

文章编号:1673-1689(2007)06-0009-04

芥菜中硫代葡萄糖苷提取工艺条件的优化

涂宗财¹, 郭逍遥¹, 刘成梅¹, 任伟¹, 李金林¹, 张博¹, 刘磊²

(1. 南昌大学食品科学教育部重点实验室, 江西南昌 330047; 2. 江西博捷科技发展有限公司, 江西南昌 330029)

摘要:研究了从芥菜中提取硫代葡萄糖苷的最佳工艺条件。选用提取温度、提取时间、料液比(g/mL)及粒度大小作为研究因素,以提取液中硫代葡萄糖苷的含量为考察指标,通过L₉(3⁴)正交试验,得到从芥菜中提取硫代葡萄糖苷最佳工艺条件为:提取温度80℃、提取时间20min、料液比(g/mL)1:7、原料粒度20目。

关键词:芥菜; 硫代葡萄糖苷; 提取

中图分类号:TS 201.2

文献标识码:A

The Extraction Conditions of Glucosinolates from Leaf Mustard

TU Zong-cai¹, GUO Xiao-yao¹, LIU Cheng-mei¹, REN Wei¹, LI Jin-lin¹, ZHANG Bo¹, LIU Lei²

(1. Key Laboratory of Food Science, Ministry of Education, Nanchang University, Nanchang 330047, China; 2. Jiangxi Bo Jie Science and Technology Development Limited Company, Nanchang 330029, China)

Abstract: In order to further increasing the extracted glucosinolates concentration from Leaf Mustard, the optimum conditions, such as the extraction temperature, time, ethanol concentration, and granularity were careful investigated by L₉(3⁴) orthogonal design, and the optimum conditions listed as fellows: temperature 80℃, time 20min, the ratio of material to ethanol 7, and the granularity 20.

Key words: Leaf Mustard; glucosinolates; extraction

硫代葡萄糖苷(glucosinolates GS,以下简称硫苷)是十字花科蔬菜中的一种重要的次生代谢产物,其结构见图1。由于侧链R基团的不同,可以把硫苷分为脂肪族、芳香族和吲哚族3大类。目前已发现的硫苷约有120多种^[1]。在植物体中,硫苷和内源芥子酶同时存在于不同的部位。完整的硫苷并不具有生理活性^[2],但是当其被食用或机械破碎

时,硫苷在内源芥子酶的作用下容易水解产生异硫氰酸酯、硫氰酸酯、唑烷硫酮和腈类等不同化合物,这些降解产物不仅具有较强的抗菌作用,而且它通过诱导泛醌还原酶的活性成为致癌物质的阻断剂^[3]。鉴于硫苷及其降解产物的抗肿瘤活性,近年来研究者对硫苷的提取研究产生了极大兴趣。作者采用溶剂提取法提取十字花科芸薹属草本植物

收稿日期:2007-03-21.

基金项目:国家科技型中小企业创新基金项目(06C26213601319).

作者简介:涂宗财(1965-),男,江西靖安人,工学博士,教授,博导,主要从事食品科学方面的研究.

Email: miaomiao_sh@163.com

叶生芥菜中的硫苷,选用提取温度、提取时间、料液比(g/mL)及粒度大小作为研究因素,通过 $L_9(3^4)$ 正交试验,对芥菜中硫苷提取工艺进行了优化。

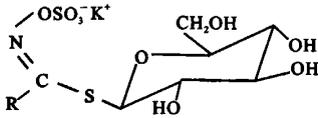


图1 硫苷的结构

Fig. 1 Structure of glucosinolates

1 材料与仪器

1.1 材料

芥菜为十字花科芸薹属草本植物叶生芥菜,购自江西南昌。

1.2 主要仪器

旋转蒸发器:上海荣生有限公司制造;BS323S型电子天平:北京赛多利斯仪器系统有限公司制造;马弗炉:上海洪纪仪器设备有限公司制造;HH-4型数显恒温水浴锅:国华电器有限公司制造;TDL-5-A型离心沉淀机:上海飞鸽系列离心机厂制造。

1.3 主要试剂

无水乙醇,分析纯;0.4 mol/L $Ba(CH_3CO_2)_2$; 4 mol/L $BaCl_2$ 。

2 实验方法

2.1 原料的预处理

新鲜芥菜清洗干净后,放入60℃烘箱中恒温烘干,粉碎过筛后置于密封袋中备用。

2.2 硫苷的提取

准确称取5g粒度大小为10~40目预处理后的芥菜于250 mL的锥形瓶中,缓缓加入20~60 mL煮沸无水乙醇(分析纯),在50~90℃恒温水浴加热10~30 min,抽滤收集一次提取液,残留物经体积积80%的乙醇在相同的条件下提取两次,混合两次滤液。按照提取液体积的1/10加入0.4 mol/L醋酸钡,搅拌均匀静置30 min以沉降蛋白质,8000 r/min离心10 min,收集上清液,旋转蒸发浓缩至10 mL,经0.22 μm滤膜过滤后检测分析。

2.3 正交试验方法

选用提取温度、提取时间、料液比(g/mL)及粒度大小作为研究因素,以提取液中硫苷的含量为考察指标,通过 $L_9(3^4)$ 正交试验,筛选芥菜硫代葡萄糖苷的提取工艺条件。

2.4 硫苷总量的测定

选用硫酸根离子沉淀法测定芥菜提取液中硫苷总量^[4-5]。

3 结果与讨论

3.1 提取条件的选择

3.1.1 提取温度的选择 准确称取5g 20目预处理后的芥菜于250 mL的锥形瓶中,以料液比(g/mL)1:7分别于50、60、70、80、90℃提取20 min。测其硫苷提取量,重复2次,结果见图2。

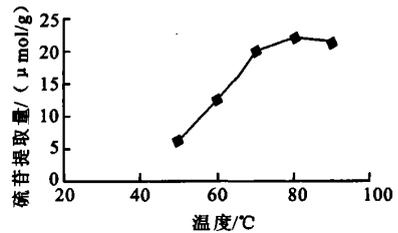


图2 温度对硫苷提取量的影响

Fig. 2 The effect of temperature on the extraction quantity of glucosinolates

由图2可以看出,在低于80℃的条件下,硫苷的提取量受温度的影响较大,而在高于80℃的条件下硫苷的提取量受温度的影响不大,可见80℃硫苷的提取量最大,达到22.146 μmol/g。而高于80℃可能导致了部分硫苷的分解,硫苷提取量略有下降。

3.1.2 提取时间的选择 相同条件下,分别在80℃加热10、15、20、25、30 min进行硫苷提取。测其硫苷提取量,试验重复2次,结果见图3。

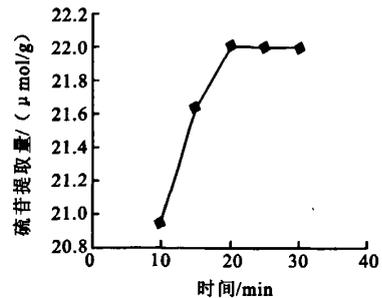


图3 时间对硫苷提取量的影响

Fig. 3 The effect of time on the extraction quantity of glucosinolates

由图3可以看出,在10~20 min之间,提取时间对硫苷提取量的影响较大,20 min时硫苷提取量

最大,达到 22.009 $\mu\text{mol/g}$,20 min 以后继续加热,硫苷的提取量变化不大,趋于恒值。这表明,当提取时间小于 20 min 时,硫苷不能及时溶出,所以随着时间的延长提取量不断地增加;超过 20 min 后,硫苷和提取溶剂已经达到了平衡,这时候提取量就不会随着时间的延长而增加了。

3.1.3 料液比(g/mL)的选择 相同条件下,分别以 1:3、1:5、1:7、1:9 不同的料液比(g/mL)加热提取 20 min。测其硫苷提取量,试验重复 2 次,结果见图 4。

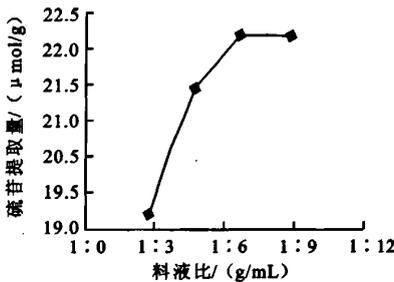


图 4 料液比对硫苷提取量的影响

Fig. 4 The effect of ethanol multiple on the extraction quantity of glucosinolates

由图 4 可以看出,料液比(g/mL)为 1:7 时,硫苷的提取量达到最大,为 22.145 $\mu\text{mol/g}$,随着提取溶剂的增加,原料中硫苷的提取量变化不明显。这表明料液比(g/mL)低于 1:7 时,硫苷不能充分溶出,这时硫苷提取量随着料液比的增大而增加,当料液比(g/mL)达到 1:7 的时候,芥菜中硫苷接近完全溶出,所以硫苷提取量不会随着料液比的增大而明显变化。

3.1.4 粒度大小的选择 相同条件下,分别选取 10 目、20 目、30 目、40 目不同粒度大小的预处理后的芥菜,以料液比(g/mL)为 1:7 进行加热提取,测硫苷提取量,试验重复 2 次,结果见图 5。

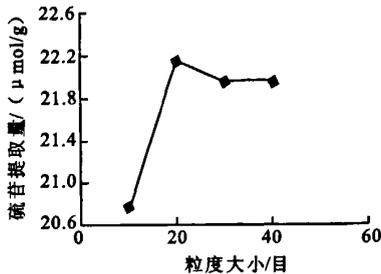


图 5 粒度大小对硫苷提取量的影响

Fig. 5 The effect of granularity on the extraction quantity of glucosinolates

由图 5 可以看出,预处理后的芥菜粒度大小为 20 目时提取量达到最大,为 22.146 $\mu\text{mol/g}$ 。这表明对原料进行粉碎处理程度过大可能导致样品中暂时处于失活状态的黑芥子酶恢复活性,进而破坏样品中的硫苷,所以硫苷提取量稍有下降。

3.2 正交试验设计

根据单因素试验结果,选用提取温度、提取时间、料液比(g/mL)及粒度大小作为考察因素,以提取液中硫代葡萄糖苷的含量为考察指标,选用 $L_9(3^4)$ 正交试验,因素水平见表 1。

表 1 正交试验设计

Tab. 1 The orthogonal design

水平	A 提取温度/ °C	B 提取时间/ min	C 提取料液比/ (g/mL)	D 粒度大小/ 目
1	70	15	1:5	10
2	80	20	1:7	20
3	90	25	1:9	30

对芥菜中硫苷提取的 $L_9(3^4)$ 正交试验方案和结果进行极差分析,结果见表 2。

表 2 实验数据处理表

Tab. 2 The results of the orthoynonal design

项目	A	B	C	D	硫苷 总含量/ ($\mu\text{mol/g}$)
实验 1	1	1	1	1	17.725
实验 2	1	2	2	2	21.023
实验 3	1	3	3	3	19.809
实验 4	2	1	2	3	20.002
实验 5	2	2	3	1	22.124
实验 6	2	3	1	2	21.012
实验 7	3	1	3	2	20.525
实验 8	3	2	1	3	19.873
实验 9	3	3	2	1	21.993
均值 1	19.519	19.417	19.537	20.614	
均值 2	21.046	21.007	21.006	20.853	
均值 3	20.797	20.938	20.819	19.895	
极差	1.527	1.590	1.469	0.958	

从结果可以看出 $B > A > C > D$,提取时间为主要因素,提取温度次之,粒度大小的影响最小。根据正交试验结果确定最佳的提取工艺条件为 $B_2A_2C_2D_2$,即提取时间 20 min,提取温度 80 °C,原料料

液比(g/mL)为1:7,粒度大小为20目。经验正实验,在最佳提取工艺条件下从芥菜中提取硫苷的总量为22.146 $\mu\text{mol/g}$ 。

4 结 语

通过单因素和正交试验进行芥菜中硫苷的提

取工艺优化,得到的最佳提取工艺条件为:提取时间20 min、提取温度80 $^{\circ}\text{C}$ 、原料料液比为(g/mL)1:7、粒度大小为20目,芥菜中硫苷的提取量为22.146 $\mu\text{mol/g}$ 。

参考文献(References):

- [1] Troyer J K, Stephenson K K, Fahey J W. Analysis of glucosinolates from broccoli and other cruciferous vegetables by hydrophilic interaction liquid chromatography[J]. *Journal of Chromatography A*, 2001, 919: 299-304.
- [2] 修丽丽, 钮昆亮. 十字花科植物中的硫代葡萄糖苷及其降解产物[J]. 浙江科技学院学报, 2004, 16(3): 187-189.
XIU Li-Li, NIU Kun-Liang. Glucosinolates and its degraded products in cruciferous plants [J]. *Journal of Zhejiang University of Science and Technology*, 2004, 16(3): 187-189. (in Chinese)
- [3] 袁丽风, 郭伟强, 王志刚. 液相色谱-质谱联用分离、鉴定硫代葡萄糖苷[J]. 浙江大学学报, 2004, 31(2): 180-183.
YUAN Li-feng, GUO Wei-qiang, WANG Zhi-gang. Determination of glucosinolates by liquid chromatography-mass spectrometry[J]. *Journal of Zhejiang University*, 2004, 31(2): 180-183. (in Chinese)
- [4] 褚庆华, 邬宏. 测定油菜籽及饼粕中硫代葡萄糖苷的现状[J]. 检验检疫科学, 2000, 10(2): 58-61.
CHU Qing-hua, WU Hong. The current status for determination of glucosinolates in the rapeseed or rape cake[J]. *Inspection and Quarantine Science*, 2000, 10(2): 58-61. (in Chinese)
- [5] 褚庆华, 倪昕路. 油菜籽及其饼粕中硫代葡萄糖苷总量快速测定方法的研究[J]. 中国粮油学报, 2004, 19(1): 79-83.
CHU Qing-hua, NI Xin-lu. Research on rapid determination method for total glucosinolates in *Canola rapeseed* and Rapeseed meal[J]. *Journal of the Chinese Cereals and Oils Association*, 2004, 19(1): 79-83. (in Chinese)

(责任编辑:李春丽)