

# 苦荞麦麸皮总黄酮提取工艺及其数学模型研究

王 军, 王 敏\*, 季 璐

(西北农林科技大学食品科学与工程学院, 杨凌 712100)

**摘 要:** 为充分利用荞麦资源, 该文测定了苦荞麦麸皮总黄酮的含量, 对苦荞麦麸皮总黄酮的提取工艺及其数学模型进行了研究。试验结果表明: 苦荞麦麸皮总黄酮的含量为 6.01%; 乙醇提取法最佳工艺条件为乙醇浓度 80%, 提取温度 80℃, 料液比 1:50, 提取时间 2.5 h, 该工艺条件下总黄酮提取率达 94.01%; 建立了以总黄酮提取率为目标值, 以各提取工艺参数为因子的二次多项式模型, 经验证计算值与试验值拟合良好。

**关键词:** 苦荞麦麸皮; 总黄酮; 提取工艺; 数学模型

**中图分类号:** S38

**文献标识码:** B

**文章编号:** 1002-6819(2006)07-0223-03

王 军, 王 敏, 季 璐. 苦荞麦麸皮总黄酮提取工艺及其数学模型研究[J]. 农业工程学报, 2006, 22(7): 223-225.

Wang Jun, Wang Min, Ji Lu. Optimum technology for extracting flavonoids from tartary buckwheat bran and its mathematical model[J].

Transactions of the CSAE, 2006, 22(7): 223-225. (in Chinese with English abstract)

## 0 引言

荞麦为蓼科双子叶药食兼用植物, 主要栽培种有鞑靼荞麦 (*Fagopyrum tataricum* L. Gaerth), 也称为苦荞 (Tartary buckwheat), 和普通荞麦 (*Fagopyrum esculentum* Moench), 也称为甜荞 (buckwheat)<sup>[1]</sup>。荞麦不仅营养丰富<sup>[2-4]</sup>, 还含有大量的黄酮类化合物 (flavonoids)<sup>[5,6]</sup>。现代医学研究表明荞麦具有抗氧化、降血糖、降血脂、抗肿瘤等多种药理活性, 而发挥这些药理活性的物质主要是荞麦中所含有的黄酮类化合物, 其中苦荞黄酮类化合物含量大大高于甜荞<sup>[7-9]</sup>, 从苦荞麦中提取黄酮类化合物作为保健食品或药品的原料具有较好的前景。

目前有关苦荞麦中黄酮类化合物提取的研究多以苦荞麦籽粒和苦荞麦壳为原料<sup>[10,11]</sup>, 关于苦荞麦麸皮中黄酮的提取的研究不多见。研究表明苦荞麦麸皮中总黄酮含量可达 6%~7%<sup>[11]</sup>, 中国苦荞常年种植面积约 30×10<sup>4</sup> hm<sup>2</sup>, 总产约 30×10<sup>4</sup> t<sup>[12]</sup>, 在苦荞麦制粉过程中, 麸皮的产率约为 24.4%<sup>[4]</sup>。苦荞麦麸皮作为苦荞加工的副产品, 一般作为饲料使用, 或被丢弃, 若能从中提取黄酮类化合物, 则可以使其增值, 提高经济效益。因此本文以苦荞麦麸皮为原料, 研究苦荞麦麸皮总黄酮 (total flavonoids in tartary buckwheat bran, TFTBB) 的提取工艺, 并建立该工艺的数学模型, 以期对荞麦资源的充分开发利用提供指导。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料与仪器

苦荞麦麸皮, 2004 年 6 月购于西昌 (品种: 川荞 1 号); 芦丁 (生化试剂, 含量 ≥95.0%, 国药集团化学试剂有限公司), 甲醇、乙醇、丙酮、Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·NaOH、NaNO<sub>2</sub> 均为市售分析纯试剂; 电子恒温水浴锅 (HH 型, 北京化玻联联医疗器械有限公司), 723 可见分光光度计 (上海光谱仪器有限公司), 电子天平 (上海奥豪斯

公司), 干燥箱 (101-3 型, 上海市实验仪器厂)。

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 芦丁浓度与吸光度标准曲线制作

将芦丁于 120℃ 烘箱中烘至恒重, 于干燥器中冷却后称取 0.0615 g 用 70% 乙醇溶解, 定容至 250 mL, 得浓度为 0.246 mg/mL 芦丁标准液。准确吸取芦丁标准液 0, 3, 0, 6, 0, 9, 0, 12, 0, 15, 0 mL 于 50 mL 容量瓶中, 加入 5% NaNO<sub>2</sub> 溶液 1.5 mL, 摇匀, 放置 6 min 后加入 10% Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 溶液 1.5 mL, 摇匀, 放置 6 min 后加入 4% NaOH 溶液 20 mL, 用 70% 乙醇定容, 摇匀, 10 min 后用 1 cm 比色皿于 510 nm 测定吸光度 A, 得芦丁浓度 Y (mg/mL) 与吸光度 A 的回归方程:

$$Y = 0.0925A - 0.0004 \quad (R^2 = 0.9993)$$

#### 1.2.2 TFTBB 平均含量的测定

分 3 次分别准确称取 2.0 g 苦荞麦麸皮, 用滤纸包住并用棉线捆好, 置于索氏提取器中, 用 100 mL 甲醇提取, 80℃ 水浴加热回流, 当索氏提取器中的溶液由黄色接近无色时, 取出滤纸包, 提取液用 70% 乙醇定容至 100 mL, 作为待测液, 取 1 mL 待测液至 50 mL 容量瓶中, 按照测定芦丁标准液吸光度的步骤测定吸光度 A, 计算 TFTBB 含量, 重复 3 次, 结果取平均值。TFTBB 平均含量按下列公式计算:

$$\text{TFTBB 平均含量}(\%) = \frac{Y \times 100 \times 50 \times 100}{1 \times W \times 1000}$$

式中 Y——根据回归方程计算得到的芦丁浓度, mg/mL; 100, 50——稀释倍数; 1——待测液体积 1 mL; W——麸皮质量, g。

#### 1.2.3 TFTBB 的提取及测定

准确称取 2.0 g 苦荞麦麸皮置于磨口三颈烧瓶中, 按照要求加入一定量的提取剂, 在一定温度下回流提取一定时间, 抽滤, 滤液用 70% 乙醇定容至 100 mL, 作为待测液, 取 1.5 mL 待测液于 50 mL 容量瓶中, 按照测定芦丁标准液吸光度的步骤测定吸光度 A。TFTBB 提取率按下列公式计算:

$$\text{TFTBB 提取率}(\%) = \frac{Y \times 100 \times 50 \times 100 \times 100}{1.5 \times W \times 1000 \times T}$$

式中 T——TFTBB 平均含量, %; 1.5——待测液体积, mL。

#### 1.2.4 统计分析

二次多项式回归分析和方差分析由 SAS (Statistical Analysis System) 8.0 软件完成。

## 2 结果与分析

### 2.1 TFTBB 平均含量的测定结果

收稿日期: 2005-08-01 修订日期: 2006-04-25

基金项目: 科技部攻关计划重大项目 (2003BA901A19); 西安市 2003 年农业科技攻关计划项目 (NG200317); 西北农林科技大学人才基金及 2005 年校科研基金

作者简介: 王 军 (1978-), 男, 研究方向为食品营养与安全。杨凌西北农林科技大学食品科学与工程学院, 712100。

Email: wangjun780301@21cn.com

\*通讯作者: 王 敏 (1967-), 女, 副教授, 博士, 主要从事食品营养与功能食品研究。杨凌西北农林科技大学食品科学与工程学院, 712100。Email: hheather@etang.com

按照 1.2.2 的测定方法测得 TFTBB 平均含量为 6.01%。本结果作为 TFTBB 的实际“真实”含量,作为以下计算提取率的依据。

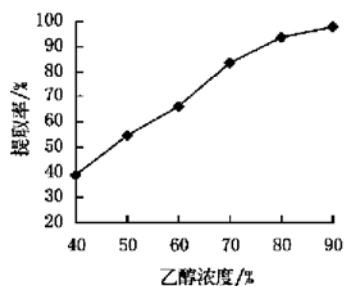
## 2.2 单因素试验

### 2.2.1 提取剂的确定

分别用沸水、碱性水溶液(pH 9.0, 80℃)、70%乙醇溶液(80℃)、70%甲醇溶液(80℃)、70%丙酮溶液(80℃)作提取剂按照 1.2.3 的方法回流提取 2 h,料液比为 1:50, TFTBB 的提取率分别为 10.24%、17.04%、85.25%、86.38%、87.52%。蒸馏水、碱性水溶液提取率较低;乙醇、甲醇、丙酮的提取效果差别不大,从实际应用考虑,选用乙醇为溶剂较适宜。

### 2.2.2 乙醇浓度对提取率的影响

根据图 1 可知,随乙醇浓度的增加, TFTBB 提取率呈上升趋势。乙醇浓度的提高增加了提取剂对物料的渗透能力,也提高了黄酮类化合物的溶解度,但同时也会增加杂质的溶出。试验中发现,当乙醇浓度超过 80% 时,提取液颜色明显加深,说明各种杂质的溶出也增多,这会给后续的精制处理带来较大的困难,因此确定乙醇浓度在 80% 左右为宜。



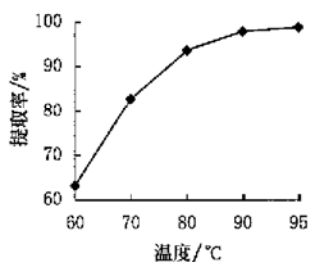
其他条件:温度 80℃, 时间 2 h, 料液比 1:50

图 1 乙醇浓度对 TFTBB 提取率的影响

Fig. 1 Effects of ethanol concentration on the extraction rate of total flavonoids

### 2.2.3 温度对提取率的影响

试验结果见图 2, 在试验中发现 100℃ 时, 提取液沸腾剧烈, 故将温度降为 95℃。随着提取温度的升高, TFTBB 提取率也随之增加。黄酮类化合物在乙醇中的溶解度随温度的升高而增加, 同时由于温度升高, 扩散系数增大, 提取剂的渗透能力也相应增强, 使有效成分浸出速率增大。但当提取温度超过 80℃ 后, 提取率不再有明显增加, 这是由于黄酮类化合物在较高温度下会发生氧化分解等反应而遭到破坏。综合考虑, 提取温度以 80℃ 为宜。



其他条件: 80% 乙醇, 时间 2 h, 料液比 1:50

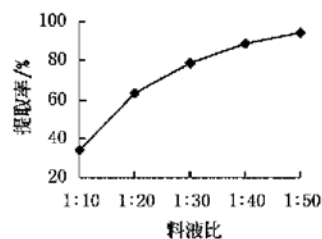
图 2 温度对 TFTBB 提取率的影响

Fig. 2 Effects of temperature on the extraction rate of total flavonoids

### 2.2.4 料液比对提取率的影响

据图 3 可知, 随着溶剂量的增加, TFTBB 提取率逐渐增加。

溶剂量的增加提高了物料体系与提取剂体系间黄酮类化合物的浓度差, 并减少了物料中有效成分的残留量, 从而提高提取率。当料液比为 1:50 时, 提取率达到 93.70%, 已达到较好的提取效果, 考虑到本试验中只提取一次, 应适当增加溶剂量, 故料液比以 1:50 为宜。



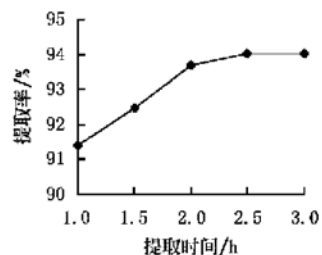
其他条件: 80% 乙醇, 温度 80℃, 时间 2 h

图 3 料液比对 TFTBB 提取率的影响

Fig. 3 Effects of the ratio of material to solvent on the extraction rate of total flavonoids

### 2.2.5 提取时间对提取率的影响

由图 4 可知, TFTBB 提取率随提取时间的增加而提高, 但超过 2 h 后, 提取率上升变得缓慢, 提取时间继续增加对提取效果影响不大, 因此可将提取时间确定在 2~2.5 h。



其他条件: 80% 乙醇, 温度 80℃, 料液比 1:50

图 4 提取时间对 TFTBB 提取效果的影响

Fig. 4 Effects of extracting time on the extraction rate of total flavonoids

## 2.3 正交试验及数学模型的建立

### 2.3.1 正交试验

试验结果及方差分析见表 1 和表 2。可以看出: 各因素的影响顺序为 B > A > C > D, 且提取温度具有显著性 ( $P < 0.05$ )。提取 TFTBB 的最佳工艺条件为  $A_3B_2C_1D_3$ , 即乙醇浓度 80%, 温度 80℃, 料液比 1:50, 提取时间 2.5 h。验证试验结果表明: 该工艺条件下 TFTBB 提取率可达 94.01%。

### 2.3.2 建立 TFTBB 提取工艺的数学模型

通过统计分析建立了一个以 TFTBB 提取率  $Y$  为目标值, 以乙醇浓度、温度、料液比和提取时间为因子 ( $X_1, X_2, X_3, X_4$ ) 的二次多项式模型, 并对其进行了优化, 表达如下:

$$Y = 0.3754 - 0.1014X_1 + 0.6003X_2 - 0.0195X_3 + 0.0307X_1^2 - 0.1436X_2^2$$

在该模型中, 因素  $X_4$  没有出现, 可能是试验次数太少的原因, 或者试验时对  $X_4$  所取的水平不适当, 导致这个变量在该试验区域内对提取率的影响不显著。

对该模型进行方差分析和试验检验的结果分别见表 3 和表 4, 其中相对偏差 = (试验值 - 计算值) / 试验值 × 100%。从表 3 可看出该回归方程具有显著性 ( $P < 0.05$ ), 并且由表 4 可看出计算值与试验值拟合良好, 因此该模型可用于试验结果的预测。

表1  $L_9(4^3)$  正交试验设计及结果

编号	A 乙醇浓度 /%	B 温度 /°C	C 料液比	D 提取时间 /h	提取率 /%
1	1(60)	1(75)	1(1:50)	1(1.5)	75.27
2	1	2(80)	2(1:40)	2(2.0)	87.71
3	1	3(85)	3(1:30)	3(2.5)	75.88
4	2(70)	1	2	3	73.27
5	2	2	3	1	87.40
6	2	3	1	2	75.42
7	3(80)	1	3	2	71.58
8	3	2	1	3	95.85
9	3	3	2	1	84.33
$K_1$	238.86	220.12	246.54	247	
$K_2$	236.09	270.96	245.31	234.71	
$K_3$	251.76	235.63	234.86	245	
$k_1$	79.62	73.37	82.18	81.26	
$k_2$	78.7	90.32	81.77	79.24	
$k_3$	83.92	78.54	78.28	81.34	
$R$	5.22	16.95	3.9	2.1	

表2 正交试验方差分析

变异来源	自由度	离均差 平方和	均方	$F$ 值	$P$ 值 (显著水平)
A	2	39.9734	19.9867	4.67	0.1765
B	2	430.5083	215.2541	50.26	0.0195
C	2	24.6242	12.3121	2.87	0.2581
残差	2	8.5664	4.2832		
总变异	8	503.6722			

表3 数学模型方差分析

变异来源	自由度	离均差 平方和	均方	$F$ 值	$P$ 值 (显著水平)
回归	5	0.0522	0.0104	9.29	0.0480
残差	3	0.0034	0.0011		
总变异	8	0.0556			

表4 数学模型检验结果

序号	1	2	3	4	5
试验值/%	76.01	86.33	76.50	74.01	84.91
计算值/%	74.19	89.19	75.47	71.31	81.70
相对偏差/%	2.39	-3.31	1.35	3.65	3.78

### 3 结 论

1) TFTBB 的含量为 6.01%; 乙醇回流法提取 TFTBB 的最佳工艺条件为: 乙醇浓度 80%, 提取温度 80°C, 料液比 1:50, 提取时间 2.5 h, 该工艺条件下 TFTBB 提取率为 94.01%, 达到了比较好的提取效果。

2) 建立了一个以 TFTBB 提取率为目标值, 以乙醇浓度、温度、料液比和提取时间为因子的数学模型, 经验证, 该模型可以对试验结果进行预测, 拟合良好, 为充分开发利用荞麦资源提供了科学依据。

#### [参 考 文 献]

- [1] 林汝法. 中国荞麦[M]. 北京: 中国农业出版社, 1994.
- [2] 王 敏, 魏益民, 高锦明. 荞麦油中脂肪酸和不皂化物的成分分析[J]. 营养学报, 2004, 26(1): 40-43.
- [3] Kim S L, Kim S K, Park C H. Introduction and nutritional evaluation of buckwheat sprouts as a new vegetable[J]. Food Research International, 2004, 37: 319-327.
- [4] Bonafaccia G, Marocchini M, Kreft I. Composition and technological properties of the flour and bran from common and tartary buckwheat[J]. Food Chemistry, 2003, 80: 9-15.
- [5] Sato H, Sakamura S. Isolation and identification of flavonoids in immature buckwheat seed (*Fagopyrum esculentum* Moench) [J]. Agric Chem Soc Jpn, 1975, 49: 53-55.
- [6] Watanabe M, Ohshita R, Tsushida T. Antioxidant compounds from Buckwheat (*Fagopyrum esculentum* Moench) [J]. Agric Food Chem, 1997, 45: 1039-1044.
- [7] 杨 林, 成国才, 陈立国. 荞麦对大鼠血清脂质过氧化作用影响的实验研究[J]. 中国公共卫生学报, 1992, 11: 288-230.
- [8] Mukoda T, Sun Buxiang, Ishiguro A. Antioxidant activities of buckwheat hull extract toward various oxidative stress in vitro and in vivo [J]. Biol Pharm Bull, 2001, 24(3): 209-213.
- [9] 王 敏. 苦荞调脂功能物质及作用机理研究[D]. 杨凌: 西北农林科技大学, 2005.
- [10] 贾冬英, 耿 磊, 姚 开. 苦荞麦茎及籽壳中黄酮类化合物(芦丁)的提取及其鉴定[J]. 食品科学, 1998, 19(9): 46-47.
- [11] 欧阳平, 张高勇, 康保安. 苦荞麦黄酮类化合物提取的工艺参数优化及数学模型研究[J]. 食品科学, 2005, 26(1): 107-111.
- [12] 林汝法, 周小理, 任贵兴, 等. 中国荞麦的生产与贸易、营养与食品[J]. 食品科学, 2005, 26(1): 259-263.

## Optimum technology for extracting flavonoids from tartary buckwheat bran and its mathematical model

Wang Jun, Wang Min<sup>\*</sup>, Ji Lu

(College of Food Science and Engineering, Northwest Agriculture and Forestry University, Yangling Shaanxi 712100, China)

**Abstract:** In order to utilize efficiently buckwheat resource, the content of total flavonoids in tartary buckwheat bran was determined, and the extraction technology of total flavonoids from the bran and its mathematical model were analyzed. Results show that the content of total flavonoids is 6.01%. The optimum conditions are obtained as follows: the ethanol concentration is 80%, the temperature of extraction is 80°C, the ratio of material to solvent is 1:50 and the time of extraction is 2.5 hours. With the technological conditions, the extraction rate is 94.01%. A mathematical model was established, according to the analysis of variance and the validation experiment. This model can be used to predict the experiment results.

**Key words:** tartary buckwheat bran; total flavonoids; extraction technology; mathematical model