

鱼腥草浸泡酒的工艺研究

徐小蓉 杨占南 罗世琼 余正文

(贵州师范大学贵州省山地环境信息系统和生态环境保护重点实验室, 生命科学学院, 贵州 贵阳 550001)

摘要: 利用高效液相色谱(HPLC)和紫外可见分光仪(UV),以黄酮(山奈酚-3-O-葡萄糖苷、芦丁、金丝桃苷、槲皮苷、槲皮素、山奈素和异鼠李素)和多酚为考察指标,以乙醇体积分数、液固比和浸泡时间3个因素进行响应优化,研究鱼腥草泡酒的最佳工艺。结果表明,鱼腥草浸泡酒的最佳提取工艺为乙醇55%vol、液固比10:1(mL/g)、存放时间40d,山奈酚-3-O-葡萄糖苷、芦丁、金丝桃苷、槲皮苷、槲皮素、山奈素和异鼠李素和多酚理论含量分别为333.6 mg/L、157.4 mg/L、67.3 mg/L、137.3 mg/L、44.8 mg/L、161.7 mg/L、54.6 mg/L和1920.6 mg/L。

关键词: 鱼腥草; 浸泡酒; 多酚; 黄酮; 工艺

中图分类号: TS262.91; TS261.4; S567

文献标识码: B

文章编号: 1001-9286(2012)09-0096-04

Study on the Production Technology of *Houttuynia cordata* Thunb Steeping Liquor

XU Xiaorong, YANG Zhannan, LUO Shiqiong and YU Zhengwen

(Key Lab for Information System of Mountainous Area and Protection of Ecological Environment of Guizhou

Province, School of Life Science, Guizhou Normal University, Guiyang, Guizhou 550001, China)

Abstract: The production techniques of *Houttuynia cordata* Thunb steeping liquor had been optimized as follows by use of HPLC and UV with flavonoids (kaempferol-3-O-glucoside, hyperoside, quercitrin, rutin, quercetin, kaempferol and isorhamnetin) and phenolics content as assaying indexes to investigate the effects of alcohol concentration, liquid-solid ratio and steeping time: the best alcohol concentration was 55 %vol, liquid-solid ratio was 10:1 (mL/g), and the best steeping time was 40 d. After 40 d storage, the content of kaempferol-3-O-glucoside, hyperoside, quercitrin, rutin, quercetin, kaempferol, isorhamnetin and phenolics in steeping liquor could theoretically reach up to 333.6 mg/L, 157.4 mg/L, 67.3 mg/L, 137.3 mg/L, 44.8 mg/L, 161.7 mg/L, 54.6 mg/L and 1921.6 mg/L, respectively.

Key words: *Houttuynia cordata* Thunb; steeping liquor; phenolics; flavonoids; technology

鱼腥草(*Houttuynia cordata* Thunb)已被国家卫生部正式确定为“既是药品,又是食品”的极具开发潜力的资源之一^[1]。其具有清热解毒,消痈排脓,利尿通淋之功效^[2],且可表现出抗氧化、抗白细胞、抗突变、抗炎作用以及促进免疫系统广泛的生理活性^[3-5],最近研究结果显示,鱼腥草还具有抑制 SARS 的显著活性^[8]。其主要活性成分包括挥发油、黄酮类、生物碱类、木质素类、有机酸、甾醇和多酚类等物质^[6-8]。鱼腥草含有大量维生素、蛋白质、氨基酸、多糖以及矿物质等营养元素,在我国及东南亚国家是作为民间的特味美食。我国台湾地区,泰国等一些东南亚国家,把鱼腥草鲜叶制成鱼腥草茶作为保健饮品^[9]。随着生活水平的提高,功能食品越来越受到广泛关注。功能植物的浸泡酒已经涌现,如玛咖浸泡酒

等^[10],但鱼腥草浸泡酒缺乏系统报道。

本课题组以多酚和黄酮为指标,从乙醇体积分数、液固比和浸泡时间3方面因素优化鱼腥草浸泡酒的最佳工艺条件,为鱼腥草功能饮品开发和利用提供技术参考。

1 材料与方法

1.1 材料、仪器及试剂

材料:鱼腥草,贵州师范大学教学实验基地;白酒,毕节大曲(酒精度53%vol),贵州三源喜酒有限公司。

仪器:高效液相色谱仪(LC-20AT-DAD)、Lc-solution 色谱工作站,日本岛津公司;色谱柱 Him-pack CLC-ODS (150 mm × 6.0 mm, di, 5μm, SN:61526630);UV-2450 型紫外可见分光光度计,日本岛津公司;分析天平,

基金项目:贵州省社会发展科技计划(黔科合 SY[2011]3094),贵州省科技厅国际科技合作计划(黔科合外[2010]7025)。

收稿日期:2012-06-29

作者简介:徐小蓉(1977-),女,四川广安人,硕士,讲师,主要从事植物学方面的研究,E-mail:xuxiaorong197600@sina.com。

通讯作者:余正文(1973-),教授,从事从植物源功能性食品开发,E-mail:yuzhengwen2001@126.com。

优先数字出版时间:2012-08-02;地址:http://www.cnki.net/kcms/detail/52.1051.TS.20120802.1502.002.html。

梅特勒-托利多仪器有限公司。

试剂:Folin-ciocalteu 试剂购买于 Sigma 公司, 其他试剂为分析纯。

1.2 实验方法

1.2.1 黄酮的测定

对照品溶液的配制: 分别精确称取山奈酚-3-O-葡萄糖苷、金丝桃苷、槲皮苷、芦丁、槲皮素、山奈素、异鼠李素 10 mg, 置于 10 mL 容量瓶中, 加甲醇定容到刻度, 摇匀即得 1 mg/mL 的储备液。根据实验需要配制成适量浓度。

色谱条件: 分析采用岛津高效液相色谱仪-二级阵列管检测器(HPLC-20AT-DAD)以及色谱工作站(Lc-solution, 2.50); 色谱柱:Him-pack CLC-ODS (150 mm × 6.0 mm, di, 5 μm, SN:61526630); 流动相为:A 相为乙腈;B 相为 0.1 % 甲酸(v/v);洗脱梯度为:0~35 min,A (5 %~40 %,v/v),B (95 %~60 %);35~70 min,A (40 %~80 %),B (60 %~20 %);70~72 min,A (100 %),B (0 %);72~82 min,A (100 %~5 %),B (0 %~95 %);82~90 min,A (5 %),B (95 %);流速梯度为:1.0 mL/min;柱温:40 ℃;检测波长为 320 nm;进样体积:20 μL。

1.2.2 多酚的测定

参考文献^[1]准确吸取供试样品 0.1 mL 于 20 mL 具塞比色管中, 加 1 mL Folin-ciocalteu 试剂, 摇匀后再加入 18.9 mL 4 % 的 Na₂CO₃ 溶液, 室温静置 2 h, 相同条件配制空白样。在 760 nm 处测定吸光值, 根据线性方程计算出供试样品多酚的含量。

1.2.3 工艺优化^[12]

1.2.3.1 浸泡酒品的制备

将鱼腥草鲜样切片置于细口瓶中, 用白酒浸泡、避光密封贮存, 定期检测酒中的黄酮及多酚含量, 评价乙醇体积分数、液固比和浸泡时间对黄酮及多酚的影响。

1.2.3.2 乙醇体积分数对黄酮和多酚含量的影响

取鱼腥草 100 g, 按液固比 10:1 (mL/g) 分别量取 60 %vol、55 %vol、40 %vol、25 %vol、10 %vol 的乙醇溶液 1000 mL, 置于阴凉、避光处存放 20 d, 并每隔 5 d 摇匀。其中不同体积分数乙醇溶液的配制方法^[17]: $m = [(m_1 \times \varphi_1) / \varphi_2] \times m_1$, 式中: m 为勾兑用水的质量; m_1 为所取原酒的质量; φ_1 为所取原酒的体积分数; φ_2 为需配制酒的体积分数。

1.2.3.3 液固比对黄酮和多酚含量的影响

在 1.2.3.2 中确定的最佳乙醇体积分数之下, 按不同的液固比 10:1、25:1、40:1、55:1、60:1 (mL/g), 分别称取不同质量鱼腥草, 倒入最佳体积分数乙醇溶液 1000 mL, 置于阴凉、避光处存放 30 d, 并每隔 5 d 摇匀。

1.2.3.4 存放时间对黄酮和多酚含量的影响

在 1.2.3.2 和 1.2.3.3 中确定的最佳乙醇体积分数和最佳液固比之下, 称取对应质量的鱼腥草于 1000 mL 乙醇溶液, 置于阴凉避光的环境中存放 10 d、20 d、30 d、40 d、50 d 和 60 d, 并每隔 5 d 摇匀。

1.2.4 数据处理及统计分析

所有样品重复分析 3 次, 获得的结果是用 Excel (2003) 程序(Microsoft Office)对数据进行处理, 所报道的数据都是取 3 次分析的平均值($n=3$), 黄酮和多酚用外标法计算。

2 结果与分析

2.1 黄酮测定的方法性考察

标准曲线: 将不同浓度的混标溶液依次进样 (见图 1a), 以其浓度为横坐标(X), 峰面积为纵坐标(Y)绘制标准曲线, 其回归方程: 山奈酚-3-O-葡萄糖苷 ($Y=12354X+4648$)、金丝桃苷 ($Y=38624X+7241$)、槲皮苷 ($Y=76254X+2587$)、芦丁 ($Y=60494X+4605$)、槲皮素 ($Y=119473X-26250$)、山奈素 ($Y=168020X-1919$)、异鼠李素 ($Y=60120X-52090$), 相关系数: $r=0.9990$ 以上, 在 2.0~500.0 μg/mL 线性关系良好。

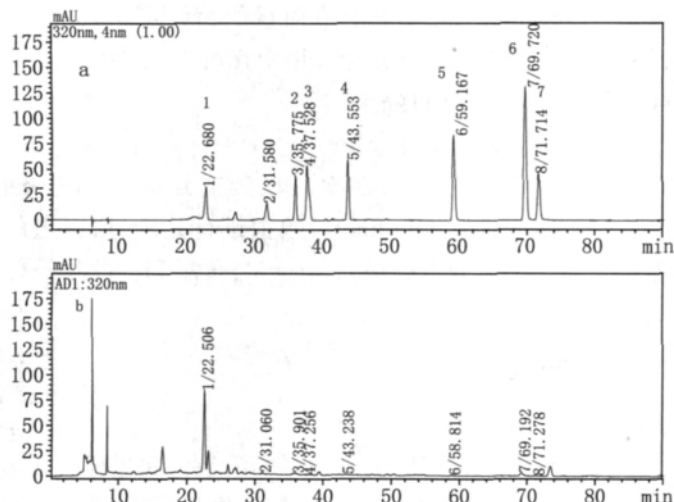
精密度: 以 0.08 mg/mL 的混标溶液, 在 1 d 之内连续 5 次进样, 以峰面积计算。山奈酚-3-O-葡萄糖苷、芦丁、金丝桃苷、槲皮苷、槲皮素、山奈素和异鼠李素的 RSD 分别为: 1.1 %、2.9 %、2.6 %、3.6 %、2.5 %、2.5 % 和 1.7 %, 结果表明, 方法的精密度良好。

重复性: 同一鱼腥草浸泡酒 5 份, 按 1.2.1 分别测定, 其样品中山奈酚-3-O-葡萄糖苷、芦丁、金丝桃苷、槲皮苷、槲皮素、山奈素和异鼠李素的 RSD 分别为: 1.91 %、0.79 %、2.60 %、0.90 %、3.28 %、0.47 % 和 1.92 %, 结果表明, 方法的重复性良好。

稳定性: 取同一供试品, 按 1.2.1 在 0、3 h、6 h、12 h、18 h、24 h、36 h 和 48 h 测定 (见图 1 b), 山奈酚-3-O-葡萄糖苷、芦丁、金丝桃苷、槲皮苷、槲皮素、山奈素和异鼠李素的 RSD 分别为: 3.21 %、1.72 %、2.78 %、1.97 %、0.86 %、0.90 % 和 2.30 %, 结果表明, 供试品溶液在 48 h 内稳定。

回收率: 称浸泡酒样品 9 份, 分别按样品含量 80 %、100 %、120 % 依次加入 9 份样品中。在 1.2.1 条件下, 测定各次样品的峰面积, 并计算加样回收率。回收率分别为山奈酚-3-O-葡萄糖苷 (102.90 %~103.00 %), 芦丁 (101.75 %~104.29 %), 金丝桃苷 (99.08 %~102.98 %), 槲皮苷 (100.26 %~104.80 %), 槲皮素 (98.48 %~100.24 %), 山奈素 (10.61 %~103.94 %) 和异鼠李素

(100.79%~105.10%),表明该提取方法的样品回收率良好。



a:对照品,其中1.山奈酚-3-O-葡萄糖苷,2.芦丁,3.金丝桃苷,4.槲皮苷,5.槲皮素,6.山奈素,7.异鼠李素;b:典型样品

图1 对照品和典型的鱼腥草泡酒供试品色谱图

2.2 多酚的测定

配制 0、0.004 mg/mL、0.008 mg/mL、0.016 mg/mL、0.024 mg/mL 和 0.032 mg/mL 的咖啡酸标准溶液按照 1.2.2 方法进行紫外-可见分光光度测定。以标准溶液浓度为横坐标(Y),吸收值(ABS)为纵坐标(X),其线性回归方程为: $Y=0.0928X+0.0011$, $r^2=0.9981$,在 0.004~0.032 mg/mL 内呈良好的线性关系。测定供试样品的 ABS 代入线性方程计算鱼腥草浸泡酒中的多酚含量。

2.3 乙醇体积分数对黄酮和多酚的影响

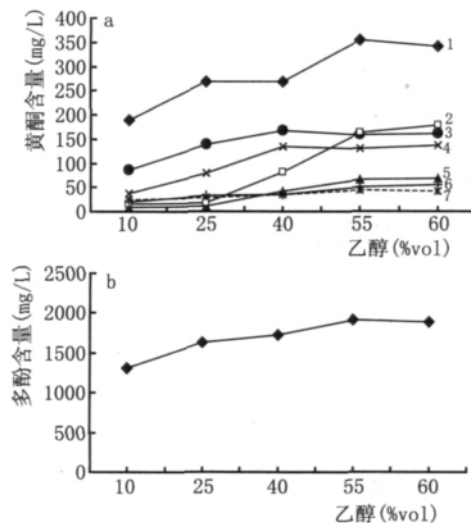
乙醇体积分数对黄酮和多酚的影响见图 2。由图 2 可知:山奈酚-3-O-葡萄糖苷、芦丁、金丝桃苷、槲皮苷、槲皮素、山奈素和异鼠李素和多酚的含量均随乙醇体积分数的增加而增加。但增加到 55 %vol 时,基本达到了最高值,故选择乙醇 55 %vol 为佳。

2.4 液固比对黄酮和多酚含量的影响

液固比对黄酮和多酚含量的影响见图 3。由图 3 可知:山奈酚-3-O-葡萄糖苷、芦丁、金丝桃苷、槲皮苷、槲皮素、山奈素、异鼠李素和多酚的含量随液固比增加而有减少的趋势。液固比为 10:1 时开始减少,即在液固比为 10:1 时其含量最高,因此,选择液固比 10:1(mL/g)为佳。

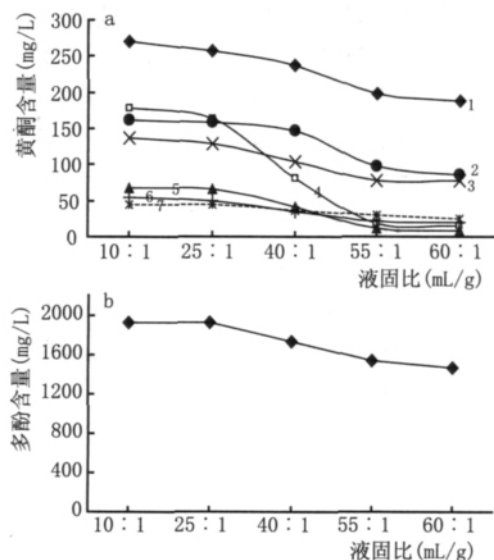
2.5 存放时间对黄酮和多酚含量的影响

存放时间对黄酮和多酚含量见图 4。由图 4 可知:前 40 d 山奈酚-3-O-葡萄糖苷、芦丁、金丝桃苷、槲皮苷、槲皮素、山奈素和异鼠李素含量随时间的增加而增加,再继续浸泡受环境,或其他溶出物的影响,黄酮和多酚含量基本没有变化或有降低的趋势。以黄酮和多酚含量为参考



a:黄酮,1.山奈酚-3-O-葡萄糖苷,2.芦丁,3.金丝桃苷,4.槲皮苷,5.槲皮素,6.山奈素,7.异鼠李素;b:多酚

图2 乙醇体积分数对鱼腥草泡酒中黄酮及多酚含量的影响



a:黄酮,1.山奈酚-3-O-葡萄糖苷,2.芦丁,3.金丝桃苷,4.槲皮苷,5.槲皮素,6.山奈素,7.异鼠李素;b:多酚

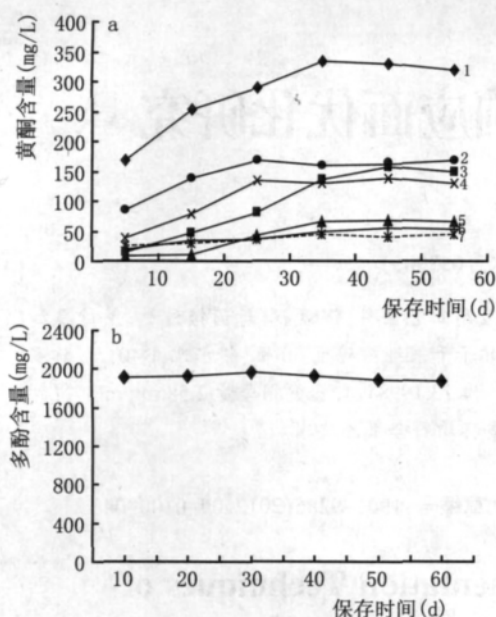
图3 液固比对鱼腥草泡酒中黄酮及多酚含量的影响

指标综合考虑,选择存放时间 40 d 为最佳。

3 结论

3.1 经优化后,鱼腥草浸泡酒的最佳工艺条件:乙醇 55 %vol、液固比 10:1、存放时间 45 d。山奈酚-3-O-葡萄糖苷、芦丁、金丝桃苷、槲皮苷、槲皮素、山奈素和异鼠李素和多酚含量理论分别为 333.6 mg/L、157.4 mg/L、67.3 mg/L、137.3 mg/L、44.8 mg/L、161.7 mg/L、54.6 mg/L 和 1921.6 mg/L。

3.2 鱼腥草浸泡酒因鱼腥草的成分特别而显出营养丰富、感官指标良好、独特鱼腥草风格的特点,具有进一步



a: 黄酮, 1. 山奈酚-3-O-葡萄糖苷, 2. 芦丁, 3. 金丝桃苷, 4. 槲皮苷, 5. 槲皮素, 6. 山奈素, 7. 异鼠李素; b: 多酚
图4 保存时间对鱼腥草泡酒中黄酮及多酚含量的影响

开发利用的价值。

参考文献:

- [1] 吴卫. 鱼腥草的研究进展[J]. 中草药, 2001(4): 367-365.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 28.
- [3] Toda, S. Antioxidative effects of polyphenols in leaves of *Houttuynia cordata* on protein fragmentation by copper-hydrogen peroxide in vitro[J]. Journal of Medicinal Food, 2005(8): 266-268.

- [4] Li GZ, Chai OM, Lee MS, et al. Inhibitory effects of *Houttuynia cordata* water extracts on anaphylactic reaction and mast cell activation[J]. Biological and Pharmaceutical Bulletin, 2005, 28: 1864-1868.
- [5] Lu HM, Liang YZ, Yi LZ, et al. Anti-inflammatory effect of *Houttuynia cordata* injection[J]. Journal of Ethnopharmacology, 2006, 104: 245-249.
- [6] Bansiddhi J, Techadarnongsin Y, Anulaknapakorn K, et al. *Houttuynia cordata* Thunb[M]. Bangkok, Thailand: The War Veteran Organization Press, 2003: 201-205.
- [7] Ch MI, Wen YF, Cheng Y. Gas chromatographic/mass spectrometric analysis of the essential oil of *Houttuynia cordata* Thunb. by using on-column methylation with tetramethylammonium acetate[J]. Journal of AOAC International, 2007, 90: 60-67.
- [8] Meng J, Dong XP, Zhou YS, et al. Studies on chemical constituents of phenols in fresh *Houttuynia cordata*. [J] China Journal of Chinese Materia Medica, 2007, 32: 929-931.
- [9] Lau, KM, Lee, KM, Koon, CM, et al. Immunomodulatory and anti-SARS activities of *Houttuynia cordata*[J]. Journal of Ethnopharmacology, 2008, 118: 79-85.
- [10] 罗堵子, 张弘, 郑华, 等. 玛咖浸泡酒工艺研究[J]. 食品科学, 2012, 33(2): 164-168.
- [11] 刘天质, 曾玩嫻. 白兰地总多酚含量测定方法初探[J]. 酿酒科技, 2010(7): 96-97.
- [12] 王瑞明. 白酒勾兑技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2007: 82.

2012 第二期“期刊数字新媒体创新与实务高级研修班”在京举办

本刊讯: 由中国期刊协会主办的 2012 第二期“期刊数字新媒体创新与实务高级研修班”于 2012 年 8 月 22 日~24 日在北京中国职工之家举办。

针对目前中国期刊数字化发展面临的新问题、新变化, 从互联网、广告主、大学、研究机构、技术应用等多角度去解读新媒体的各个方面。本次研修班的内容: 预见杂志新商机: 台湾与大陆的杂志产业有何异同? 面对网络风云变化, 数字杂志未来的商机在哪? LBS 位置定位及 AR 增强现实技术风靡, 它们与杂志媒体结合又将产生怎样神奇的效应? 蔡竞贤博士以海外视野洞察全新模式和操作技巧, 移动互联网产业环境下的杂志: Frost & Sullivan 首席顾问王煜全先生认为的移动互联产业的市场环境造就的机遇, 以及开发团队容易陷入的陷阱和误区, 话题涉及 Android、iPhone 开发、应用商店等热门话题的分析评论, 从互联网发展新趋势看数字期刊运营模式: 中国传媒大学新媒体与媒介融合研究中心副教授詹新惠博士帮助学员系统化认识当下互联网发展的新趋势, 并合理规划新媒体的运营模式; 关于杂志业数字化转型的思考: 计算机世界媒体集团总编辑黄翔先生向学员介绍了数家主要杂志品牌媒体全媒体转型的经验教训, 帮助学员了解转型的思考方法、成功模式、常用工具和要避免的陷阱, “真受众 实效果”——数字时代的广告主的需求: 网络数字营销公司悠易互通首席运营官郭志明先生认为核心是广告业发生了变化。在广告业里, 技术发展非常快速, 广告主越来越看重实际的效果。将新媒体与传统媒体的优势相结合, 创造出新的营销模式: 期刊杂志 & 二维码时代: 由二维码等手机自动识别技术所带来的杂志的革命, 包括杂志订阅、内容及广告延展、电子商务等多个领域的巨大想象空间。

本次研修班的讲师, 有 Frost & Sullivan 首席顾问王煜全先生, 还有悠易互通的 COO 郭志明先生、台湾 pubu 湛天创新股份有限公司创办人兼执行长蔡竞贤博士、中国传媒大学新媒体与媒介融合研究中心詹新惠副教授、IDG(中国)常务副总裁/计算机世界媒体集团总编辑黄翔先生、北京灵动快拍信息技术有限公司创始人/首席执行官王鹏飞先生等。3 天的课程中, 讲师们分享了很多解决方案, 运用诸多热点话题, 带学员们领悟了产业环境的巨变, 分享了从转企改制政策到新媒体产品技术等从战略到战术创新的诸多理念和经验。

研修班学员还参观了在此领域的先锋企业京东商城及精品传媒集团。(小小)



会议会场