

微波对提取芦蒿叶中黄酮类化合物的影响

吕丽爽 潘道东 周 庆 黄健花

(南京师范大学金陵女子学院食品科学与工程系,南京 210097)

摘 要 应用微波技术,选用芦蒿叶为原料提取黄酮类化合物。通过正交试验,得出最优化提取条件为:功率 200 W,时间 10 min,料液比 1 g:25 mL, pH 值 10。提取次数为 2 次。在此条件下,黄酮类化合物得率为 2.53%。

关键词 芦蒿,黄酮类化合物,微波,提取

芦蒿(*Artemisia selengensis*),又名藜蒿、水蒿、萎蒿等,为菊科多年生宿根性草本植物,原产于亚洲。我国东北、华北和中南地区野生于荒滩、荒域区及洲地等。南京市八卦洲现有芦蒿种植面积 2.2×10^2 km²,年产芦蒿 3 000 万 kg。^[1]关于芦蒿的药用价值,早在唐代的医学家孙思邈在《千金食治》中指出“藜蒿”养五脏,补中益气,长毛发,久食不死,白兔食之仙”。《神农本草经》将其列为“上品,甘、平,无毒,长毛发令黑,疗心悬,少食常饥,久服轻身,耳目聪明,不老”。《本草纲目》记为“利隔开胃,祛风寒湿,可去东河豚毒”^[2]。目前,芦蒿的功能性已引起广泛的关注。文献中有关于从银杏叶、竹叶、沙棘、葛根、苦荞麦等中提取黄酮类化合物的报道,而对芦蒿的研究较少。

近年来,微波技术以其促进反应的高效性和强选择性,操作简便,副产物少,产率高及产物易于提纯等优点,已广泛应用于生化蛋白质水解^[3]、有机合成、酯化^[4]等反应中,目前也有文献报道用于天然物的提取^[5~7]。本文探索了运用微波技术提取芦蒿叶中的黄酮类化合物,为芦蒿等野菜的开发提供理论基础。

1 试验材料与方法

1.1 试验材料

芦蒿叶,购自南京市八卦洲;芦丁,购自上海试剂二厂;其他试剂均为 AR。

1.2 试验方法

1.2.1 工作曲线回归方程的建立

准确称取芦丁标准试剂 0.154 g,用体积分数 30%乙醇定容于 500 mL 容量瓶中。分别取 1、2、4、

6.8 mL 于 5 个 25 mL 容量瓶中,用体积分数 30%乙醇补充至 12.5 mL,加入 0.7 mL 质量分数 0.5%的 NaNO₂,摇匀,放置 5 min 后加入 0.7 mL 质量分数 10% Al(NO₃)₃,6 min 后再加入 5 mL 1 mol/L NaOH,混匀,用体积分数 30%乙醇稀释至刻度,10 min 后于波长 500 nm 处比色测定。用最小二乘法作线性回归,得芦丁浓度与吸光度的标准曲线: $Y = 0.1038A - 0.00154$ (Y 浓度, g/L; A 吸光值), $R = 0.9972$ 。

1.2.2 微波提取的影响

准确称取 2.000 g 干燥粉碎的芦蒿叶粉,以蒸馏水为溶剂,于微波炉中加热提取,提取液于 4 000 r/min 离心 20 min,减压浓缩,于 100 mL 容量瓶中定容。取 1 mL 测定黄酮类化合物含量。

1.2.3 正交优化提取工艺

在单因素试验的基础上,选出影响黄酮类化合物提取率的 3 个主要因素——时间、料液比、pH 值进行优化组合。

考察指标:黄酮类化合物的提取率。

表 1 试验方案的设定

水 平	时间/min	料液比(g:mL)	pH 值
	A	B	C
1	5	1:20	6
2	10	1:25	8
3	15	1:30	10

2 试验结果与讨论

2.1 料液比对微波法提取黄酮类化合物的影响

在微波功率为 200 W,提取时间为 10 min 条件下,考察料液比对黄酮类化合物提取的影响(如表 2 所示)。

表2 料液比对黄酮类化合物提取的影响

料液比 (g:mL)	1:10	1:15	1:20	1:25	1:30	1:40
得率/%	1.17	1.90	1.94	2.20	2.01	2.20

由表2可以看出,随着料液比的增大,提取率增大。但到一定程度时,得率有所降低。这可能是大量溶剂水吸收了微波导致提取温度降低的缘故。因此,微波法最适料液比为1g:25mL。

2.2 时间对微波法提取黄酮类化合物的影响

在微波功率为200W,料液比为1g:25mL条件下,考察时间对黄酮类化合物提取的影响(如表3所示)。

表3 时间对黄酮类化合物提取的影响

时间/min	3	5	10	15	20	30
得率/%	0.88	1.94	2.13	2.14	1.70	1.95

随微波处理时间的延长,提取率上升,而后又有所下降。这可能是溶剂大量挥发的缘故,而且长时间处理产生暴沸现象。由表3可知,微波处理时间为15min最佳。

2.3 功率对微波法提取黄酮类化合物的影响

在料液比为1g:25mL,提取时间为10min条件下,考察功率对黄酮类化合物提取的影响(如表4所示)。

表4 功率对黄酮类化合物提取的影响

功率/W	90	200	350
得率/%	0.88	2.13	暴沸

微波功率提高,加热速率增大,分子运动速度加快,渗透、扩散、溶解速度加快,同时,高功率的微波引起细胞内部结构的变化,使黄酮类化合物由外层细胞转移到溶剂中,因此,随提取功率的升高黄酮类化合物的提取率升高。

2.4 pH值对微波法提取黄酮类化合物的影响

在微波功率为200W,料液比为1g:25mL,提取时间为10min条件下,考察pH对黄酮类化合物提取的影响(如表5所示)。

表5 pH值对黄酮类化合物提取的影响

pH	6	8	10	11
得率/%	1.49	2.17	2.08	2.08

由表5可知,提取液的pH值对黄酮类化合物提取有一定的影响。

2.5 正交试验结果

正交试验结果及极差分析如表6所示。

由极差分析结果可知,各因素的主次为:B>C>A,即料液比、pH值、时间,最佳条件为B₂C₃A₂,即微波提取的最优化条件,料液比为1g:25mL,pH值为

表6 试验结果及极差分析

因素	时间 /min	料液 (g:mL)	pH值	吸光度	得率 /%
	A	B	C		
1	5	1:20	6	0.104	1.16
2	5	1:25	8	0.162	1.91
3	5	1:30	10	0.178	2.12
4	10	1:20	8	0.167	1.97
5	10	1:25	10	0.177	2.10
6	10	1:30	6	0.160	1.88
7	15	1:20	10	0.151	1.77
8	15	1:25	6	0.171	2.03
9	15	1:30	8	0.152	1.78
K ₁	5.19	5.01	5.07		
K ₂	5.95	6.04	5.66		
K ₃	5.58	5.78	5.99		
k ₁	1.73	1.67	1.69		
k ₂	1.98	2.01	1.89		
k ₃	1.86	1.93	2.0		
R	0.25	0.34	0.31		

10,时间为10min。

2.6 验证最优化条件

在最优化条件下,精确称取10g样品,料液比为1g:25mL,pH值为10,时间为10min,微波提取,得率为2.0%。

2.7 提取次数对提取的影响

表7 提取次数对得率的影响

提取次数	得率/%
第1次提取	2.10
第2次提取	0.43
第3次提取	0.37
总计	2.90

由表7可知,提取2次,得率为2.53%,故而选用提取次数为2次。

3 结论

(1)微波技术用于芦蒿中黄酮类化合物的提取具有省时、高效、节能等优点。而且,其提取物不易发霉、变质,同时易于分离纯化。

(2)微波提取的最佳工艺条件为:功率为200W,时间为10min,料液比为1g:25mL,pH值为10。提取次数为2次。

参考文献

- http://www.caas.net.cn/technology/tec-text.asp?title=芦蒿栽培技术 2002-03-16
- 王元风,张 慊,郑 剑. 无锡轻工大学学报,2002,2(21):116~119
- 卢汝梅,蒋先明. 天然产物研究与开发,1997,10(2):71~74
- 张力学,丁金昌,谷亨杰. 合成化学,1996,4(14):23~29
- 李 嵘,金美芳. 食品科学,2000,21(2):39~41
- 汪兴平,周 志,张家年. 食品科学,2001,22(11):19~21
- 李巧玲,陈学武,李 琳. 食品科学,2002,23(2):49~52