



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 107362080 B

(45)授权公告日 2019.10.29

(21)申请号 201710585096.6

A23L 33/105(2016.01)

(22)申请日 2017.07.18

(56)对比文件

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 107362080 A

CN 105361185 A,2016.03.02,
CN 104543253 A,2015.04.29,
CN 105878306 A,2016.08.24,
CN 102755360 A,2012.10.31,
CN 102626429 A,2012.08.08,
CN 106074669 A,2016.11.09,

(43)申请公布日 2017.11.21

(73)专利权人 上海应用技术大学
地址 200235 上海市徐汇区漕宝路120号

曹增梅等.大孔树脂纯化番石榴多酚的工艺优化.《食品工业科技》.2013,第34卷(第7期),

(72)发明人 刘慧敏 王伟 魏继文 刘清雷
吴健

审查员 顾瑜尉

(74)专利代理机构 上海申汇专利代理有限公司
31001

代理人 吴宝根 马文峰

(51)Int.Cl.

A61K 8/9789(2017.01)

A61Q 19/08(2006.01)

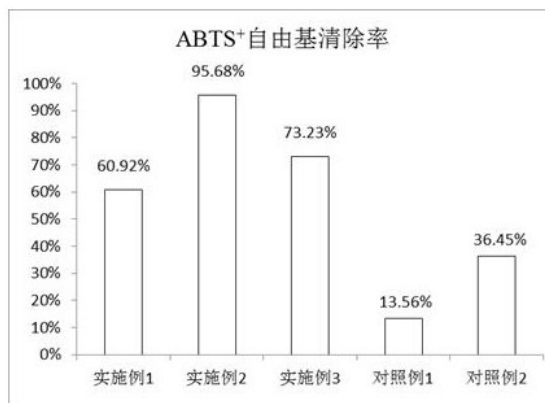
权利要求书2页 说明书9页 附图1页

(54)发明名称

一种百香果果皮中的多酚的提取方法

(57)摘要

本发明公开一种百香果果皮中的多酚的提取方法,首先将百香果果皮冷冻干燥、粉碎;然后以30%-80%乙醇为溶液,并在超声功率为200-400W,温度在30-70℃的条件下进行超声波-乙醇协同提取5-35min,然后用0.45μm-0.80μm的尼龙过滤器过滤,浓缩;用粒径0.30-1.25mm的大孔树脂对浓缩液进行分离纯化,真空冷冻干燥得百香果果皮中的多酚粉末。该提取方法通过超声-乙醇协同提取、大孔树脂分离提纯和真空冷冻干燥等技术的结合、确保了多酚的提取率及纯度。最终所得的百香果果皮中的多酚的提取率可达到33.95-50.35%。本发明为百香果果皮的有效利用提供了一种新的方法,可以变废为宝。



1. 一种百香果果皮中的多酚的提取方法,其特征在于具体包括以下步骤:

(1)、预处理

将百香果果皮洗净、晾干,再用真空冷冻干燥机干燥处理,接着将百香果果皮粉碎至粒度为60-200目的细粉,得百香果果皮粉;

(2)、乙醇浸提和超声处理

按百香果果皮粉:体积百分比浓度为30-80%的乙醇水溶液为1g:20-50ml的比例,将步骤(1)所得的百香果果皮粉加入到体积百分比浓度为30-80%的乙醇水溶液中,搅拌均匀后,控制频率为30-40KHz、功率为200-400W、温度为30-70℃进行超声处理5-35min,得超声波处理液;

(3)、过滤

将步骤(2)所得的超声波处理液静止放置后,取上清液,用0.45μm-0.80μm的尼龙过滤器过滤,得粗提取液;

(4)、浓缩

用旋转蒸发仪将步骤(3)所得的粗提取液控制温度为20-25℃的条件下浓缩至粗提取液体积的1/20-1/15,获得浓缩液;

(5)、分离吸附

按体积比计算,即步骤(4)所得的浓缩液:去离子水为1:20-30的比例,向步骤(4)所得的浓缩液中加入去离子水,搅拌至浓缩液完全溶解在去离子水中,得到浓缩液水溶液;

然后向上述所得的浓缩液水溶液中加入粒径为0.30-1.25mm的大孔树脂固体,放置于恒温摇床中,控制温度为25℃、转速为100-180rpm的条件下进行多酚吸附2-4h,得到吸附多酚的大孔树脂,过滤,去离子水清洗吸附多酚的大孔树脂3-5次,然后控制温度为20-30℃进行干燥,得到干燥的吸附多酚的大孔树脂;

所述的粒径为0.30-1.25mm的大孔树脂固体为AB-8、HP-20、FPX-66、SP-850、DM-301或XAD-2型,其的加入量,按粒径为0.30-1.25mm的大孔树脂固体:浓缩液水溶液为1g:20-30ml的比例计算;

(6)、分离解吸

按干燥的吸附多酚的大孔树脂:体积百分比浓度为80-90%的乙醇水溶液为1g:20-30ml的比例计算,向步骤(5)所得的干燥的吸附多酚的大孔树脂中加入体积百分比浓度为80-90%的乙醇水溶液,然后放置于恒温摇床中,控制温度为25℃、转速为100-180rpm的条件下进行解吸1-2h,过滤除去大孔树脂,得到多酚解吸液;

(7)、用旋转蒸发仪将步骤(6)所得的多酚解吸液浓缩至多酚解吸液体积的1/20-1/15,然后控制温度为-50--60℃下进行冷冻干燥,得百香果果皮中的多酚粉末。

2. 如权利要求1所述的一种百香果果皮中的多酚的提取方法,其特征在于:

步骤(1)中将百香果果皮粉碎至粒度为60目的细粉;

步骤(2)中控制频率40KHz、功率为350W、温度为30℃进行超声处理25min,得超声波处理液;

步骤(3)中用0.45μm的尼龙过滤器过滤,得粗提取液;

步骤(5)中所述的粒径为0.30-1.25mm的大孔树脂固体为DM-301、HP-20或AB-8,所述的粒径为0.30-1.25mm的大孔树脂固体的加入量,按粒径为0.30-1.25mm的大孔树脂固体:浓

缩液水溶液为1g:30ml的比例计算。

3.如权利要求2所述的一种百香果果皮中的多酚的提取方法,其特征在于步骤(2)超声-乙醇协同处理中,百香果果皮粉:体积百分比浓度为30-80%的乙醇水溶液为1g:50ml;

步骤(5)分离吸附中:控制温度为25℃、转速为180rpm的条件下进行多酚吸附4h;

步骤(6)分离解吸中控制温度为25℃、转速为180rpm的条件下进行解吸2h;

步骤(7)中所述的冷冻干燥温度为-60℃。

4.如权利要求3所述的一种百香果果皮中的多酚的提取方法,其特征在于步骤(2)超声-乙醇协同处理中,百香果果皮粉:体积百分比浓度为55%的乙醇水溶液为1g:50ml。

一种百香果果皮中的多酚的提取方法

技术领域

[0001] 本发明涉及天然植物提取技术领域,具体涉及一种百香果果皮中的多酚的提取方法。

背景技术

[0002] 植物多酚为植物体内的复杂酚类次生代谢物,具有多元酚结构,主要存在于植物的皮、根、叶、果中,在植物中的含量仅次于纤维素、半纤维素和木质素。多酚物质中的类黄酮是抗氧化剂。医学研究发现多酚类物质在人类疾病治疗和健康防护中起着重要作用,具有抗肿瘤、抗氧化、抗动脉硬化、防治冠心病与中风等心脑血管疾病以及抗菌等多种生理功能,是自然界和人类的“健康卫士”。从20世纪80年代后期开始,国内外从多个领域、多种角度对植物多酚开展了基础研究和应用研究。目前茶多酚、石榴多酚、葡萄多酚的提取技术已经很成熟,且提取的多酚已被应用于食品、化妆品和医药领域。

[0003] 百香果(passion fruit),是西番莲科西番莲属的草质藤本植物,又名鸡蛋果、热情果,是一种热带水果,果肉橙色,种子可食用;主要有紫果和黄果两大类。百香果因具有超过165种芳香物质和10多种水果的浓郁香味而闻名,享有“饮料之王”和“饮料香精”的美誉。研究发现百香果各个部位都含有对人体有益的成分,其中果胶、多糖、黄酮类物质、维生素类含量最为丰富,同时还含有10多种的矿物质等活性成分,蕴藏着巨大的开发价值。果汁可加工制成纯天然优质饮料、果露、果酱、果冻、蜜饯,不但风味独特,营养丰富,且滋补健身,帮助消化,市场供不应求。种籽含油量达25%,油质可与葵花油媲美,适于作食用油;果皮提取的果胶是食品加工的良好稳定剂和增稠剂;根、茎、叶均可入药,有消炎止痛、活血强身、降脂降压等疗效;提取的香精是点心和酒类的良好添加剂。到目前为止,百香果是发现含有多酚物质最多的可食性植物。文献报道百香果果实中90%以上的多酚存在于皮和核中,而百香果果皮作为百香果的副产物,占总质量的40%-55%,其中多酚含量占果皮的质量百分比为0.28-0.55%,造成了环境的污染又造成了资源的浪费。目前对于百香果中果皮多酚的提取工艺的研究还是空缺。

[0004] 近年来,百香果在营养学、药理学领域内的研究已获得很多科研成果,而在提取工艺优化方面的研究主要为果胶、籽油的提取,对百香果多酚类物质的提取的方法和工艺研究很少,而对百香果果皮多酚的提取研究目前还未见报道,因此很有必要研制出新的技术从废弃的百香果果皮中提取多酚类抗氧化物质,加强百香果果皮的综合利用,变废为宝、提高附加值。

发明内容

[0005] 本发明的目的提供一种百香果果皮中多酚的提取方法,该提取方法具有操作简便,提取效率高,能加强百香果果皮的综合利用,变废为宝、提高附加值。

[0006] 本发明的技术方案:

[0007] 一种百香果果皮中的多酚的提取方法,即以超声波-乙醇协助提取得到百香果果

皮多酚粗产物,然后通过大孔树脂分离,干燥后得百香果果皮中的多酚。

[0008] 最终确定分离纯化的最佳条件为:选择DM-301大孔树脂,吸附率为78.89%,解吸率为98.95%;浓度为90%v/v的乙醇为解吸剂洗脱。

[0009] 其提取过程具体包括以下步骤:

[0010] (1)、预处理

[0011] 将百香果果皮洗净、晾干,再用真空冷冻干燥机干燥处理,接着将百香果果皮粉碎至粒度为60-200目的细粉,优选为60目,得百香果果皮粉;

[0012] (2)、超声-乙醇协同处理

[0013] 按百香果果皮粉:体积百分比浓度为30-80%的乙醇水溶液为1g:20-50ml的比例,将步骤(1)所得的百香果果皮粉加入到体积百分比浓度为30-80%的乙醇水溶液中,搅拌均匀后,控制频率为30-40KHz、功率为200-400W、温度为30-70℃进行超声处理5-35min,优选为40KHz、功率为350W、温度为30℃进行超声处理25min,得超声波处理液;

[0014] (3)、过滤

[0015] 将步骤(2)所得的超声波处理液静止放置后,取上清液,用0.45μm-0.80μm,优选0.45μm的尼龙过滤器过滤,得粗提取液;

[0016] (4)、浓缩

[0017] 用旋转蒸发器将步骤(3)所得的粗提取液控制温度为20-25℃的条件下浓缩至粗提取液体积的1/20-1/15,获得浓缩液;

[0018] (5)、分离吸附

[0019] 按体积比计算,即步骤(4)所得的浓缩液:去离子水为1:20-30的比例,向步骤(4)所得的浓缩液中加入去离子水,搅拌至浓缩液完全溶解在去离子水中,得到浓缩液水溶液;

[0020] 然后向上述所得的浓缩液水溶液中加入粒径为0.30-1.25mm的大孔树脂固体,放置于恒温摇床中,控制温度为25-45℃、转速为100-180rpm的条件下进行多酚吸附2-4h,得到吸附多酚的大孔树脂,过滤,去离子水清洗吸附多酚的大孔树脂3-5次,然后控制温度为20-30℃进行干燥,得到干燥的吸附多酚的大孔树脂;

[0021] 所述的粒径为0.30-1.25mm的大孔树脂固体为AB-8、HP-20、FPX-66、SP-850、DM-301或XAD-2,优选DM-301或AB-8,其加入量,按粒径为0.30-1.25mm的大孔树脂固体:浓缩液水溶液为1g:20-30ml的比例计算;

[0022] (6)、分离解吸

[0023] 按干燥的吸附多酚的大孔树脂:体积百分比浓度为80-90%的乙醇水溶液为1g:20-30ml的比例计算,向步骤(5)所得的干燥的吸附多酚的大孔树脂中加入体积百分比浓度为80-90%的乙醇水溶液,然后放置于恒温摇床中,控制温度为25-45℃、转速为100-180rpm的条件下进行解吸1-2h,过滤除去大孔树脂,得到多酚解吸液;

[0024] (7)、用旋转蒸发器将步骤(6)所得的多酚解吸液浓缩至多酚解吸液体积的1/20-1/15,然后控制温度为-50--60℃下进行冷冻干燥,得百香果果皮中的多酚粉末。

[0025] 上述所得的百香果果皮中的多酚粉末,多酚的含量按每克百香果果皮计算,其含有的多酚最高可达14.06mg,可以作为功能性成分添加到化妆品中发挥其清除自由基、抗衰老的用途。

[0026] 本发明的有益技术效果

[0027] 本发明的一种百香果果皮中的多酚的提取方法,由于采用超声-乙醇协同提取作用提取百香果中的多酚,大大提高了果皮垃圾利用率,最终百香果果皮中多酚的提取率达33.95-50.35%,百香果多酚的提取量达到9.87-14.06mg/g。

[0028] 进一步,本发明的一种百香果果皮中的多酚的提取方法,由于过程中利用超声波的空化作用实现乙醇局部高温、高压,再加上超声波的机械扰动作用,从而加速了百香果果皮多酚粗提物从百香果果皮粉中向溶剂扩散的速度,缩短提取时间。因此本发明的提取方法具有时间短,能耗低,药材原料处理量大,提取活性物质不被破坏;绿色环保,减少了环境污染等特点,具有良好的工业推广价值。

[0029] 进一步,本发明的一种百香果果皮中的多酚的提取方法,所得的百香果多酚粗提取液对DPPH自由基的清除率最高可达到78.01%;对ABTS⁺自由基的清除率最高可达到95.68%,因此所得的百香果果皮多酚提取液可以作为功能性添加剂应用到食品、化妆品中,发挥其清除自由基、抗老化的用途。由于吸附过程采用物理方法使多酚吸附在大孔树脂中,有效的去除植物多糖,蛋白等杂质,显著提高多酚的得率和抗氧化活性,且分离纯化成本低;大孔树脂解吸率达到98.95%。

[0030] 进一步,本发明的一种百香果果皮中的多酚的提取方法,由于采用廉价的百香果果皮为原料提取多酚类抗氧化物质,使百香果果皮得到了有效的综合利用,变废为宝、提高了百香果果皮的附加值,为农民增收提供了一种新的途径。

[0031] 综上所述,本发明的一种百香果果皮中的多酚的提取方法,通过超声-乙醇协同提取、大孔树脂分离提纯和真空冷冻干燥等技术的结合,确保了多酚的提取率及纯度,具有提取时间短,多酚提取率高,多酚抗氧化性强的优点,在食品和化妆品中具有广泛的应用前景。

附图说明

[0032] 图1、实施例1-3、实施例3的对照实施例1、实施例3的对照实施例2的提取过程的步骤(3)所得的粗提取液分别对DPPH自由基的清除率情况;

[0033] 图2、实施例1-3、实施例3的对照实施例1、实施例3的对照实施例2的提取过程的步骤(3)所得的粗提取液分别对ABTS⁺自由基的清除率情况。

具体实施方式

[0034] 下面结合具体的实施例对本发明做进一步说明,但并不限制本发明。

[0035] 本发明各实施例中所得的百香果果皮中的多酚的含量为:

[0036] $W=C \cdot V \cdot N/1000M$

[0037] 式中:W:多酚含量mg/g;C:没食子酸浓度mg/l;V:提取液体积ml;N:稀释倍数;

[0038] M:取样量g;

[0039] 所得的百香果果皮中的多酚的提取率= $\frac{m_1}{m_2} \times 100\%$

[0040] 式中:m₁:提取得到的百香果果皮多酚的质量;m₂:原料中百香果果皮多酚的质量。

[0041] 百香果果皮中多酚含量通过Folin-Ciocalteu法测定,参照文献Juliane Viganó (Food Research International 85:51-58,2016,Brazil)。方法如下:将待测液稀释100倍

后,精确移取1.0ml稀释液到10ml比色管中,再加入1.0ml Folin-Ciocalteu试剂,混均;在0.5min~2min内,分别加入1.5ml 10%碳酸钠溶液,振荡,用去离子水定容。将上述标准溶液在25℃放置1.5h后,用紫外分光光度计(Alpha-1860S,上海谱元)于波长为765nm处测定吸光值。从没食子酸标准曲线计算相应的没食子酸浓度,按上述公式计算多酚含量。

[0042] 本发明各实施例中大孔树脂的吸附率、解吸率的测定,参照文献Lisha Xi (Food Chemistry 172:166-174,2015,China)。方法如下,准确称取经过预处理的湿树脂(滤纸吸干)各M g,置于100ml具塞磨口三角瓶中,加入总酚浓度为 C_0 的提取过滤液V ml,在一定温度下静态吸附2-4h,使之达到吸附平衡。滤除树脂,Folin-Ciocalteu法测定溶液中剩余多酚浓度 C_e ;以适当的洗脱剂在一定温度下振荡洗脱吸附了多酚的树脂,Folin-Ciocalteu法测定解吸液中总酚浓度。按照下列公式计算吸附率、解吸率。

$$[0043] \quad \text{吸附率 } A(\%) = \frac{C_0 - C_e}{C_0} \times 100\%$$

$$[0044] \quad \text{解吸率 } D(\%) = \frac{C_D V_D}{(C_0 - C_e) \times V_A} \times 100\%$$

[0045] 式中 C_0 :总多酚的起始浓度(mg/ml); C_e :吸附平衡时总多酚浓度(mg/ml); V_A :吸附体积(ml);A:吸附率(%);D:解吸率(%); C_D :解析液中总多酚浓度(mg/ml); V_D :解吸液体积(ml)。

[0046] 实施例1

[0047] 一种百香果果皮中的多酚的提取方法,具体包括以下步骤:

[0048] (1)、预处理

[0049] 将百香果果皮洗净、晾干,再用真空冷冻干燥机干燥处理,接着将百香果果皮粉碎至粒度为60目的细粉,得百香果果皮粉;

[0050] (2)、超声-乙醇协同处理

[0051] 按百香果果皮粉:体积百分比浓度为80%的乙醇水溶液为1g:50ml的比例,将步骤(1)所得的百香果果皮粉加入到体积百分比浓度为80%的乙醇水溶液中,搅拌均匀后,控制频率为40KHz、功率为200W、温度为70℃进行超声处理5min,得超声波处理液;

[0052] (3)、过滤

[0053] 将步骤(2)所得的超声波处理液静止放置后,取上清液,用0.45μm的尼龙过滤器过滤,得粗提取液;

[0054] (4)、浓缩

[0055] 用旋转蒸发仪将步骤(3)所得的粗提取液控制温度为20℃的条件下浓缩至粗提取液体积的1/20,获得浓缩液;

[0056] (5)、分离吸附

[0057] 按体积比计算,即步骤(4)所得的浓缩液:去离子水为1:25的比例,向步骤(4)所得的浓缩液中加入去离子水,搅拌至浓缩液完全溶解在去离子水中,得到浓缩液水溶液;

[0058] 然后向上述所得的浓缩液水溶液中加入粒径为0.30mm的HP-20大孔树脂固体,放置于恒温摇床中,控制温度为25℃、转速为180rpm的条件下进行多酚吸附4h,得到吸附多酚的大孔树脂,过滤,去离子水清洗吸附多酚的大孔树脂3次,然后控制温度为30℃进行干燥,得到干燥的吸附多酚的大孔树脂;

[0059] 所述的粒径为0.30-1.25mm的HP-20大孔树脂固体的加入量,按粒径为0.30-1.25mm的HP-20大孔树脂固体:浓缩液水溶液为1g:25ml的比例计算;

[0060] 大孔树脂HP-20的吸附率经测定为68.63%;

[0061] (6)、分离解吸

[0062] 按干燥的吸附多酚的大孔树脂:体积百分比浓度为90%的乙醇水溶液为1g:25ml的比例计算,向步骤(5)所得的干燥的吸附多酚的大孔树脂中加入体积百分比浓度为90%的乙醇水溶液,然后放置于恒温摇床中,控制温度为25℃、转速为180rpm的条件下进行解吸2h,过滤除去大孔树脂,得到多酚解吸液;

[0063] 大孔树脂HP-20的解吸率经测定为90.51%;

[0064] (7)、用旋转蒸发器将步骤(6)所得的多酚解吸液浓缩至多酚解吸液体积的1/20,然后控制温度为-60℃下进行冷冻干燥,得百香果果皮中的多酚粉末。

[0065] 上述所得的百香果果皮中的多酚粉未经检测,其中多酚的含量计算为9.87mg/g,百香果果皮中的多酚粉末的提取率为33.95%。

[0066] 实施例2

[0067] 一种百香果果皮中的多酚的提取方法,具体包括以下步骤:

[0068] (1)、预处理

[0069] 将百香果果皮洗净、晾干,再用真空冷冻干燥机干燥处理,接着将百香果果皮粉碎至粒度为60目的细粉,得百香果果皮粉;

[0070] (2)、超声-乙醇协同处理

[0071] 按百香果果皮粉:体积百分比浓度为55%的乙醇水溶液为1g:50ml的比例,将步骤(1)所得的百香果果皮粉加入到体积百分比浓度为55%的乙醇水溶液中,搅拌均匀后,控制频率为40KHz、功率为350W、温度为30℃进行超声处理25min,得超声波处理液;

[0072] (3)、过滤

[0073] 将步骤(2)所得的超声波处理液静止放置后,取上清液,用0.45μm的尼龙过滤器过滤,得粗提取液;

[0074] (4)、浓缩

[0075] 用旋转蒸发器将步骤(3)所得的粗提取液控制温度为25℃的条件下浓缩至粗提取液体积的1/15,获得浓缩液;

[0076] (5)、分离吸附

[0077] 按体积比计算,即步骤(4)所得的浓缩液:去离子水为1:30的比例,向步骤(4)所得的浓缩液中加入去离子水,搅拌至浓缩液完全溶解在去离子水中,得到浓缩液水溶液;

[0078] 然后向上述所得的浓缩液水溶液中加入粒径为0.30mm的DM-301大孔树脂固体,放置于恒温摇床中,控制温度为25℃、转速为180rpm的条件下进行多酚吸附4h,得到吸附多酚的大孔树脂,过滤,去离子水清洗吸附多酚的大孔树脂3次,然后控制温度为30℃进行干燥,得到干燥的吸附多酚的大孔树脂;

[0079] 所述的粒径为0.30-1.25mm的DM-301大孔树脂固体的加入量,按粒径为0.30-1.25mm的DM-301大孔树脂固体:浓缩液水溶液为1g:30ml的比例计算;

[0080] 大孔树脂DM-301的吸附率经测定为78.89%;

[0081] (6)、分离解吸

[0082] 按干燥的吸附多酚的大孔树脂:体积百分比浓度为80%的乙醇水溶液为1g:30ml的比例计算,向步骤(5)所得的干燥的吸附多酚的大孔树脂中加入体积百分比浓度为80%的乙醇水溶液,然后放置于恒温摇床中,控制温度为25℃、转速为180rpm的条件下进行解吸2h,过滤除去大孔树脂,得到多酚解吸液;

[0083] 大孔树脂DM-301的解吸率经测定为98.95%;

[0084] (7)、用旋转蒸发仪将步骤(6)所得的多酚解吸液浓缩至多酚解吸液体积的1/15,然后控制温度为-60℃下进行冷冻干燥,得百香果果皮中的多酚粉末。

[0085] 上述所得的百香果果皮中的多酚粉末经检测,其中多酚的含量计算得14.06mg/g,百香果果皮中的多酚粉末的提取率为50.35%。

[0086] 实施例3

[0087] 一种百香果果皮中的多酚的提取方法,具体包括以下步骤:

[0088] (1)、预处理

[0089] 将百香果果皮洗净、晾干,再用真空冷冻干燥机干燥处理,接着将百香果果皮粉碎至粒度为60目的细粉,得百香果果皮粉;

[0090] (2)、超声-乙醇协同处理

[0091] 按百香果果皮粉:体积百分比浓度为30%的乙醇水溶液为1g:50ml的比例,将步骤(1)所得的百香果果皮粉加入到体积百分比浓度为30%的乙醇水溶液中,搅拌均匀后,控制频率为40KHz、功率为350W、温度为55℃进行超声处理5min,得超声波处理液;

[0092] (3)、过滤

[0093] 将步骤(2)所得的超声波处理液静止放置后,取上清液,用0.45μm的尼龙过滤器过滤,得粗提取液;

[0094] (4)、浓缩

[0095] 用旋转蒸发仪将步骤(3)所得的粗提取液控制温度为20℃的条件下浓缩至粗提取液体积的1/15,获得浓缩液;

[0096] (5)、分离吸附

[0097] 按体积比计算,即步骤(4)所得的浓缩液:去离子水为1:25的比例,向步骤(4)所得的浓缩液中加入去离子水,搅拌至浓缩液完全溶解在去离子水中,得到浓缩液水溶液;

[0098] 然后向上述所得的浓缩液水溶液中加入粒径为0.30mm的AB-8大孔树脂固体,放置于恒温摇床中,控制温度为25℃、转速为180rpm的条件下进行多酚吸附4h,得到吸附多酚的大孔树脂,过滤,去离子水清洗吸附多酚的大孔树脂3次,然后控制温度为30℃进行干燥,得到干燥的吸附多酚的大孔树脂;

[0099] 所述的粒径为0.30-1.25mm的AB-8大孔树脂固体的加入量,按粒径为0.30-1.25mm的AB-8大孔树脂固体:浓缩液水溶液为1g:25ml的比例计算;

[0100] 大孔树脂AB-8的吸附率经测定为67.49%;

[0101] (6)、分离解吸

[0102] 按干燥的吸附多酚的大孔树脂:体积百分比浓度为90%的乙醇水溶液为1g:25ml的比例计算,向步骤(5)所得的干燥的吸附多酚的大孔树脂中加入25ml的体积百分比浓度为90%的乙醇水溶液,然后放置于恒温摇床中,控制温度为25℃、转速为180rpm的条件下进行解吸2h,过滤除去大孔树脂,得到多酚解吸液;

- [0103] 大孔树脂AB-8的解吸率经测定为87.59%；
- [0104] (7)、用旋转蒸发仪将步骤(6)所得的多酚解吸液浓缩至多酚解吸液体积的1/15，然后控制温度为-60℃下进行冷冻干燥，得百香果果皮中的多酚粉末。
- [0105] 上述所得的百香果果皮中的多酚粉未经检测，其中多酚的含量计算为10.93mg/g，百香果果皮中的多酚粉末的提取率为39.31%。
- [0106] 实施例3的对照实施例1
- [0107] 一种百香果果皮中的多酚的提取方法(即仅是醇提，省去超声的协同处理)，具体包括以下步：
- [0108] (1)、预处理
- [0109] 将百香果果皮洗净、晾干，再用真空冷冻干燥机干燥处理，接着将百香果果皮粉碎至粒度为60目的细粉，得百香果果皮粉；
- [0110] (2)、索氏提取，即仅是醇提，省去超声的协同作用
- [0111] 按百香果果皮粉：体积百分比浓度为30%的乙醇水溶液为1g:50ml的比例，将步骤(1)所得的百香果果皮粉加入到体积百分比浓度为30%的乙醇水溶液中，搅拌均匀后，控制温度为95℃进行索氏提取处理8h，得乙醇处理液；
- [0112] (3)、过滤
- [0113] 将步骤(2)所得的乙醇处理液用0.45μm的尼龙过滤器过滤，得粗提取液；
- [0114] (4)、浓缩
- [0115] 用旋转蒸发仪将步骤(3)所得的粗提取液控制温度为20℃的条件下浓缩至粗提取液体积的1/15，获得浓缩液；
- [0116] (5)、分离吸附
- [0117] 按体积比计算，即步骤(4)所得的浓缩液：去离子水为1:25的比例，向步骤(4)所得的浓缩液中加入去离子水，搅拌至浓缩液完全溶解在去离子水中，得到浓缩液水溶液；
- [0118] 然后向上述所得的浓缩液水溶液中加入粒径为0.30mm的AB-8大孔树脂固体，放置于恒温摇床中，控制温度为25℃、转速为180rpm的条件下进行多酚吸附4h，得到吸附多酚的大孔树脂，过滤，去离子水清洗吸附多酚的大孔树脂3次，然后控制温度为30℃进行干燥，得到干燥的吸附多酚的大孔树脂；
- [0119] 所述的粒径为0.30-1.25mm的AB-8大孔树脂固体的加入量，按粒径为0.30-1.25mm的AB-8大孔树脂固体：浓缩液水溶液为1g:25ml的比例计算；
- [0120] 大孔树脂AB-8的吸附率经测定为68.51%；
- [0121] (6)、分离解吸
- [0122] 按干燥的吸附多酚的大孔树脂：体积百分比浓度为90%的乙醇水溶液为1g:25ml的比例计算，向步骤(5)所得的干燥的吸附多酚的大孔树脂中加入25ml的体积百分比浓度为90%的乙醇水溶液，然后放置于恒温摇床中，控制温度为25℃、转速为180rpm的条件下进行解吸2h，过滤除去大孔树脂，得到多酚解吸液；
- [0123] 大孔树脂AB-8的解吸率经测定为85.62%；
- [0124] (7)、用旋转蒸发仪将步骤(6)所得的多酚解吸液浓缩至多酚解吸液体积的1/15，然后控制温度为-60℃下进行冷冻干燥，得百香果果皮中的多酚粉末。
- [0125] 上述所得的百香果果皮中的多酚粉未经检测，其中多酚的含量计算为3.54mg/g，

百香果果皮中的多酚粉末的提取率为11.02%。

[0126] 实施例3的对照实施例2

[0127] 一种百香果果皮中的多酚的提取方法(仅是超声提取,省去醇提),具体包括以下步骤:(1)、预处理

[0128] 将百香果果皮洗净、晾干,再用真空冷冻干燥机干燥处理,接着将百香果果皮粉碎至粒度为60目的细粉,得百香果果皮粉;

[0129] (2)、超声波处理,省去醇提的协同作用

[0130] 按百香果果皮粉:去离子水比为1g:50ml的比例,将步骤(1)所得的百香果果皮粉加入到去离子水中,搅拌均匀后,控制频率为40KHz、功率为350W、温度为55℃进行超声波处理5min,得超声处理液;

[0131] (3)、过滤

[0132] 将步骤(2)所得的处理液用0.45μm的尼龙过滤器过滤,得粗提取液;

[0133] (4)、浓缩

[0134] 用旋转蒸发仪将步骤(3)所得的粗提取液控制温度为20℃的条件下浓缩至粗提取液体积的1/15,获得浓缩液;

[0135] (5)、分离吸附

[0136] 按体积比计算,即步骤(4)所得的浓缩液:去离子水为1:25的比例,向步骤(4)所得的浓缩液中加入去离子水,搅拌至浓缩液完全溶解在去离子水中,得到浓缩液水溶液;

[0137] 然后向上述所得的浓缩液水溶液中加入粒径为0.30mm的AB-8大孔树脂固体,放置于恒温摇床中,控制温度为25℃、转速为180rpm的条件下进行多酚吸附4h,得到吸附多酚的大孔树脂,过滤,去离子水清洗吸附多酚的大孔树脂3次,然后控制温度为30℃进行干燥,得到干燥的吸附多酚的大孔树脂;

[0138] 所述的粒径为0.30-1.25mm的AB-8大孔树脂固体的加入量,按粒径为0.30-1.25mm的AB-8大孔树脂固体:浓缩液水溶液为1g:25ml的比例计算;

[0139] 大孔树脂AB-8的吸附率经测定为63.76%;

[0140] (6)、分离解吸

[0141] 按干燥的吸附多酚的大孔树脂:体积百分比浓度为90%的乙醇水溶液为1g:25ml的比例计算,向步骤(5)所得的干燥的吸附多酚的大孔树脂中加入体积百分比浓度为90%的乙醇水溶液,然后放置于恒温摇床中,控制温度为25℃、转速为180rpm的条件下进行解吸1h,过滤除去大孔树脂,得到多酚解吸液;

[0142] 大孔树脂AB-8的解吸率经测定为88.13%;

[0143] (7)、用旋转蒸发仪将步骤(6)所得的多酚解吸液控制温度为20℃的条件下浓缩至多酚解吸液体积的1/15,然后控制温度为-60℃下进行冷冻干燥,得百香果果皮中的多酚粉末。

[0144] 上述所得的百香果果皮中的多酚粉末经检测,其中多酚的含量计算为6.23mg/g,百香果果皮中的多酚粉末的提取率为21.17%。

[0145] 上述实施例3最终所得的百香果果皮中的多酚粉末中多酚的含量为10.93mg/g,百香果果皮中的多酚粉末的提取率为39.31%、实施例3的对照实施例1最终所得的百香果果皮中的多酚粉末中多酚的含量为3.54mg/g,百香果果皮中的多酚粉末的提取率为11.02%,

实施例3的对照实施例2最终所得的百香果果皮中的多酚粉末中多酚的含量为6.23mg/g,百香果果皮中的多酚粉末的提取率为21.17%,通过对比,可以看出本发明实施例3的步骤(2)中采用超声-乙醇协同提取的百香果果皮中多酚粉末的提取率,实施例3的对照实施例1的步骤(2)中采用比索氏提取法和实施例3的对照实施例2的步骤(2)中采用超声波法的提取率都高,其原因,可能是由于超声-乙醇协同提取作用的结果,由此表明采用超声-乙醇协同提取百香果果皮中多酚能有效提高多酚的提取率,同时能提供百香果果皮中的多酚粉末中多酚的含量。

[0146] 进一步,按照DPPH自由基清除法测定百香果果皮多酚的抗氧化能力,参照文献 Xican Li (Chemistry Central Journal, 2012, 6:140),用紫外分光光度计 (Alpha-1860S, 上海谱元) 于波长为519nm处测定吸光值。对上述实施例1-3、实施例3的对照实施例1 (图中的对照例1)、实施例3的对照实施例2 (图中的对照例2) 的提取过程的步骤(3) 所得粗提取液分别对DPPH自由基的清除率情况进行测定,结果见图1,从图1可以看出本发明的超声波-乙醇协同提取法得到的百香果果皮多酚粗提取液DPPH自由基清除率最高可达到78.01%;实施例3的超声波-乙醇协同提取法百香果果皮多酚粗提取液DPPH自由基清除率为54.61%,实施例3的对照实施例1中的索氏提取法百香果果皮多酚粗提取液DPPH自由基清除率为10.85%;实施例3的对照实施例2中的超声波法百香果果皮多酚粗提取液DPPH自由基清除率为21.78%,也进一步印证了本发明的步骤(2)中采用超声波-乙醇协同提取的效果。

[0147] 进一步,按照ABTS⁺自由基清除法测定百香果果皮多酚的抗氧化能力,参照文献 Anna Floegel (Journal of Food Composition and Analysis, 2011:1043-1048),用紫外分光光度计 (Alpha-1860S, 上海谱元) 于波长为734nm处测定吸光值。对上述实施例1-3、实施例3的对照实施例1 (图中的对照例1)、实施例3的对照实施例2 (图中的对照例2) 的提取过程的步骤(3) 所得粗提取液分别对ABTS⁺自由基的清除率情况进行测定,结果见图2,从图2可以看出本发明的超声波-乙醇协同提取法得到的百香果果皮多酚粗提取液ABTS⁺自由基清除率最高可达到95.68%。实施例3的超声波-乙醇协同提取法百香果果皮多酚粗提取液ABTS⁺自由基清除率为73.23%,实施例3的对照实施例1中的索氏提取法百香果果皮多酚粗提取液ABTS⁺自由基清除率为13.56%;实施例3的对照实施例2中的超声波法百香果果皮多酚粗提取液ABTS⁺自由基清除率为36.45%,也进一步印证了本发明的步骤(2)中采用超声波-乙醇协同提取的效果。

[0148] 综上所述,本发明的一种百香果果皮中的多酚的提取方法,百香果果皮中的多酚粉末得率最高可达50.35%,多酚的含量按每克百香果果皮中的多酚粉末计算,其含有多酚最高可达14.06mg,进一步,由于本发明的提取方法所得的粗提取液对DPPH自由基的清除率最高可达到78.01%;对ABTS⁺自由基的清除率最高可达到95.68%,因此最终所得的百香果果皮中的多酚可以作为功能性成分添加到化妆品中发挥其清除自由基、抗衰老的用途。并且本发明的提取方法具有提取时间短,多酚提取率高,多酚抗氧化性强的优点。

[0149] 以上所述仅是本发明的实施方式的举例,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明技术原理的前提下,还可以做出若干改进和变型,这些改进和变型也应视为本发明的保护范围。

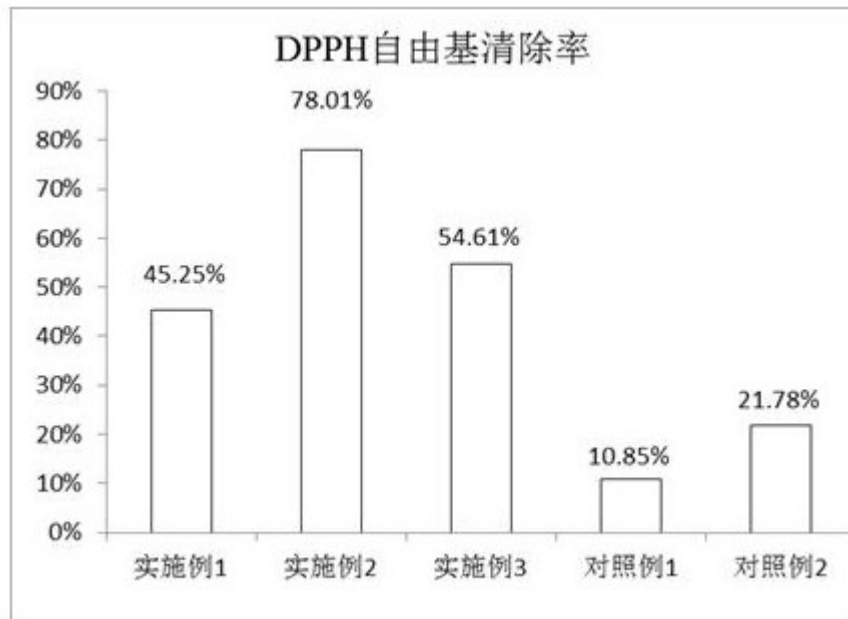


图1

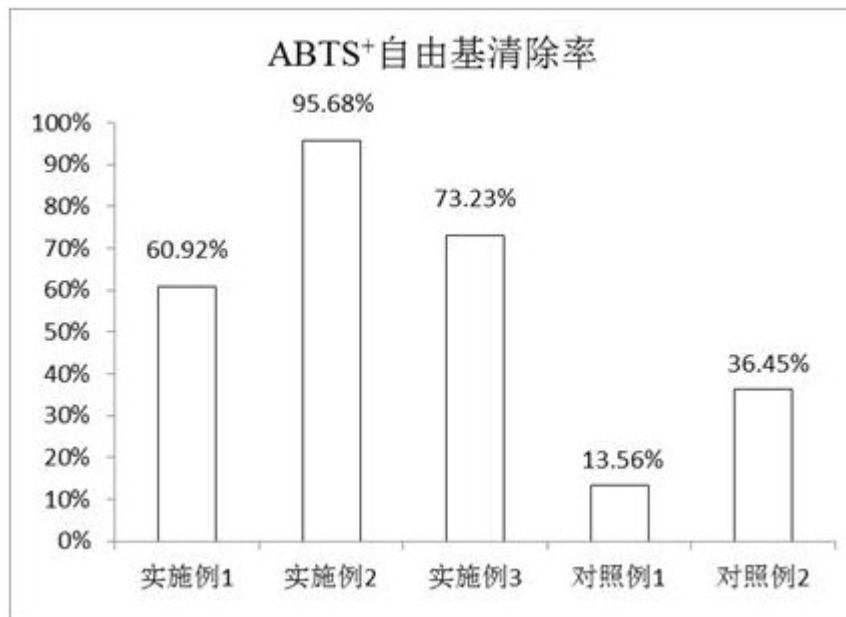


图2