

黑米皮抗氧化活性物质的提取与分离工艺研究

张名位¹, 郭宝江², 池建伟¹, 魏振承¹, 徐志宏¹, 张雁¹, 张瑞芬¹

(1. 广东省农业科学院生物技术研究所农业部功能食品重点开放实验室, 广州 510640; 2. 华南师范大学生命科学学院, 广州 510630)

摘要: 该研究以总抗氧化能力为活性跟踪指标, 应用正交试验研究了黑米皮抗氧化活性物质的提取条件。结果表明, 黑米皮抗氧化物提取的最佳浸提条件为: 以黑米皮为材料, 以 60% 乙醇为溶剂, 料液比 1:4, 浸提温度 60℃, 浸提时间 4 h。在此条件下, 一次浸提率达 71.4%, 二次浸提率达 85% 以上。在去除黑米皮抗氧化提取物中的杂质时, 选用石油醚或正己烷进行脱脂处理, 对其总抗氧化能力的影响最小。通过静态与动态吸附性能比较, 从 8 种大孔吸附树脂中筛选出对黑米皮抗氧化活性物质吸附性能最好的树脂为 NKA-II, 其最佳解吸剂为 70% 乙醇溶液。经 NKA-II 吸附分离后, 黑米皮抗氧化提取物的总抗氧化能力提高 4.00 倍, 总花色苷含量提高 4.01 倍。

关键词: 黑米皮; 抗氧化活性物质; 提取

中图分类号: TS209

文献标识码: A

文章编号: 1002-6819(2005)06-0135-05

张名位, 郭宝江, 池建伟, 等. 黑米皮抗氧化活性物质的提取与分离工艺研究[J]. 农业工程学报, 2005, 21(6): 135-139.
Zhang Mingwei, Guo Baojiang, Chi Jianwei, et al. Technology for extraction and separation of antioxidative substances from black rice pericarp[J]. Transactions of the CSAE, 2005, 21(6): 135-139. (in Chinese with English abstract)

0 引言

近 20 年来, 活性氧和自由基研究成为现代生命科学的热点, 评价和筛选具有强抗氧化活性的天然资源已成为生物学、医学和食品科学研究的新趋势。黑米作为重要的优异稻种资源, 因其糙米(颖果)的果皮和种皮内富集有天然花色苷类化合物而得名。已有研究表明, 黑米具有较强的清除自由基和抗氧化作用^[1-3], 是开发天然抗氧化剂的重要来源。从黑米皮中提取抗氧化物质属于固液浸提过程, 由于该过程受到溶剂、温度、时间、料液比等多种因素的影响, 优化最佳的因素与水平是提高黑米皮抗氧化活性物质提取率的基础。

目前对天然产物的分离新方法主要有大孔吸附树脂法、CO₂ 超临界萃取法和高速逆流色谱法等。其中, 大孔吸附树脂分离法简单易行, 且具有成本低、效率高、稳定性好和容易再生等特点^[4,5]。因此, 在分离时, 用大孔树脂作为吸附剂已成为主流, 广泛应用于天然产物的分离制备。关于黑色粮油中花色苷的提取分离研究报道主要集中在提取溶剂、温度和时间的优化以及大孔树脂的筛选研究方面^[6-9]。由于黑米皮抗氧化成分除花色苷外还有其它物质, 且花色苷目前标样较少, 对其定量只能根据其光谱吸收, 用色价表示相对含量。为此, 本研究首次以总抗氧化能力(Total antioxidant capacity, TAC)作为评价指标, 优化黑米皮抗氧化提取物的浸提条件, 并筛选合适的大孔吸附树脂及其应用条件, 对提取物进

行柱层析分离, 以获得纯度较高的黑米皮抗氧化提取物, 为黑米皮的精深加工提供依据。

1 材料与方法

1.1 试验材料

1) 黑米皮: 以黑米品种“龙锦 1 号”为材料, 用碾米机碾取占全黑米质量 10% 的黑米皮, 粉碎, 过 40 目筛备用。

2) 大孔吸附树脂: 共 8 种, 树脂 D4020、D3520、AB-8 (西安深蓝公司); 树脂 NKA-II、X-5、NKA、NKA-9、H1070 (天津南开大学化工厂)。具体型号及物理参数见表 1。

表 1 吸附树脂的型号及物理特性

Table 1 Physical properties and types of macroporous resins

型号	粒径 /mm	比表面积 /m ² · g ⁻¹	孔径 /nm	外观	极性
D4020	0.4~0.6	500~600	300	乳白色小球	非极性
D3520	0.3~1.0	400~440	130	乳白色小球	极性
AB-8	0.4~0.6	500~600	130~140	乳白色小球	非极性
NKA-II	0.4~0.6	600~800	50~100	红棕色小球	弱极性
X-5	0.3~1.0	540~580	100~105	乳白色小球	非极性
NKA	0.3~0.8	700~900	120~180	乳白色小球	弱极性
NKA-9	0.6~0.8	870	20	乳白色小球	非极性
H1070	0.3~0.6	1000~1100	85~95	褐色小球	极性

3) 试剂: TAC 试剂盒(南京建成生物工程研究所); 其它试剂均为国产分析纯。

1.2 试验方法

1.2.1 黑米皮抗氧化物质浸提工艺正交试验

用黑米皮为材料, 以料液比(A)、浸提温度(B)、浸提时间(C)和浸提溶剂(乙醇)浓度(D)作 4 因素 3 水平的 L₉(3⁴) 正交设计, 因素水平见表 2。

收稿日期: 2004-09-21 修订日期: 2005-04-11

基金项目: 国家自然科学基金(39870537); 广东省自然科学基金(990519)资助项目

作者简介: 张名位(1967-), 湖北荆州人, 博士, 研究员, 博士生导师, 研究方向为植物活性物质。广州 广东省农业科学院生物技术研究所农业部功能食品重点开放实验室, 510640。Email: mwzh@163.net

表 2 黑米皮抗氧化物质浸提条件的因素水平表

Table 2 Factors and levels of extraction conditions for antioxidative substances from black rice pericarp

水平	料液比(A)	温度(B)/	时间(C)/h	乙醇浓度(D)/%
1	1 3	40	2	50
2	1 4	50	4	60
3	1 5	60	6	70

1.2.2 黑米皮抗氧化物质浸提液脱脂试验

取最佳条件下的浸提液 1000 mL, 在低于 60 °C 下减压浓缩至 500 mL, 将其置于 1000 mL 分液漏斗中, 分别加入 400 mL 萃取剂(环己烷、石油醚和甲苯), 充分振摇萃取, 静置, 待溶液完全分层后, 放出上层的萃取液, 下层的浸提液用同法再萃取 2 次, 每次加萃取剂 400 mL, 将 3 次萃取剂合并, 在低于 60 °C 下减压回收萃取剂, 得到深棕色粘稠油状物, 下层的浸提液合并, 称为脱脂浸提液。

1.2.3 黑米皮抗氧化物质浸提液大孔吸附树脂的选型试验

1) 树脂吸附量及解吸率的测定: 准确称取经预处理后的树脂各 2.0 g, 置于 250 mL 具塞磨口三角瓶中, 准确加入经石油醚脱脂的浓缩液(总抗氧化能力用 $TA C_1$ 表示) 100 mL, 将三角瓶置于摇床上振荡, 充分吸附后, 过滤, 测定滤液中的总抗氧化能力 $TA C_2$, 按下式计算树脂的吸附能力(Absorption capacity, $A C$)。

$$A C = (T A C_1 - T A C_2) \times V / W$$

式中 $A C$ ——吸附能力, $u \cdot g^{-1}$; $T A C_1$ ——起始溶液 $T A C$, $u \cdot mL^{-1}$; $T A C_2$ ——剩余溶液 $T A C$, $u \cdot mL^{-1}$; V ——溶液体积, mL; W ——树脂重, g。

2) 树脂解吸率的测定: 将吸附饱和的树脂滤干后, 置于 250 mL 具塞磨口的三角瓶中, 加入解吸剂, 将三角瓶置于摇床上振荡, 充分解吸后, 过滤, 测定滤液中的总抗氧化能力 $T A C_3$, 按下式计算树脂在室温下的解吸率(Desorption ratio, $D R$)。

$$D R = T A C_3 / (A C \times W) \times 100\%$$

式中 $D R$ ——解吸率, %; $T A C_3$ ——解吸后滤液的 $T A C$, $u \cdot mL^{-1}$ 。

3) 静态吸附动力学曲线: 按上述方法测定各树脂在 t 时刻($t = 2, 4, 6, \dots, 16$ h)的吸附能力 $A C_t$, 以 $A C_t$ 对 t 作图, 得各树脂的吸附动力学曲线。

1.2.4 黑米皮抗氧化物质浸提液 $T A C$ 测定

1) 样品液的制备: 准确取黑米皮抗氧化物质浸提液样品, 溶于 95% 乙醇 - $1.5 \text{ mol} \cdot L^{-1}$ 盐酸(85/15, V/V) 中, 避光保存备用。

2) $T A C$ 测定: 分别取等浓度和等体积的各样品液, 按 $T A C$ 测定试剂盒(南京建成生物工程研究所)说明书测定各样品液的 $T A C$ 。定义为在 37 °C 时, 每 min 每 mL 各样品液使反应体系的吸光度($O D$) 值增加 0.01 为 1 个 $T A C$ 单位(u), 即表示为 $u \cdot mL^{-1}$ 。取样及测定均重复 3 次。

1.2.5 黑米皮抗氧化物质浸提液总花色苷含量测定

根据文献[3]的方法略有修改后进行测定: 取适量黑米皮提取液溶于 95% 乙醇 - $1.5 \text{ mol} \cdot L^{-1}$ HCL 混合液(85/15, V/V) 10 mL 中, 取上清液于 535 nm 测 $O D$ 值, 重复 3 次, 取平均值。以 $O D = 1$ 为 1 个总花色苷单位^[3], 以每 mL 黑米皮提取液所含的总花色苷单位代表其总花色苷含量, 表示为 $u \cdot mL^{-1}$ 。总花色苷含量 = $O D \times 10 / V_1 \cdot V_2$ ——黑米皮提取液体积, mL。

1.2.6 黑米皮 $T A C$ 测定

根据文献[3]的方法, 取适量黑米皮, 于 95% 乙醇 - $1.5 \text{ mol} \cdot L^{-1}$ HCL (85/15, V/V) 混合液中浸提 3 次, 每次 6h, 合并 3 次浸提液, 按 1.2.4 的方法测定 $T A C$ 。

1.2.7 黑米皮抗氧化物的柱层析分离制备

用筛选到的最佳大孔吸附树脂填充层析柱, 将脱脂浸提液上层析柱, 用水 - 70% - 乙醇水进行梯度洗脱, 用紫外检测器观察洗脱曲线的出峰情况, 收集饱和峰顶直线段组分, 在 60 °C 以下减压浓缩后, 得黑米皮抗氧化提取物。

2 结果与分析

2.1 黑米皮抗氧化提取物的浸提及脱脂条件

2.1.1 黑米皮抗氧化物质浸提条件

根据表 3 正交试验结果, 应用 SPSS10.0 统计分析软件进行数据处理, 得表 4 方差分析结果。由表 3 可知, 在 4 种浸提条件中, 浸提温度(B) 极差最大, 浸提时间(C) 其次, 乙醇浓度(D) 再次, 料液比(A) 最小。表明影响黑米皮抗氧化活性物质提取的因素主次顺序为温度(B) > 时间(C) > 乙醇浓度(D) > 料液比(A)。从各因素的水平看, $A_3 B_3 C_2$ 和 D_2 组合的 $T A C$ 最大。方差分析结果(表 4) 表明, A、B、C、D 4 因素对黑米皮抗氧化活性物质提取的影响均达极显著水平($P < 0.01$)。由此优化出黑米皮抗氧化物质的浸提条件为 $A_3 B_3 C_2 D_2$, 即以黑米皮为材料, 以 60% 乙醇为溶剂, 料液比 1:4, 浸提温度 60 °C、浸提时间 4 h。

表 3 黑米皮抗氧化物质浸提 $L_9(3^4)$ 正交试验方案及测定结果Table 3 Results of extraction of the antioxidative substances from black rice pericarp by $L_9(3^4)$ orthogonal experiment

编号	因素				$T A C$ / $u \cdot mL^{-1}$
	A	B	C	D	
1	A ₁	B ₁	C ₁	D ₁	2677.28
2	A ₁	B ₂	C ₂	D ₂	5316.91
3	A ₁	B ₃	C ₃	D ₃	4334.57
4	A ₂	B ₁	C ₂	D ₃	5035.89
5	A ₂	B ₂	C ₃	D ₁	4271.02
6	A ₂	B ₃	C ₁	D ₂	5549.58
7	A ₃	B ₁	C ₃	D ₂	3466.66
8	A ₃	B ₂	C ₁	D ₃	4043.23
9	A ₃	B ₃	C ₂	D ₁	4829.97
K_1	4109.60	3726.61	4090.13	3926.09	
K_2	4952.30	4543.72	5050.92	4777.72	
K_3	4113.29	4904.70	4024.08	4471.23	
R	842.60	1178.10	1026.84	851.63	

表 4 黑米皮抗氧化物质浸提正交试验方差分析表

Table 4 Variance analysis of the extraction results of the antioxidative substances from black rice pericarp by $L_9(3^4)$ orthogonal experiment

变异来源	平方和 SS ($\times 10^6$)	自由度 DF	均方 MS ($\times 10^6$)	F 值
A	4.25	2	2.12	32.92**
B	6.55	2	3.27	50.77**
C	5.16	2	2.58	40.06**
D	3.34	2	1.67	25.93**
误差	1.16	18	0.064	
总计	20.40	26		

注: $F_{0.05}(2, 26) = 3.37$; $F_{0.01}(2, 26) = 5.53$.

取新鲜黑米皮 100 g (TAC 为 $5682.33 \text{ u} \cdot \text{mL}^{-1}$), 在上述最优浸提条件下提取, 得第一次的浸提液, 留黑米皮第二次在最佳条件下浸提, 得第二次的浸提液, 分别测定第一次和第二次浸提液的 TAC , 计算浸提得率, 结果见表 5。

表 5 黑米皮抗氧化提取物的得率

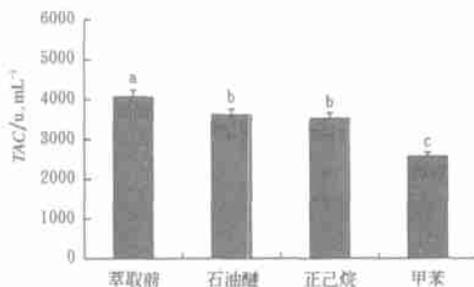
Table 5 Extraction ratio of antioxidative substances from black rice pericarp

	浸提液 $TAC/\text{u} \cdot \text{mL}^{-1}$	得率/%
一次浸提	4056.05	71.38
二次浸提	774.50	13.63
合计	4830.55	85.01

由表 5 可知, 以 TAC 为指标, 在最优条件下, 第一次的浸提得率可达 71.38%, 第二次的可达 13.63%, 二次合计达 85%, 表明该最佳浸提条件的提取效果是较理想的。

2.1.2 黑米皮抗氧化物质浸提液脱脂溶剂的选择

由于黑米皮抗氧化物质浸提液为乙醇溶液, 在浸提液中含有一些非极性物质, 在用大孔吸附树脂、凝胶树脂分离目标物时, 它们可能会对其产生一些不利的影响, 故需对浸提液进行脱脂处理。



柱顶相同小写字母表示差异不显著 ($P > 0.05$); 不同小写字母表示差异显著 ($P < 0.05$)

图 1 不同脱脂溶剂对黑米皮抗氧化物质浸提液 TAC 的影响

Fig. 1 Effect of different degreasing solvents on the total antioxidant capacity (TAC) of the antioxidative extract from black rice pericarp

从石油醚、正己烷和甲苯 3 种有机溶剂的脱脂效果 (图 1) 可知, 用石油醚脱脂对黑米皮浸提液的 TAC 影

响最小, TAC 损失率为 11.0%, 用正己烷的损失率为 13.4%, 而用甲苯的损失率则较大, 为 36.9%。经统计学检验, 石油醚和正己烷处理之间差异不显著, 而与不脱脂处理和甲苯处理间的差异达显著水平 ($P < 0.05$)。据研究, 这是由于部分苷元和一些弱极性黄酮类化合物能溶于甲苯, 用甲苯萃取后, 对浸提液的 TAC 损失较大^[10]。因此, 对黑米皮抗氧化物质浸提液脱脂可选用石油醚或正己烷。

2.2 黑米皮抗氧化提取物的大孔吸附树脂柱层析分离

2.2.1 黑米皮抗氧化提取物的大孔吸附树脂选型

大孔吸附树脂是一类新型的非离子型高分子吸附剂, 主要由苯乙烯、二乙烯苯或甲基丙烯酸酯等聚合而成的高分子网状孔穴结构, 它能够借助范德华力从溶液中吸附各种有机物, 同时也可通过本身的多孔网状结构对分子大小不同的化合物加以筛选。按其基本结构, 可分为非极性、弱极性、中极性、极性和强极性 5 种类型。极性物质在非极性介质中易被极性吸附剂吸附, 吸附树脂的性能还与其本身孔结构有关^[4,5]。吸附树脂的选择, 应综合考虑以上因素。

通过大孔吸附树脂静态吸附试验结果 (表 6) 可见, 不同型号的大孔树脂对黑米抗氧化提取物的吸附效果明显不同, 在所选的 8 种树脂中, 以 NKA-II 的效果最好, 其次是 NKA, 然后是 AB-8, 最差的是 H1070, 它不适用于用来吸附黑米皮抗氧化提取物。

表 6 不同大孔吸附树脂对黑米皮抗氧化提取物的吸附能力

Table 6 Absorption capacity (AC) of different macroporous resins to antioxidative extract from black rice pericarp

编号	树脂	吸附能力/ $\text{u} \cdot \text{g}^{-1}$
1	D4020	2872.63 f
2	D3520	3112.86 e
3	AB-8	4049.32 c
4	NKA-II	4889.49 a
5	X-5	3866.30 d
6	NKA	4569.24 b
7	NKA-9	3591.19 d
8	H1070	1658.22 g

注: 同列数字后有不同小写字母者表示差异达到 0.05 的显著水平。

大孔吸附树脂分离有效成分主要是利用其吸附的可逆性 (即解吸性)。由于树脂极性不同, 吸附作用力的强弱也有差别, 解吸难易也不同, 因此, 具有较高解吸率也是树脂筛选的重要环节。通过静态吸附试验的解吸试验结果 (表 7) 可知, NKA-II 和 NKA 都具有较高的解吸率, 其中, 70% 乙醇比 95% 乙醇和 50% 乙醇易于从树脂上将抗氧化物质解吸下来。

进一步选择 NKA-II、NKA、AB-8、X-5 和 NKA-9 5 种大孔树脂作静态吸附动力学研究, 结果见图 2。由图 2 可知, 5 种吸附树脂对黑米皮抗氧化提取物的吸附动力学过程各不相同: NKA-II 起始阶段 (4 h) 的吸附量不大, 但随着时间的延长, 直线上升, 并较快 (8 h) 达到饱和和吸附量 (吸附平衡), 且吸附量最大; NKA 的饱和和吸附量也较大, 但达到吸附平衡的时间较长 (10 h); AB-8

起始阶段的吸附量较大, 并较快(8 h)达到饱和吸附量, 但吸附量中等。X-5 和 AB-8 起始阶段吸附量和饱和吸附量均小, 达到吸附平衡的时间较长, 约为 10 h。综合分析看, NKA-II 和 NKA 两种树脂对黑米皮抗氧化提取物的吸附效果好。

表 7 不同解吸剂对黑米皮抗氧化提取物的解吸率

Table 7 Description capacity (DR) of different desorbents to antioxidative extract from black rice pericarp %

树脂	95% 乙醇	70% 乙醇	50% 乙醇
D4020	76.24 a	80.55 a	70.33 b
D3520	80.26 b	86.22 a	70.36 c
AB-8	78.36 a	83.34 a	62.37 b
NKA-II	88.25 b	97.54 a	81.42 c
X-5	60.82 b	68.72 a	50.72 c
NKA	86.22 b	95.63 a	78.24 c
NKA-9	72.68 b	86.33 a	66.42 c
H1070	50.82 b	56.72 a	51.24 b

注: 同行数字后有不同小写字母者表示差异达到 0.05 的显著水平。

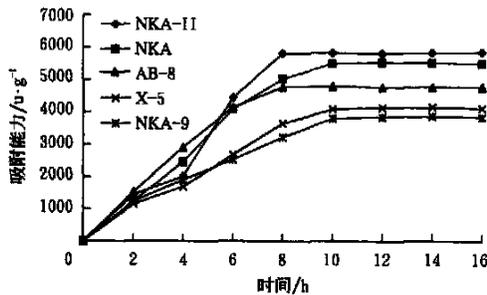


图 2 大孔树脂吸附对黑米皮抗氧化提取物的静态吸附动力学曲线

Fig. 2 Static adsorption kinetics curves of macroporous adsorption resins on antioxidative extract from black rice pericarp

本研究所用的 8 种树脂中吸附量较大的是弱极性或非极性, 如 NKA-II、NKA 和 AB-8。究其原因, 可能在于黑米皮抗氧化物质主要属于弱极性化合物, 但又有一定的极性和亲水性, 有生成氢键的能力, 有利于弱极性和非极性树脂对其吸附。此外, 树脂吸附能力的强弱还和孔径、比表面积、孔容等密切相关。黑米皮中的抗氧化物质花色素和黄酮的糖苷类化合物的平均分子量为 350~650, 使用孔径中等或较大的树脂有利于吸附。在孔径合适的条件下, 树脂的吸附量随比表面积的增大而增大。NKA-II 的孔径为 50~100 nm, 比表面积为 600~800 m²/g; NKA 的孔径为 120~180 nm, 比表面积为 700~900 m²/g; AB-8 的孔径为 130~140 nm, 比表面积为 500~600 m²/g。上述 3 种树脂的孔径和比表面积比较适合对黑米皮中花色苷类化合物等抗氧化物质的吸附。

综合吸附量、解吸率和吸附动力学 3 方面考虑, 本研究结果表明, 非极性树脂 NKA-II 对黑米皮抗氧化提取物具有较大的吸附量, 易吸附和解吸, 性能明显优于其它 7 种, 故确定其用于黑米皮抗氧化提取物的分离与

初步纯化。

2.2.2 大孔吸附树脂对黑米皮抗氧化提取液中 TAC 和总花色苷含量的影响

根据大孔吸附树脂的选型结果, 用 NKA-II 作为分离黑米皮抗氧化提取物的吸附剂, 上层析柱, 用水—70% 乙醇—水进行梯度洗脱。洗脱曲线出峰快, 为一个饱和峰, 无拖尾现象。收集饱和峰顶直线段组分, 在 60 以下减压浓缩后, 得黑米皮抗氧化提取物, 分析其 TAC 和总花色苷含量见图 3。

由图 3 可知, 黑米皮抗氧化提取物经过大孔吸附树脂柱处理后, 其 TAC 提高 4.00 倍, 总花色苷含量提高 4.01 倍, 表明用大孔吸附树脂对黑米皮抗氧化提取物进行分离的效果是较理想的。

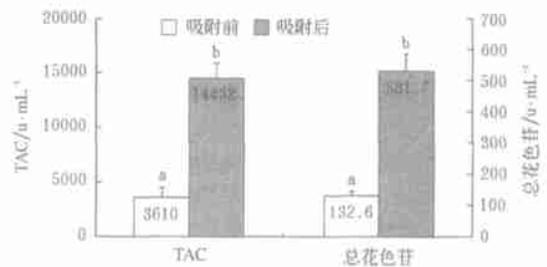


图 3 大孔吸附树脂对黑米皮抗氧化提取液中 TAC 和总花色苷含量的影响

Fig. 3 Effect of macroporous adsorption resins on the TAC and total anthocyanin content of the antioxidative extract from black rice pericarp

3 结论

1) 通过正交试验优化出黑米皮抗氧化提取物的最佳浸提工艺为: 以黑米皮为材料, 用 60% 乙醇作溶剂, 料液比 1:4, 浸提温度 60℃, 浸提时间 4 h。按该法一次浸提得率为 71.38%, 二次浸提得率为 13.63%, 2 次合计的提取得率达到 85% 以上。为进一步分离提取物, 选用石油醚或正己烷脱脂对其抗氧化作用的影响最小。

2) 通过静态和动态吸附性能比较, 从 8 种大孔吸附树脂中筛选出对黑米皮抗氧化活性物质吸附性能最好的大孔吸附树脂为 NKA-II, 优化出其最佳的解吸剂为 70% 乙醇溶液。脱脂后的黑米皮抗氧化提取物经大孔吸附树脂 NKA-II 分离后, 其 TAC 提高 4.00 倍, 总花色苷含量提高 4.01 倍。

[参考文献]

- [1] Hyun Jun Chung. Pasting and nutritional characteristics of black rice harvested in Korea [J]. Journal of Food Science and Nutrition, 1999, 4(4): 231-235.
- [2] Sean Joo Song, You Seok Lee. Volatile flavor components in cooked black rice [J]. Korean Journal of Food Science and Technology, 2000, 32(5): 1015-1021.
- [3] 孙玲, 张名位, 池建伟, 等. 黑米的抗氧化性及其与黄酮和种皮色素的关系 [J]. 营养学报, 2000, 22(3): 246-249.
- [4] 古共伟, 陈健, 魏玺群. 吸附分离技术在现代工业中的应用 [J]. 合成化学, 1999, 7(4): 346-353.

- [5] 麻秀萍, 蒋朝晖, 杨玉琴, 等. 大孔吸附树脂对银杏叶黄酮的吸附研究[J]. 中国中药杂志, 1997, 22(9): 539- 542
- [6] Takeoka G R, Dao L T, Fuil G H, et al. Characterization of Black Bean (*Phaseolus vulgaris* L.) [J]. Journal of Agricultural Food Chemistry, 1997, 45(9): 3395- 3400
- [7] Ri Jen Tsai, Hsiao-Ping Huang. Effect of polymerization on the antioxidant capacity of anthocyanins in Roselle[J]. Food Research International, 2004, 37(4): 313- 318
- [8] 王景晨. 黑米天然黑(紫)色素的研究[J]. 食品科学, 1993, (6): 13- 17.
- [9] 张 晴. 黑米色素提取精制工艺研究[J]. 青岛大学学报, 2000, (2): 11- 15.
- [10] 哈本 J B. 黄酮类化合物[M]. 北京: 科学出版社, 1983: 51 - 56

Technology for extraction and separation of antioxidative substances from black rice pericarp

Zhang Mingwei¹, Guo Baojiang², Chi Jianwei¹, Wei Zhencheng¹, Xu Zhihong¹, Zhang Yan¹, Zhang Ruifen¹

(1. Key Laboratory of Functional Food, Ministry of Agriculture, Bio-technology Research Institute,

Guangdong Academy of Agricultural Sciences, Guangzhou 510640, China;

2. College of Life Science, South China Normal University, Guangzhou 510630, China)

Abstract: The extraction conditions of antioxidative substances from black rice pericarp were studied by orthorhombic analysis and total antioxidant capacity (TAC) was used as the activity monitoring parameter. The optimized extraction conditions were as follows: using 60% ethanol as the solvent to extract antioxidative substances from black rice pericarp at 60 °C for 4 h, and with a material/solvent ratio of 1 : 4. The one-time extraction rate under such conditions was 71.38%, and the twice extraction rate was over 85%. In order to remove the fat, the solvent of petroleum ether or normal hexane, which did not have significant effects on TAC of the extract, could be used as the degreaser. By comparing static and dynamic absorption performance, macropore adsorptive resin NKA-II that had the highest performance in absorbing antioxidative extract from black rice pericarp and optimum absorption relieving agent 70% ethanol solution were selected. After absorption and separation by NKA-II, the TAC and total anthocyanin content of antioxidative extract from black rice were increased by 4.00 and 4.01 times, respectively.

Key words: black rice pericarp; antioxidative substance; extraction