

洋葱中黄酮类化合物的提取方法研究

白静^{1*}, 王会²

(1. 河南应用技术职业学院化学工程学院, 郑州 450001; 2. 河南应用技术职业学院护理学院, 郑州 450001)

摘要: 目的 确定洋葱中黄酮类化合物的最优提取方法。**方法** 分别用正交法确定热水浸提法、乙醇浸提法和酶解提取法提取洋葱中的黄酮类化合物的最佳工艺, 以提取物中的黄酮含量为指标, 得出最佳提取方案。

结果 酶解提取法提取效率最高, 其最佳提取工艺为酶解 pH 5、酶解温度 40 °C、酶量 2.7%、酶解时间 70 min。在此工艺条件下, 提取物中的黄酮含量可达到 5.8649 mg/g。**结论** 洋葱中黄酮类化合物的最佳提取方法为酶解法为最佳提取方法, 此结果可为洋葱中的黄酮类化合物的工业化生产提供技术参考。

关键词: 洋葱; 黄酮类化合物; 提取方法

Study on extraction methods of flavonoids from onion

BAI Jing^{1*}, WANG Hui²

(1. College of Chemical Engineering, Henan Vocational College of Applied Technology, Zhengzhou 450001, China;
2. Nursing College of Henan Vocational College of Applied Technology, Zhengzhou 450001, China)

ABSTRACT: Objective To determine the optimal extraction method of flavonoids from onion. **Methods** The optimum method for extracting flavonoids from onion by hot water extraction, ethanol extraction and enzymatic extraction were determined by orthogonal method. Taking the flavonoid content in the extract as an indicator, the best extraction scheme was obtained. **Results** The enzymatic extraction method had the highest extraction efficiency. The optimal extraction process was enzymatic hydrolysis pH 5, enzymatic hydrolysis temperature of 40 °C, enzyme dosage of 2.7%, and enzymatic hydrolysis time of 70 min. Under this process condition, the flavonoid content in the extract could reach 5.8649 mg/g. **Conclusion** The best extraction method of flavonoids in onion is enzymatic hydrolysis, which can provide technical reference for the industrial production of flavonoid extract in onion.

KEY WORDS: onion; flavonoids; extraction method

1 引言

洋葱是药食同源的植物之一, 尤其是其外皮, 含有较多的黄酮类化合物^[1,2], 而黄酮类化合物具有抑菌、抗癌、降血糖、降血脂和抗氧化等多种功效^[3-5], 因此, 洋葱中的黄酮类化合物因其良好的抗菌作用和抗氧化作用, 被广泛应用于食品保鲜领域^[8]。

洋葱中黄酮类的主要提取方法有热水浸提法、乙醇提取法、酶解提取法等^[6-8]。其中采用热水浸提法具有实验操

作简便、提取成本低、设备要求低、无环境污染等优点, 但是其提取效率低、耗时长、杂质含量高。乙醇提取法具有提取率较高、提取剂无毒、乙醇可回收等特点, 用乙醇冷提时杂质较少, 但提取时间长, 乙醇热提时提取时间短, 但杂质较多。酶提取法提取黄酮类化合物含量高于乙醇浸提法, 但样品前处理耗时长^[9]。

本研究探究了不同方法提取洋葱中黄酮类物质的最佳提取条件, 以提取率为指标进行比较, 确定洋葱中黄酮类物质的最佳提取方法, 以期能为洋葱中的黄酮类化合物的工业化生产提供技术参考。

*通讯作者: 白静, 硕士, 主要研究方向为粮油食品分析。E-mail: 1142657756@qq.com

*Corresponding author: BAI Jing, Master, School of Chemical Engineering, Henan Applied Technology Vocational College, Zheng Road No.548, Zhongyuan District, Zhengzhou 450001, China. E-mail: 1142657756@qq.com

业化生产提供技术参考。

2 材料与方 法

2.1 仪器、试剂与材料

紫皮洋葱: 郑州市龙子湖校区果蔬批发市场

芦丁(分析纯, 中国食品药品检定研究院); 硝酸铝、亚硝酸钠、乙醇(分析纯, 天津市科密欧化学试剂有限公司); 纤维素酶(50000 U/g, 宁夏和式壁生物技术有限公司)。

BlueStar B 紫外-可见分光光度计(北京莱伯泰科仪器股份有限公司); RHP-500A 型高速多功能粉碎机(浙江永康市荣浩工贸有限公司); HH·S21-4-S 型电热恒温水浴锅(上海新苗医疗器械制造有限公司)。

2.2 实验方法

2.2.1 样品前处理

1) 热水浸提法

按照刘世民^[10]的单因素试验结果, 设计正交试验方案(表 1)。

将洗净晾干的紫皮洋葱切半, 放入多功能粉碎机中, 以 25000 r/min 粉碎 30 s, 混匀后移取 50 g 粉碎的洋葱粉末于已干燥至恒重的锥形瓶中, 按表 1 中的条件加热一段时间, 用漏斗过滤, 滤液备用。

表 1 热水浸提法实验方案

Table 1 Experimental scheme of hot water extraction

水平	A 浸水量/mL	B 时间/min	C 温度/°C
1	125	30	60
2	150	35	70
3	175	40	80
4	200	45	90

2) 乙醇浸提法

根据王莹等^[11]的单因素试验结果, 设计正交试验方案(表 2)。

将采集来的紫皮洋葱外表皮清洗干净, 置于 60 °C 电热鼓风干燥箱将样品烘干, 烘干后将样品取出, 置于高速多功能粉碎机中, 以 25000 r/min 粉碎 30 s, 混匀后称取 6 g 洋葱皮粉末, 转移至滤纸筒中。按表 2 中的条件进行索式抽提, 直至溶液回流 2 次, 用漏斗过滤, 滤液备用。

表 2 乙醇浸提法实验方案

Table 2 Experimental scheme of ethanol extraction

水平	A 乙醇浓度/%	B 温度/°C	C 料液比
1	70	85	1:15
2	80	90	1:20
3	90	95	1:25

3) 酶解提取法

根据杨云龙等^[12]的单因素试验结果, 设计正交试验方案(表 3)。

将采集来的紫皮洋葱外表皮清洗干净, 置于 60 °C 电热鼓风干燥箱将样品烘干, 烘干后将样品取出, 置于高速多功能粉碎机中, 以 25000 r/min 粉碎 30 s, 混匀后称取洋葱皮粉末 3 g 于 50 mL 烧杯中, 以拟定的正交试验条件下加入 30 mL 已调节 PH 的蒸馏水, 纤维素酶, 水浴加热。将酶解后的样品转移至滤纸筒中, 加入 45 mL 80% 的乙醇溶液回流提取, 所得抽提液过滤备用。

表 3 酶解提取法实验方案

Table 3 Experimental scheme of enzymatic hydrolysis and extraction

水平	A 酶解温度/°C	B 时间/min	C pH	D 酶用量/%
1	40	50	4	2.0
2	50	60	5	2.7
3	60	70	6	4.0

2.2.2 黄酮类物质含量的测定

吸取 5.00 mL 95% 的乙醇溶液于 50 mL 小烧杯中, 称取 10 mg 芦丁溶解完全, 溶液转移至 50 mL 容量瓶, 用 50% 的乙醇定容至刻度, 摇匀备用(此时芦丁浓度 0.2 mg/mL), 分别用移液管吸取 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 芦丁溶液至 6 个 15 mL 容量瓶中, 分别加入 5.00、4.00、3.00、4.00、5.00 mL 50% 的乙醇, 加入 1 mL 5% 的 NaNO₂ 摇匀静置 5 min, 再加入 1 mL 10% Al(NO₃)₃ 摇匀静置 5 min, 加入 5 mL 4% NaOH 分别用 50% 的乙醇定容至刻度, 摇匀静置 10 min。在最大吸收波长下依次测定各芦丁稀释液的吸光度, 以芦丁溶液浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

准确吸取 3.00 mL 滤液于 15 mL 容量瓶, 按照绘制标准曲线的方法显色, 在最大吸收波长 420 nm^[9](热水浸提法)、510 nm^[13,14](乙醇浸提法, 酶解提取法)处测定其吸光度值, 所得吸光度值带入标准曲线中求得黄酮含量。

3 结果与分析

3.1 热水浸提法

根据 2.2.2 中黄酮的测定方法, 按表 1 中的试验条件进行热水浸提法的正交试验, 结果如表 4 所示。

由表 4 数据可知, 3 种因素对洋葱黄酮类物质含量影响大小依次为: C>A>B, 即温度、浸水量、时间。3 种因素的最佳组合为 A₃B₂C₄, 即水温 90 °C、料液比 1:3.5、35 min, 该条件下提取液中的黄酮类物质含量 0.5987 mg/g, 是最优的热水浸提法的条件。

表4 热水浸提法正交试验结果($n=3$)
Table 4 Orthogonal test results of hot water extraction($n=3$)

试验号	A	B	C	黄酮含量/(mg/g)	RSD/%
1	1	1	1	0.1930	0.009
2	1	2	2	0.1970	0.009
3	1	3	3	0.1667	0.008
4	1	4	4	0.3071	0.008
5	2	1	2	0.1568	0.007
6	2	2	1	0.1361	0.007
7	2	3	4	0.3334	0.008
8	2	4	3	0.2155	0.007
9	3	1	3	0.1771	0.009
10	3	2	4	0.5987	0.004
11	3	3	1	0.2302	0.006
12	3	4	2	0.1135	0.008
13	4	1	4	0.4172	0.006
14	4	2	3	0.2005	0.007
15	4	3	2	0.1430	0.007
16	4	4	1	0.2518	0.008
K_1	86.3779	94.4174	81.1086		
K_2	84.1786	113.2162	61.0259		
K_3	111.9480	87.3341	75.9719		
K_4	101.2477	88.78461	165.6458		
k_1	21.59449	23.6043	20.2771		
k_2	21.04467	28.3040	15.2564		
k_3	27.9870	21.8335	18.9929		
k_4	25.3119	22.1961	41.4114		
极差	6.94233	6.4705	26.1549		
最优方案		$A_3B_2C_4$			

3.2 乙醇浸提法

根据 2.2.2 中黄酮的测定方法,按表 2 中的试验条件进行乙醇浸提法的正交试验,结果如表 5 所示。

由表 5 数据的直观分析可知,3 种因素对洋葱黄酮类物质含量影响大小依次为 $C>A>B$,即料液比、乙醇浓度、温度。从 K 值可以得知,乙醇浸提法提取洋葱黄酮的最佳水平组合为 $A_3B_2C_1$,即料液比 1:15、80%乙醇、90 °C,此

条件下提取液中的黄酮含量为 2.2019 mg/g,因此确定该条件为乙醇浸提法的最佳提取条件。

表5 乙醇浸提法正交试验结果($n=3$)
Table 5 Orthogonal test results of ethanol extraction($n=3$)

试验号	A	B	C	黄酮含量/(mg/g)	RSD%
1	1	1	1	2.0545	0.007
2	1	2	2	1.4824	0.007
3	1	3	3	1.1990	0.006
4	2	2	3	1.6159	0.007
5	2	3	1	2.1732	0.006
6	2	1	2	1.5717	0.006
7	3	3	2	1.2590	0.008
8	3	1	3	0.7279	0.007
9	3	2	1	2.2019	0.004
K_1	4.7359	4.3542	6.4296		
K_2	4.1889	5.3003	4.3133		
K_3	5.3610	4.6313	3.5429		
k_1	1.5786	1.4514	2.1432		
k_2	1.7870	1.7667	1.4377		
k_3	1.3963	1.5437	1.1809		
极差	1.1720	0.9460	2.8867		
最优方案			$A_3B_2C_1$		

3.3 酶解提取法

根据 2.2.2 中黄酮的测定方法,按表 3 中的试验条件进行乙醇浸提法的正交试验,结果如表 6 所示。

由表 6 数据的直观分析可知,4 种因素对洋葱黄酮类物质含量影响大小依次为: $C>A>D>B$,即 pH、酶解温度、酶用量、时间。从 K 值可以得知,4 种因素的最佳组合为 $A_1B_2C_2D_2$,即 pH 5,酶解温度 40 °C,酶用量 2.7‰,酶解时间 70 min,洋葱中黄酮类物质质量可达到 5.8649 mg/g。

根据热水浸提法、乙醇浸提法、酶解法 3 种方法提取洋葱中黄酮类物质的数据直观分析可得出:样品前处理时将洋葱进行酶解,再用酶解提取法所得的黄酮类化合物含量最高。

4 结论

本研究得出用酶解法提取洋葱黄酮的最佳提取工艺为酶解 pH=5、酶解温度 40 °C、酶量 2.7‰、酶解时间 70 min。在最佳酶解法提取工艺下,测得洋葱中黄酮类物质质量可达到 5.8649 mg/g,此结果为洋葱中的黄酮提取物的工业化生产提供技术参考。

表6 酶解提取法提取黄酮含量数据($n=3$)
Table 6 flavonoid content data extracted by enzymatic hydrolysis and extraction($n=3$)

试验号	A	B	C	D	黄酮含量/(mg/g)	RSD%
1	1	1	1	1	3.4369	0.008
2	1	2	2	2	5.8649	0.002
3	1	3	3	3	3.9837	0.006
4	2	1	2	3	3.7403	0.005
5	2	2	3	1	2.0887	0.006
6	2	3	1	2	3.9788	0.004
7	3	1	3	2	3.0101	0.005
8	3	2	1	3	3.7270	0.004
9	3	3	2	1	4.0138	0.007
K_1	12.0855	10.1872	11.1426	9.5393		
K_2	9.8077	10.4806	12.4190	11.6538		
K_3	10.7508	11.9762	9.0825	11.4510		
k_1	4.0285	3.3957	3.7142	3.1798		
k_2	3.2692	3.4935	4.1397	3.8846		
k_3	3.5836	3.9921	3.0275	3.8170		
极差	2.2778	1.7890	3.3365	2.1145		
最优方案				$A_1B_2C_2D_2$		

参考文献

- [1] Price KR, Rhodes MJC. Analysis of the major flavonol glycoside present in four varieties of onion and changes in composition resulting from autolysis [J]. *Sci Food Agric*, 1997, (74): 331-339.
- [2] Sampson L, Rimm E, Hollman PCH, *et al.* Flavonol and flavone intakes in US health professionals [J]. *J Am Diet Assoc*, 2002, 102(10): 1414-1420.
- [3] 李莎莉, 吴悠. 洋葱生物活性及其在食品开发中的研究进展[J]. *中国调味品*, 2018, 43(2): 184-187.
Li SL, Wu Y. Onion bioactivity and its research progress in food development [J]. *Chin Cond*, 2018, 43(2): 184-187.
- [4] Yao LH, Jiang YM, Shi J, *et al.* Flavonoids in food and their health benefits [J]. *Plant Food Human Nutr*, 2004, 59(3): 113-122.
- [5] 芳草. 洋葱中黄酮类化合物对结核分支杆菌的抑菌作用研究[J]. *河北医药*, 2018, 40(20): 3045-3048.
Fang C. Study on the antibacterial activity of flavonoids in onion on *Mycobacterium tuberculosis* [J]. *Hebei Med*, 2018, 40(20): 3045-3048.
- [6] Wolfram S. Effects of green tea and EGCG on cardiovascular and metabolic health [J]. *J Am Coll Nutr*, 2007, 26(4): 373S-388S.
- [7] Kook SH, Son YO, Jang YS, *et al.* Inhibition of c-Jun Nterminal kinase sensitizes tumor cells to flavonoid. Induced-apoptosis through down-regulation of Jun [J]. *Toxicol Appl Pharmacol*, 2008, 227(3): 468-476.
- [8] 韩英, 林墨. 洋葱皮黄酮抑制脂肪细胞生成作用[J]. *食品与机械*, 2017, 33(8): 31-33.
Han Y, Lin M. Inhibitory effect of onion peel flavonoids on adipocyte formation [J]. *Food Mach*, 2017, 33(8): 31-33.
- [9] Coma V. Bioactive packaging technologies for extended shelf life of meal-based products [J]. *Meat Sci*, 2008, 78(1): 90-103
- [10] 刘世民. 洋葱中黄酮类物质的提取与研究[J]. *食品研究与开发*, 2004, (2): 43-45.
Liu SM. Extraction and study of flavonoids from onion [J]. *Food Res Dev*, 2004, (2): 43-45.
- [11] 王莹, 王泽南, 王婷. 洋葱皮黄酮类物质提取工艺的研究[J]. *食品研究与开发*, 2006, 6(11): 87-89.
Wang Y, Wang ZN, Wang T. Study on extraction process of flavonoids from onion skin [J]. *Food Res Dev*, 2006, 6(11): 87-89.
- [12] 杨云龙, 苏范胜, 赵邦龙, 等. 洋葱中黄酮类化合物的酶解法提取研究[J]. *滨州学院学报*, 2009, 25(3): 83-85.
Yang YL, Su FS, Zhao BL, *et al.* Study on enzymatic extraction of flavonoids from onion [J]. *J Binzhou Univ*, 2009, 25(3): 83-85.
- [13] 彭涛, 张新中, 苗茜. 洋葱中黄酮类物质提取工艺优化[J]. *中国食品安全*, 2018, (3): 127-131.
Peng T, Zhang XZ, Miao X. Optimizing the extraction process of flavonoids from onion [J]. *China Food Saf*, 2018, (3): 127-131.
- [14] 陈爱洋, 万端极, 汪淑廉, 等. 洋葱中黄酮含量测定方法的比较研究[J]. *食品科技*, 2016, 41(8): 276-279.
Chen AY, Wan DJ, Wang SL, *et al.* Comparative study on the determination methods of flavonoids in onions [J]. *Food Sci Technol*, 2016, 41(8): 276-279.

(责任编辑: 陈雨薇)

作者简介



白静, 硕士, 主要研究方向为粮油食品分析。

E-mail: 1142657756@qq.com