

菊花黄酮的提取及抗氧化活性研究

孔 琪, 吴 春*

(哈尔滨商业大学, 黑龙江 哈尔滨 150076)

目前食品中常用的抗氧化剂有丁基羟基茴香醚(BHA), 二丁基羟基甲苯(BHT), 叔丁基对苯二酚(TBHQ), 没食子酸丙酯(PG)等, 由于毒性和致癌作用等原因, 许多国家已停止或严格限制其使用。寻找和开发天然、无毒的天然抗氧化剂已成为人们关注的焦点。我国植物资源丰富, 许多植物体中都含有天然抗氧化成分。黄酮类化合物是广泛存在于植物体内, 无不良反应, 同时还有显著的清除人体内自由基、抗老化、抗突变、调血脂、降血压等药理保健功能, 是一类极具开发前景的天然有机抗氧化剂^[1]。菊花味甘、性寒, 富含黄酮。黄酮类物质对冠心病、心绞痛、高血压、心血管疾病有很好的疗效^[2]。民间更以饮用菊花水来解暑热。本实验从菊花中提取具有抗氧化作用的黄酮类化合物, 确定了菊花黄酮的最佳提取工艺条件, 并研究了菊花黄酮对食用油脂的抗氧化活性, 以期为该天然抗氧化剂的广泛应用提供依据。

1 实验部分

1.1 材料与仪器: 干杭白菊购于哈尔滨市中药店; 猪油为市售新鲜板油经温火湿法炼制而得; 芦丁对照品由中国医药(集团)上海化学试剂公司提供, 其他试剂为分析纯; 水为去离子水。

TG328B 光电分析天平(上海天平仪器厂); 101—3 型恒温干燥箱(上海仪器厂); RE52—98 旋转蒸发仪(上海亚荣生化仪器厂); HH—S 型恒温振荡水浴锅(江苏医疗仪器厂)。

1.2 实验方法

1.2.1 芦丁标准曲线的绘制: 精确称取减压干燥至恒重的芦丁 24.3 mg 用 30% 乙醇溶液溶解后转移到 100 mL 量瓶内, 加至刻度, 配成 0.243 mg/mL 的对照品溶液。精确吸取溶液 0.0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 分别置于 25 mL 量瓶中。用 30% 乙醇补充至 12.5 mL, 加入 0.56 mL 0.05% NaNO_2 , 摇匀, 放置 5 min 后, 加入 0.56 mL 0.1% $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$,

6 min 后再加入 4 mL 1 mol/L NaOH 溶液, 混匀, 加 30% 乙醇至刻度后静置 10 min, 以溶剂为空白参比, 在 500 nm 波长下分别测定吸光度(A), 由质量浓度(C)-吸光度(A)标准工作曲线拟合得回归方程: $C = 0.1105A + 0.0016$, $r = 0.9981$, 线性范围为 0.0097~0.0486 mg/mL。

1.2.2 菊花黄酮的含量测定: 取菊花提取物适量, 置 100 mL 量瓶中, 加乙醇至刻度。取该溶液 0.8 mL 置于 25 mL 量瓶中, 按照标准曲线的测定方法测定吸光度, 在标准曲线中查找质量浓度, 计算菊花黄酮含量。

1.2.3 油脂抗氧化作用的测定: 采用烘箱储藏法测定。将纯猪油及添加一定量的菊花提取物溶液的猪油置于 65℃ 烘箱, 按照国家标准 GB/55438-85, 每隔一定时间测定并计算其过氧化(POV)值。即精密称取 2~3 g 混匀(必要时滤过)的样品, 置于 250 mL 碘量瓶中, 加入氯仿-冰醋酸(2:3)混合液 30 mL, 使样品完全溶解。加饱和碘化钾溶液 1 mL, 加塞、摇匀, 在暗处放置 3 min, 加水 50 mL, 摇匀后立即用 0.02 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色时, 加 0.50% 淀粉指示剂 1 mL, 继续滴定至蓝色消失为止。同时以空白试剂滴定为参比。

$$\text{POV} = (V_1 - V_2) \times C \times 0.1269/W \times 100\%$$

其中 V_1 和 V_2 分别为样品和空白试剂消耗 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的体积(mL); C 为硫代硫酸钠溶液的浓度(mol/L); W 为样品质量(g); 0.1269 为 1 mg 硫代硫酸钠相当碘的质量数(g)。

2 结果和讨论

2.1 因素与水平: 在材料粉碎度以及所用溶剂一定的条件下, 溶剂乙醇的体积分数、料液比、提取温度、提取时间等因素都会对菊花黄酮的提取率产生影响。本实验在单因素试验的基础上, 对影响菊花黄酮提取效果的主要因素: 乙醇体积分数、料液比、回流时间进行优化组合。因素水平安排见表 1。

2.2 正交试验结果与分析: 以菊花黄酮质量分数为

* 收稿日期: 2004-01-02

基金项目: 哈尔滨市科技局基金资助项目(2002A FXXJ030); 黑龙江省教育厅骨干教师资助项目(1052G058)

作者简介: 孔 琪(1972—), 女(壮族), 广西容县人, 硕士, 讲师, 研究方向为食品与药物化学。Tel: (0451) 88163761

E-mail: Kongqi@hrbcu.edu.cn

表 1 因素水平表

Table 1 Factors and levels

水平	因 素		
	A 乙醇体积分数/%	B 料液比/(g·mL ⁻¹)	C 回流时间/h
1	80	1 15	3
2	60	1 10	2
3	40	1 5	1

考察指标,对乙醇体积分数、料液比和回流时间进行的 $L_9(3^4)$ 正交试验结果见表 2。可见,醇提法从菊花中提取黄酮化合物的最佳条件为 $A_2B_3C_2$,即按 1 5 (g/mL)的料液比,用 60% 乙醇回流 2 h。各因素对提取工艺影响的大小依次为:料液比>乙醇体积分数>回流时间。采用该最佳提取工艺提取菊花黄酮,测得吸光值为 1.216,总黄酮质量分数为 8.50%。

表 2 $L_9(3^4)$ 试验方案及结果Table 2 Design and result of $L_9(3^4)$ orthogonal test

试验号	A	B	C	黄酮质量分数/%
1	1	1	3	6.43
2	2	1	1	6.27
3	3	1	2	6.14
4	1	2	2	6.03
5	2	2	3	6.63
6	3	2	1	7.83
7	1	3	1	6.92
8	2	3	2	8.50
9	3	3	3	5.72
K_1	19.38	18.84	20.57	
K_2	21.40	20.04	20.67	
K_3	19.24	21.14	18.78	
k_1	6.46	6.28	6.86	
k_2	7.13	6.68	6.89	
k_3	6.41	7.05	6.26	
R	0.72	0.77	0.63	

2.3 菊花黄酮对猪油的抗氧化活性:将纯猪油及添加 0.10%、0.20%、0.40% 菊花黄酮提取液的猪油样品置于 65 恒温烘箱中,间隔一定时间测定,计算其 POV 值,结果见表 3。可见,菊花黄酮对猪油的氧化具有明显的抑制作用,且随着质量分数的增大其抗氧化能力增强。黄酮类化合物具有多酚结构,能够提供活泼的氢质子,与油脂氧化产生的自由基结合成较稳定的产物,从而阻断油脂的自动氧化过程。

表 3 菊花黄酮对猪油的抗氧化作用

Table 3 Antioxygenic activity of chrysanthemum flavonoid for lard

试 样	POV /%					
	0 d	2 d	4 d	6 d	8 d	10 d
空白猪油	0.080	0.091	0.126	0.178	0.602	3.975
0.10% 菊花提取物	0.080	0.089	0.097	0.126	0.191	0.515
0.20% 菊花提取物	0.080	0.086	0.090	0.120	0.148	0.250
0.40% 菊花提取物	0.080	0.085	0.089	0.118	0.145	0.214

菊花黄酮资源丰富,安全性高,提取工艺简单,而且具有一定的药理作用。本实验所提取的菊花黄酮为粗品,若经纯化其抗氧化性能必定更强。研究和开发菊花资源,使其成为合成抗氧化剂的替代品是很有意义的。

References:

- [1] Zhu Z F, Zhu S M, Shen X H. Studies on the extraction method of flavones antioxidant from fruiter leaf and antioxidant properties [J]. *China West Cereals Oils Technol* (西部粮油科技), 2002 (4): 48-50.
- [2] Fang G Z, Wang H J, Sun X Y. Extraction technology of total flavonoids in *Agrimonia pilosa* [J]. *Chem Ind Forest Prod* (林产化学与工业), 2002 (3): 62-64.

青叶胆滴丸的成型工艺研究

王 莘,王 雷*

(天津市长征医院,天津 300021)

青叶胆可用于护肝降脂,同时对人体的免疫系统及变态反应还具有一定的影响,有类似于肾上腺皮质激素类药物的药理作用。本院医师在临床治疗中发现,对患有瘙痒、荨麻疹及湿疹等变态反应性皮肤病的患者,使用其片剂治疗时可以达到一定的疗效,且无一般抗组胺药物的不良反应。但片剂溶出度

低,影响其临床效果。以聚乙二醇为载体制成滴丸,其体外溶出速度显著高于片剂,溶出量为片剂的 4 倍,具有溶解快、吸收好、生物利用度高等优点。因此,本实验对青叶胆滴丸的成型工艺进行了考察。

1 仪器与试药

ZB—1C 智能崩解仪(天津大学精密仪器厂),

* 收稿日期: 2004-02-03

作者简介: 王 莘(1963—),女,主管药师,执业药师,1985 年毕业于天津医科大学,主要从事药物制剂的研究。 Tel: (022)27533126