

微波辅助提取豆粕中大豆异黄酮

刘中华,赵锦慧,梁少君

(周口师范学院 生命科学系,河南 周口 466000)

摘要:采用微波辅助提取豆粕中大豆异黄酮,通过单因素实验和正交实验研究了微波火力、乙醇浓度、料液比、微波时间对大豆异黄酮提取率的影响。结果表明,在试验条件范围内各因素对大豆异黄酮提取率的影响主次顺序为:微波火力>乙醇浓度>料液比>微波时间。微波辅助提取大豆异黄酮的最佳条件为:料液比1:20(g:mL),微波火力中高火,微波时间3 min,乙醇浓度50%。在此条件下,大豆异黄酮的提取率可达到1.2432%。

关键词:豆粕;大豆异黄酮;微波辅助提取

中图分类号:TS218.1

文献标识码:A

文章编号:1000-9841(2012)06-0993-03

Microwave-assisted Extraction of Soybean Isoflavone from Soybean Meal

LIU Zhong-hua, ZHAO Jin-hui, LIANG Shao-jun

(Department of Life Science, Zhoukou Normal University, Zhoukou 466000, Henan, China)

Abstract: The soybean isoflavone in soybean meal was extracted by microwave-assisted method. The influencing factors was optimized by single factor and orthogonal experiments. The effects of tested factors on the extracting ratio of soybean isoflavone in the descending order was microwave power, concentration of ethanol, ratio of solid to liquid and microwave time. The optimum extracting conditions were treated under mid-high microwave power for 3 min with the solid to liquid ratio of 1:20(g:mL) and ethanol concentration of 50%, under which the extracting ratio of soybean isoflavone could reach 1.2432%.

Key words: Soybean meal; Soybean isoflavone; Microwave-assisted extraction

豆粕为大豆油提取后的副产品,一般作为饲料使用,价格低廉。但豆粕中富含蛋白质、赖氨酸、色氨酸、蛋氨酸以及大豆异黄酮等成分。大豆异黄酮具有类雌激素活性,能预防和抑制妇女更年期综合征等多种疾病的发生^[1-3],还具有调节血脂、抗氧化和提高机体免疫力等功效^[4-5]。

提取大豆异黄酮的传统方法是单纯有机溶剂提取法,存在提取温度高、时间长、提取率低、成本高等缺点。本文利用微波的高能作用^[6],采用微波辅助提取脱脂豆粕中的大豆异黄酮,以缩短提取时间,提高异黄酮的溶出率,为大豆异黄酮的提取提供一种节能高效的方法,也为其工业化生产提供一定的理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

豆粕(市售);葛根素标准品、无水乙醇、石油醚,均为分析纯。

1.2 主要仪器设备

D8023TC-K4C型微波炉,DHG-9420A型电热恒温干燥箱,HH-S4型恒温水浴锅,LC-3018型低速离心机,AE1008018型UV-5100紫外分光光度计,

PL601-L型电子天平。

1.3 方法

1.3.1 大豆异黄酮的提取 豆粕粉碎过40目筛,按料液比1:2(g:mL)加入石油醚,50℃脱脂3 h,干燥后备用^[7]。取一定量豆粕,按比例加乙醇,微波处理后于70℃恒温水浴40 min,离心去渣得样品提取液。

1.3.2 标准曲线的绘制 称取葛根素标准品5.0 mg,以无水乙醇溶解定容至50 mL。分别精密吸取0.1、0.2、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 mL标准溶液于10 mL容量瓶中,用无水乙醇定容至刻度,以无水乙醇为空白,于250 nm波长处测吸光度,以吸光度(A)对质量浓度(C)进行回归,得回归方程 $A = 0.062C + 0.0068$ ($R^2 = 0.9979$)。

1.3.3 样品的测定 准确吸取样品提取液0.3 mL于10 mL容量瓶中,用无水乙醇定容,250 nm波长处测定吸光度值。根据标准曲线计算样品中大豆异黄酮的含量。

1.3.4 大豆异黄酮提取率的计算 大豆异黄酮提取率/% = 大豆异黄酮含量(g)/样品干重(g) × 100

1.3.5 大豆异黄酮提取工艺的优化 分别进行单因素实验,对比不同乙醇浓度、料液比、微波火力、

收稿日期:2012-09-11

基金项目:河南省教育厅自然科学基金研究计划项目(2010B180032)。

第一作者简介:刘中华(1982-),女,硕士,讲师,主要从事食品与发酵工程的教学与研究工作。E-mail:lzh_hzl@163.com。

微波时间对大豆异黄酮提取率的影响;在单因素实验的基础上采用正交实验对豆粕中的大豆异黄酮提取条件进行优化。

1.4 数据分析

采用 Excel 2007 进行数据分析。

2 结果与分析

2.1 大豆异黄酮提取率影响的单因素试验

2.1.1 乙醇浓度 分别以不同浓度的乙醇为提取剂,料液比1:20,在微波火力为中火的条件下微波提取3 min,重复3次。由图1可知,大豆异黄酮的提取率随乙醇浓度的增加呈先增加后降低的趋势,乙醇浓度为50%时提取率达最大值。原因可能是,当乙醇浓度过高时,提取液的极性发生变化,不利于异黄酮的溶出。因此最佳乙醇浓度为50%。

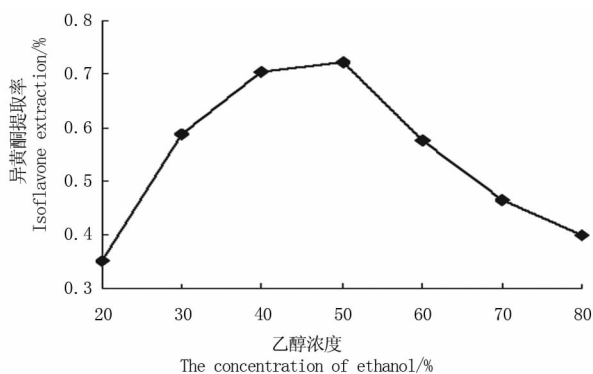


图1 乙醇浓度对大豆异黄酮提取率的影响

Fig.1 Effect of the concentration of ethanol on the extraction of soybean

2.1.2 料液比 采用60%乙醇为提取溶剂,分别加入10、15、20、25、30、35倍体积的溶剂,在微波火力为中火的条件下微波提取3 min,重复3次。由图2可知,随着溶剂用量的增加,大豆异黄酮提取率呈缓慢增加的趋势,在1:20(g:mL)时达到最大值,当溶剂用量再增加时提取率降低。因此最佳料液比为1:20(g:mL)。

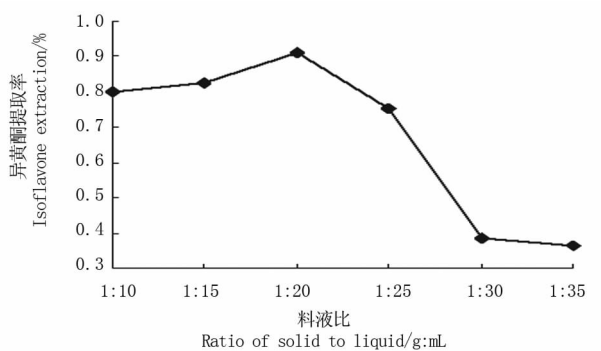


图2 料液比对大豆异黄酮提取率的影响

Fig.2 Effect of ratio of solid to liquid on the extraction of soybean isoflavone

2.1.3 微波火力 采用60%乙醇为提取溶剂,分别设置低火、解冻、中火、中高火、高火,在料液比1:20条件下微波提取大豆异黄酮3 min,重复3次。由图3可知,随着微波火力的增加,大豆异黄酮提取率呈增加的趋势,当微波火力为中高火时,大豆异黄酮提取率已达最大值,当微波火力再增加时,没有明显的变化,因此最佳微波火力为中高火。

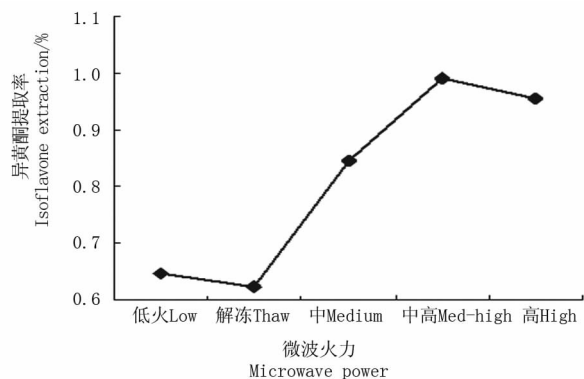


图3 微波火力对大豆异黄酮提取率的影响

Fig.3 Effect of microwave power on the extraction of soybean isoflavone

2.1.4 微波时间 采用60%乙醇为提取溶剂,料液比为1:20,在中火条件下分别处理1、2、3、4、5 min提取大豆异黄酮,重复3次。由图4可知,随着微波处理时间的延长,大豆异黄酮提取率不断增加,到3 min时达到最大。3 min后,提取率下降,这可能是由于微波处理时间过长使活性物质变性所致。因此最佳微波提取时间为3 min。

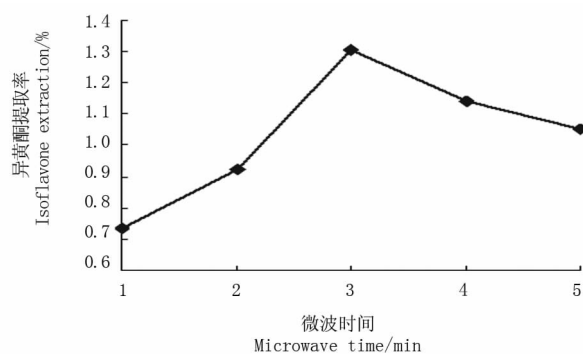


图4 微波时间对大豆异黄酮提取率的影响

Fig.4 Effect of microwave time on the extraction of soybean isoflavone

2.2 正交实验确定最佳提取条件

2.2.1 正交实验设计 根据提取大豆异黄酮的单因素实验结果,利用 $L_9(3^4)$ 正交实验设计方案(表1)以优化大豆异黄酮的最佳提取参数。

2.2.2 正交实验结果 由表2可知,影响大豆异黄酮提取率的因素主次顺序是微波火力>乙醇浓度>料液比>微波时间,优化组合为 $A_3B_2C_1D_3$,即大豆异黄酮的最佳提取条件为:乙醇浓度50%,微波火力中高

火,料液比 1:20,微波提取时间 3 min。为验证所优化的最佳条件下,进行验证性实验,得出大豆异黄酮提取率为 1.2432%,结果表明该工艺稳定可行。

表 1 正交实验因素水平表
Table 1 Factors and levels of orthogonal test

水平 Levels	因素 Factors			
	A	B	C	D
	微波火力 Microwave power	料液比 Ratio of solid to liquid/g : mL	乙醇浓度 Concentration of ethanol/%	微波时间 Microwave time/min
1	中 Medium	1:15	40	2
2	中高 Med-high	1:20	50	3
3	高 High	1:25	60	4

表 2 L₉(3⁴) 正交试验结果
Table 2 Results of orthogonal test

试验号 Experiment number	因素 Factors				大豆异黄酮提取率 Soybean isoflavone extraction rate/%
	A	B	C	D	
	微波火力 Microwave power	料液比 Ratio of solid to liquid	乙醇浓度 Concentration of ethanol/%	微波时间 Microwave time/ min	
1	1	1	1	1	0.4899
2	1	2	2	2	0.4883
3	1	3	3	3	0.6535
4	2	1	2	3	0.5001
5	2	2	3	1	0.4821
6	2	3	1	2	0.7988
7	3	1	3	2	0.9866
8	3	2	1	3	1.2285
9	3	3	2	1	0.6855
k ₁	0.5439	0.6589	0.8391	0.5525	
k ₂	0.5936	0.7330	0.5580	0.7579	
k ₃	0.9668	0.7126	0.7074	0.7940	
R	0.4229	0.0738	0.1317	0.0361	

3 结 论

以豆粕为原料,采用微波辅助法对大豆异黄酮进行提取,通过单因素实验和正交试验得出:(1)在试验范围内,各因素对大豆异黄酮提取的影响主次顺序为:微波火力>乙醇浓度>料液比>微波时间;(2)微波提取大豆异黄酮的最佳提取条件:乙醇浓度为 50%,微波火力为中高火,料液比为 1:20,微波提取时间为 3 min。在此条件下大豆异黄酮提取率为 1.2432%,且可重复性好。此法的大豆异黄酮提取率较传统的有机溶剂提取法有所提高,提取时间也大大缩短,适合工业化生产。

参考文献

[1] 罗跃中,李忠英.大豆异黄酮的研究概况[J].安徽农业科学,2010,38(12):6506-6508. (Luo Y Z, Li Z Y. Research summary of soybean isoflavones[J]. Journal of Anhui Agricultural Sciences, 2010,38(12):6506-6508.)

[2] 龚军英,宋辉,马文红,等.大豆异黄酮的研究进展[J].现代保健:医学创新研究,2008,5(23):38-41. (Gong J Y, Song H, Ma W H, et al. Recent review studies on soybean isoflavones[J]. Mod-

ern Health: Medical Innovation Research, 2008, 5(23):38-41.)

[3] Kay L, Fritz, Seppanen C M. The in vivo oantioxidant activity of soybean isoflavones in human subjects [J]. Nutrition Research, 2003, 23:479-487.

[4] 汪玉秀.大豆异黄酮的研究及应用[J].西北农林科技大学学报(自然科学版),2003,31(10):113-116. (Wang Y X. Studies and application on soybean isoflavone [J]. Journal of Northwest Science-Technology University of Agriculture and Forest (Nature Science Edition), 2003, 31(10):113-116.)

[5] 李南薇,唐晓恩,钟银链.大豆异黄酮提取和应用研究进展[J].广东农业科学,2010,37(5):118-120. (Li N W, Tang X E, Zhong Y L. Recent review studies of extraction and application on soybean isoflavones [J]. Guangdong Agricultural Sciences, 2010, 37(5):118-120.)

[6] 李侠,刘振春,马娜,等.微波辅助乙醇提取大豆异黄酮的工艺研究[J].安徽农业科学,2011,39(34):21335-21337. (Li X, Liu Z C, Ma N, et al. Study oil extraction process of isoflavone from soybean by microwave assisted and ethanol extraction method[J]. Journal of Anhui Agricultural Sciences, 2011, 39 (34): 21335-21337.)

[7] 荆海强,刘兆荣,孙震,等.脱脂在异黄酮分析中的应用[J].食品科学,2003,24(1):105-107. (Jing H Q, Liu Z R, Sun Z, et al. Application of degrease in the extraction of isoflavone [J]. Food Science, 2003, 24(1):105-107.)