

超高压萃取肉桂醛的工艺 及抑菌活性研究

彭雪萍, 王花俊, 李晓飞, 周 聪, 张 雪

(郑州轻工业学院食品与生物工程系, 河南郑州 450002)

摘要:研究了超高压条件下,乙醇水溶液对肉桂皮中肉桂醛的萃取方法,探讨了压力、保压时间、溶剂浓度和固液比等因素对萃取工艺及抑菌活性的影响。结果表明:超高压萃取肉桂醛的最佳工艺参数为:压力 200MPa,保压时间 5min,固液比 1:10,提取溶剂为 80% 乙醇,各因素影响大小顺序为:压力 > 固液比 > 溶剂浓度 > 时间;超高压萃取物中肉桂醛含量及抑菌活性分别是常压的 1.4 和 1.3 倍。

关键词:超高压萃取,肉桂醛,抑菌活性

Study on the extraction of Cinnamaldehyde by high hydrostatic pressure and its antimicrobial activity

PENG Xue-ping, WANG Hua-jun, LI Xiao-fei, ZHOU Cong, ZHANG Xue

(Department of Food & Biological Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450002, China)

Abstract: The extraction of Cinnamaldehyde from Cinnamomum cassia bark by high hydrostatic pressure extraction (HHPE) with liq-ethanol was studied, the influence of extraction pressure, time of holding pressure, solvent concentration and solute/solvent ratios on the extraction procedure and antimicrobial activity were investigated. The results showed that the optimum procedure parameter of HHPE Cinnamaldehyde were: extraction pressure was 200MPa, time was 5min, solute/solvent ratio was 1:10, extracting solvent was 80% ethanol. The sequence of influence of each factor from highest to lowest was shown as follows: pressure > solute/solvent ratio > concentration of solvent > time. The content and antimicrobial activity which was used HHPE was 1.4 and 1.3 times of extracted by normal pressure.

Key words: high hydrostatic pressure extraction; Cinnamaldehyde; antimicrobial activity

中图分类号: TS202.3

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2009)05-0215-03

肉桂(Cinnamomum cassia)不仅为传统的珍贵中药材,更是一种使用极为普遍的香料,具有抑菌、消炎、抗肿瘤、抗氧化、美容护肤等功能。其提取物中主要的化学成分为肉桂醛,具有浓郁的桂油特殊气味和芳香味,由于其结构的特殊性而具有很好的防腐保鲜及持香作用,在香料、制药、日用化学品、饲料、造纸及食品加工等方面都有广泛应用。肉桂醛的萃取方法不同直接影响到提取物的产率及活性的高低^[1-3]。超高压技术是近年来引起各方面广泛关注的“高新技术”之一。与传统的煎煮、回流等提取方法相比,超高压技术具有提取时间短、能耗低、溶剂消耗少、减少杂质成分溶出、收率高、环保等优点,

因为是常温提取,避免了因热效应而引起的有效成分损失及生理活性降低,能更好地保持天然色、香、味和营养成分^[1-5]。本文通过单因素及正交实验,探讨了从肉桂皮中超高压萃取肉桂醛的最佳工艺条件及其防腐性能,为肉桂皮的充分利用提供了新的方法^[4-7]。

1 材料与方法

1.1 材料与设备

肉桂皮 购于市中药店;肉桂醛 $\geq 98\%$, A.Johnson Matthey Compangy;菌种 本学院微生物实验室提供。

DS-1 高速组织捣碎机 上海标本模型厂; SHZ-C全塑不锈钢循环水多用真空泵 巩义英峪仪器厂; RE-52A 旋转蒸发器 上海亚荣生化仪器厂; DGX-9243B-2 电热鼓风干燥箱 上海福玛设备有限公司; SP-2102PC 紫外可见分光光度计 上海光谱仪器有限公司; LXJ-64-01 离心机 北京医疗器

收稿日期:2008-09-03

作者简介:彭雪萍(1963-),女,副高,研究方向:天然食品添加剂的研究。

基金项目:河南省科技攻关项目(0524270009)

械总厂;GZX—DH202 高温湿热灭菌锅 上海贺德实验设备有限公司;GZX—DH 恒温培养箱 江苏省金坛市医疗仪器厂;BCD—278WNN 电冰箱 海尔集团;AL204/01 电子天平 梅特勒—托利多仪器(上海)有限公司;UHP900×2-Z 超高压设备 包头军工厂。

1.2 实验方法

1.2.1 提取工艺^[8] 原材料→真空干燥(35℃)→粉碎(40目)→乙醇浸泡→真空封装→超高压处理→过滤→真空浓缩→离心→定容

1.2.2 抑菌实验^[9,10]

1.2.2.1 滤纸片法测定抑菌作用 将供试菌种进行活化培养后,分别用灭菌生理盐水配成 10^{11} ~ 10^{12} cfu/L的均匀菌悬液,在无菌条件下,将制好的15mL培养基倾入灭菌培养皿中,待凝固后滴入0.2mL菌悬液,用灭菌涂布棒将菌悬液均匀涂布,即成含菌平板。用打孔器将滤纸制成直径为6~7mm的圆片,干热灭菌后,投入不同的处理液中浸15min,然后在无菌条件下用无菌镊子分别夹取浸泡好的滤纸片放在含菌培养皿中,每皿放相同处理的滤纸3片,各做2个平行,取平均值,以0.2%山梨酸钾为对照。于28℃条件下,将霉菌培养48h,分别测量其抑菌圈直径的大小。

1.2.2.2 比浊法测定抑菌性 取150mL三角瓶若干只,依次倒入15mL左右的液体培养基,再分别加入0.2mL菌悬液(金黄色葡萄球菌)及相应的处理样品,放入全温振荡培养箱24h,测其吸光度,计算抑菌率,重复实验2次,取平均值。

1.2.3 单因素实验 分别以压力、保压时间、乙醇浓度、固液比进行单因素实验,以防腐性能评价萃取效果,确定正交实验工艺参数。

1.2.4 正交实验 根据单因素萃取实验的结果,以压力、保压时间、固液比、乙醇浓度为因素,进行 $L_9(3^4)$ 正交实验,优化超高压协同萃取工艺条件。

1.2.5 常压与超高压条件下肉桂萃取物的防腐性对比 在常压条件下,用80%乙醇,固液比1:10,回流提取3h,浓缩定容后与超高压条件下所提肉桂醛进行对比,考查两种萃取条件对防腐性能的影响。

2 结果与讨论

2.1 单因素实验

2.1.1 压力对萃取效果的影响 在固液比1:10的条件下,提取溶剂为80%乙醇,分别在100、150、200、250、300MPa压力下保压5min,以抑菌活性评价压力对萃取效果的影响,实验结果如图1。

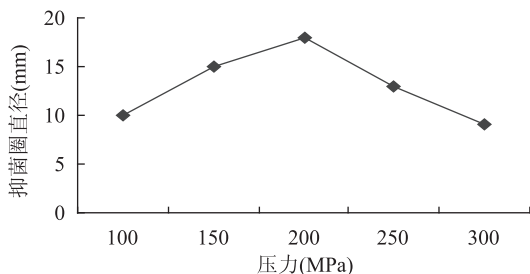


图1 萃取压力对抑菌活性的影响

由图1可看出,压力在200MPa以下时,提高压

力有利于肉桂醛的溶出;压力超过200MPa时,肉桂醛萃取物的抑菌活性反而降低,可能是压力过大会破坏一些有效成分,使活性下降。实验表明,压力为200MPa时,萃取物的抑菌活性最好。

2.1.2 乙醇浓度对萃取效果的影响 在压力200MPa,固液比为1:10,保压时间5min的条件下,分别用60%、70%、80%、90%乙醇提取,检测不同乙醇浓度对提取物抑菌活性的影响,结果见图2。

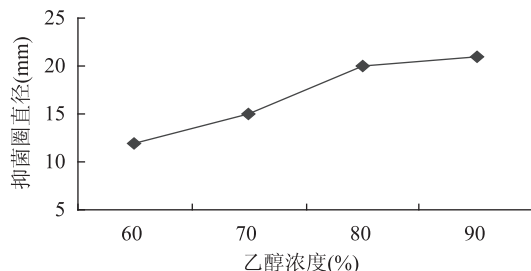


图2 乙醇浓度对抑菌活性的影响

从图2可以看出,乙醇浓度大于80%时,肉桂萃取物的抑菌活性较好,从经济和安全的角度考虑,应选择80%乙醇萃取较为合适。

2.1.3 保压时间对萃取效果的影响 在压力200MPa,80%乙醇,固液比1:10的条件下,保压时间分别为2、5、7.5、10min时肉桂萃取物的抑菌活性见图3。

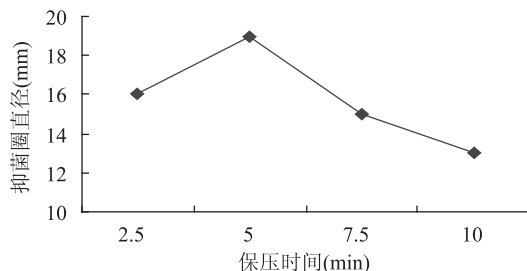


图3 萃取时间对抑菌活性的影响

由图3可知,保压时间为5min时,萃取物活性最高,这是因为在超高压协同条件下,萃取成分和溶剂分子的扩散速度较快,在很短的时间内肉桂醛由细胞内到细胞外的分子扩散就可达到平衡,肉桂醛溶出达到最大,再延长反而会破坏一些有效成分。

2.1.4 固液比对萃取物抑菌活性的影响 在压力200MPa,80%乙醇,保压时间为5min的条件下,选择固液比分别为1:5、1:10、1:15、1:20,考察固液比对抑菌活性影响。

由图4可看出,固液比为1:10时,萃取物抑菌活性最高,1:15稍次。随着固液比的增大,肉桂醛溶出率逐渐增加,活性增强;但比例太大,杂质溶出较多,

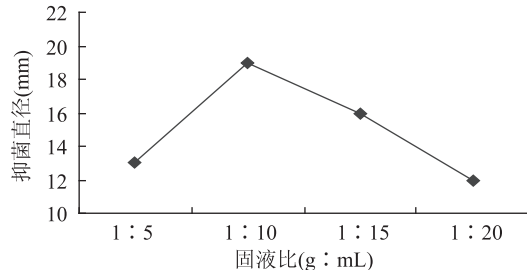


图4 固液比对抑菌活性的影响

后处理工作量加大,所以选择固液比时应综合考虑。

2.2 正交实验

通过以上单因素实验,确定各因素的实验范围如表 1 所示,对确定的正交实验组合样品用比浊法测定抑菌活性,结果如表 2 所示。

表 1 $L_9(3^4)$ 正交实验因素水平表

水平	因素			
	A 压力 (MPa)	B 保压时间 (min)	C 乙醇浓度 (%)	D 固液比 (g:mL)
1	150	2	70	1:10
2	200	5	80	1:15
3	250	7.5	90	1:20

表 2 $L_9(3^4)$ 正交实验结果表

实验号	A	B	C	D	抑菌率(%)
1	1	1	3	2	5.17
2	1	2	1	1	5.24
3	1	3	2	3	4.70
4	2	1	2	1	6.45
5	2	2	3	3	5.80
6	2	3	1	2	5.89
7	3	1	1	3	5.30
8	3	2	2	2	5.87
9	3	3	3	1	5.84
K_1	15.11	16.92	16.43	17.53	
K_2	18.14	16.91	17.02	16.93	
K_3	17.01	16.43	16.81	15.80	
k_1	5.04	5.64	5.48	5.84	
k_2	6.05	5.64	5.67	5.64	
k_3	5.67	5.48	5.60	5.27	
R	1.01	0.16	0.19	0.57	

由表 2 可知:最优工艺组合是 $A_2B_2C_2D_1$, 即 200MPa, 5min, 80% 乙醇, 1:10。各因素对结果的影响大小顺序为: $A > D > C > B$, 即压力 > 固液比 > 乙醇浓度 > 时间。

2.3 常压和超高压条件下肉桂萃取物的抑菌活性对比

在常压条件下,用 80% 乙醇,固液比 1:10,回流提取 3h;在超高压条件下,采用优化组合 200MPa, 5min, 1:10, 80% 乙醇萃取肉桂醛,测得两种方法所萃取样品的含量分别为 0.0194g/mL 和 0.0273g/mL, 抑

菌率分别为 5.06% 和 6.58%。超高压条件下样品的含量及抑菌率分别是常压的 1.4 和 1.3 倍,说明超高压萃取物的各项指标均好于常压提取,可能是因为超高压易使有效成分溶出,并且可避免因常压高温萃取而引起的肉桂醛结构破坏和生理活性的降低。

3 结论

3.1 超高压提取肉桂醛的最优工艺组合是 $A_2B_2C_2D_1$, 即 200MPa, 5min, 80% 乙醇, 1:10。各因素影响大小顺序为: $A > D > C > B$, 即压力 > 固液比 > 乙醇浓度 > 时间。

3.2 超高压条件下肉桂萃取物中肉桂醛含量及抑菌活性均优于常压萃取,分别是常压的 1.4 和 1.3 倍。说明超高压条件下能加快扩散速度,大大缩短萃取时间和提高收率,可较好地保持肉桂醛的天然活性。

参考文献:

[1] 韦藤幼,赵钟兴,郝瑞然,等. 内部沸腾强化肉桂皮中肉桂醛的提取工艺及机理[J]. 林产化学与工业,2006,26(3): 63~65.

[2] Kwon KB, Kim EK, Jeong ES, et al. Cortex cinnamomi extract prevents streptozotocin and cytokine induce beta cell damage by inhibiting[J]. World J Gastroenterol, 2006, 12(27): 41~47.

[3] 赵群莉,韦藤幼. 微波预处理提取肉桂皮中肉桂醛的研究[J]. 广西科学,2003,10(3):23~25.

[4] 张格,张玲玲,吴华,等. 采用超高压技术从茶叶中提取茶多酚[J]. 茶叶科学,2003,26(4):291~294.

[5] 陈瑞战,张守勤,王长征. 正交实验优化超高压提取人参中人参皂苷的工艺研究[J]. 中草药,2005,36(3):365~368.

[6] 梁淑如,赵国建,吉慧明,等. 超高压技术在食品工业中的最新研究进展[J]. 食品研究与开发,2006,27(8):1~4.

[7] Zhang Shouqin, Zhu Junjie, Wang Changzheng. Novel high pressure extraction technology [J]. International Journal of Pharmaceutics, 2004, 278: 471~474.

[8] 彭雪萍,马庆一,王花俊,等. 超高压提取苹果多酚的工艺研究[J]. 食品科技,2008(3):157~159.

[9] 姚晓敏,孙向军,黄时. 芦荟及其抑菌作用的研究[J]. 食品科技,2001(4):23~25.

[10] 李学红,马庆一,彭雪萍,等. 香辛料抑菌活性研究及其在草莓保鲜中应用[J]. 食品研究与开发,2003,24(1):97~99.

(上接第 214 页)

1.0mg/kg;铜(以 Cu 计) < 10mg/kg。

3.3 微生物指标^[5]

细菌总数 < 100 个/mL;大肠菌群 < 6 个/100mL;致病菌:不得检出。

4 结论

4.1 香菇下脚料作为企业生产的副产物,经过加工可以大大提升其产值,为企业的废料加工开辟一条新的途径,为企业增加收益,也为环境减轻压力。

4.2 利用香菇与不同的果蔬汁进行搭配,可以有效地改善及增加香菇饮料的风味;本研究以木瓜为配料就有效地改善了香菇中的刺鼻味道。

4.3 香菇与木瓜混合饮料的最佳配方为:海藻酸钠为 4%,香菇汁与木瓜汁配比为 1:9,蔗糖为 7%,柠檬酸为 3%,乙基麦芽酚为 0.04‰,采用 10~15~10/

121℃ 杀菌公式进行杀菌。按此工艺进行加工,可得外观及风味俱佳的香菇饮料。

参考文献:

[1] 柴新义,汪美英,许雪峰,等. 我国食用菌产业的发展现状及开发策略[J]. 资源开发与市场,2006(4):365~367.

[2] 关键,薛淑静,陈学玲,等. 利用香菇下脚料研制饮料[J]. 湖北农业科学,2008(3):332~333.

[3] 冯爱国,李春艳. 木瓜的营养成分及功效价值[J]. 中国食物与营养,2008(5):35~36.

[4] 余华. 复合香菇果汁饮料的研制[J]. 成都大学学报(自然科学版),2001(3):28~31.

[5] 杨仁德,赖健. 香菇汁饮料生产工艺研究[J]. 食用菌,2004(1):45~46.