苦荞中芦丁和槲皮素的提取工艺研究[J].现代食品科技,2011,27(4):437-439

[5] 曲泽洲,王永惠.中国枣树志-枣卷[M].中国林业出版社,1993

[6] 沈晓丽,吴娜,蒋新月,等.若羌红枣多糖超声波提取条件的探索[J].现代食品科技,2008,24(8):798-802

[7] 唐红军.中国药典 2000 年版一部检测芦丁含量方法的改进[J].中国医药学杂志,2002,22(1):60-61

[8] 张宝善,陈锦屏,吴丽花.红枣芦丁提取工艺的研究[J].陕西师范大学学报(自然科学版),2003,31(1):89-93

[9] 斯琴格日乐,恩德,陈超.新郑红枣中总黄酮超声波提取及含量分析[J].河南理T大学学报(自然科学版),2011,30(1):108-112