

# 藜蒿中绿原酸的密闭微波辅助萃取研究\*

颜流水<sup>1,2</sup> 郑鄂香<sup>1</sup> 丁军军<sup>1</sup> 万益群<sup>2</sup> 黄智敏<sup>1</sup>

1(南昌航空工业学院环境与化学工程系,南昌,330034) 2(南昌大学食品科学教育部重点实验室,南昌,330047)

**摘 要** 应用具有温度控制附件的密闭微波萃取装置,通过正交试验,对藜蒿茎中绿原酸进行微波萃取研究。讨论了提取溶剂浓度和用量、微波提取时间和微波功率对微波萃取的影响。实验表明,以体积分数 50% 的乙醇水溶液为提取剂,原料:提取剂(g:mL)=1:20,在微波功率 400 W 和温度 70℃ 下萃取 12 min,绿原酸的提取率最佳。此外,将微波萃取与乙醇回流提取进行了比较。

**关键词** 微波辅助萃取,正交实验,藜蒿,绿原酸

藜蒿 (*Artemisia selengensis* Turcz), 又名水蒿、芦蒿等,是菊科蒿属草本植物,主要生长在江西鄱阳湖区域的草滩上,在我国其他地区也有分布。近年研究表明,藜蒿中黄酮类化合物含量较高,是该植物中重要的生理活性成分,而其中的绿原酸研究尚未见报道。本文提取并测定了藜蒿茎中的绿原酸,发现藜蒿茎中绿原酸约占干重的 1.33%。绿原酸具有广谱抗菌、抗病毒、抗肿瘤作用,同时还是一种抗氧化剂,在医药和食品工业中具有广泛用途。微波辅助萃取技术具有萃取时间短、溶剂用量少、提取效率高和投资少等优点,近年来已成为提取天然植物中活性成分的重要方法<sup>[1,2]</sup>。本文应用具有压力控制和温度控制附件的密闭微波萃取装置,采用正交试验法获得了微波萃取藜蒿中重要生理活性成分绿原酸的最佳条件,比较了密闭微波辅助萃取和溶剂回流提取的差异,为进一步开发藜蒿在食品和医药领域中应用提供科学依据。

## 1 实验材料与仪器

### 1.1 材 料

藜蒿,购自当地菜市场,摘叶后冲洗干净,置于 80℃ 烘箱中烘干至恒重,冷却后捣碎成粉;乙腈、甲醇为色谱纯;乙醇为分析纯;绿原酸对照品由中国药品生物制品检定所提供。

### 1.2 仪 器

WX-3000PLUS 微波快速消解系统(上海屹尧分析仪器有限公司),具有温度、压力、时间显示和控制部件,微波功率可调、最高功率 1 000W;Agilent1100

高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司),配二极管阵列(DAD)检测器;TGL-16C 型离心机(上海安亭科学仪器有限公司);DHG-9146A 型干燥箱(上海精宏实验设备有限公司)。

## 2 实验方法

### 2.1 微波提取方法

准确称取 0.50 g 藜蒿茎粉末样品,置于消解罐(耐化学腐蚀且可承受 200℃ 高温的聚四氟乙烯塑料内杯)中。根据实验要求加入一定体积的提取溶剂,粘附在内杯内壁上的样品在加溶剂时一定要冲洗到杯内的溶剂中,并确保溶剂完全淹没样品。根据微波制样要求,按照不同的加热时间、微波功率、温度,设置好微波制样程序。微波加热处理结束后,把样品转入离心管中进行离心 10 min(10 000 r/min),取出上清液,用相同的溶剂定容至刻度,待测。

### 2.2 绿原酸测定方法

采用高效液相色谱方法测定,使用 250 mm × 4.6 mm C<sub>18</sub>柱,以乙腈:水:冰乙酸(体积比)=30:70:0.7为流动相,流速 0.8 mL/min,检测波长 327 nm,进样量 20 μL。以甲醇配制绿原酸标准溶液,按上述方法测得绿原酸峰面积 Y 与浓度 X(mg/L)的标准工作曲线,其线性回归方程为  $Y = 50.91X + 3.966$   $R = 0.9993$ 。依照标准工作曲线求出提取液中绿原酸的浓度和提取率(以干粉重计)。

### 2.3 试验方法

#### 2.3.1 单因素试验

按 2.1 方法对藜蒿茎中绿原酸进行提取,分别考察微波处理过程中提取溶剂乙醇水溶液中乙醇浓度、溶剂用量、提取时间和微波功率 4 个因素对提取率的影响。

第一作者:博士,教授。

\* 江西省教育厅科技计划项目(No.赣教技字[2005]166号),南昌大学食品科学教育部重点实验室开放基金资助项目(No. NCU200408)

收稿日期:2005-08-11

## 2.3.2 正交优化试验

在单因素试验的基础上,以乙醇浓度、溶剂用量、微波功率和萃取时间为考察因素,以测得的绿原酸提取率为考察指标,设计正交试验因素水平表,在提取温度为 70℃ 为下进行  $L_9(3^4)$  正交试验,优化微波辅助提取的最佳条件。

表 1 微波提取的正交试验表

水平	因 素			
	A 乙醇体积分数 /%	B 溶剂用量 (液固比, mL:g)	C 微波功率 /W	D 萃取时间 /min
1	35	20	400	5
2	50	30	600	8
3	70	60	700	12

## 3 结果与讨论

## 3.1 萃取剂及其浓度的影响

提取天然植物中绿原酸常用的溶剂有水和乙醇溶液。文献[3]比较了不同溶剂下中药金银花中绿原酸提取率,发现乙醇水溶液提取效果优于水提。因此,本试验选用乙醇水溶液作提取剂,在微波功率 400 W、温度 70℃、提取时间 12 min 和固液比 1:30 的条件下,考察提取剂中乙醇体积分数对提取率的影响,结果如图 1 所示。结果表明,随着乙醇体积分数的提高,绿原酸的提取率先是不断增加,直到 50% 时达最高;然后,当乙醇体积分数高于 50% 时,所得提取率不断降低。

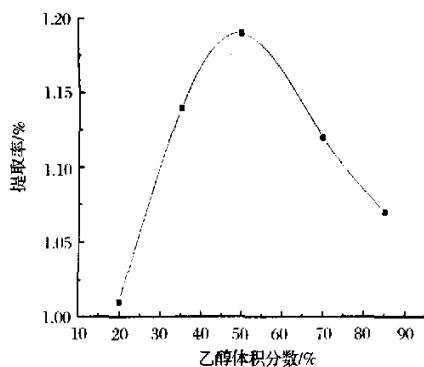


图 1 萃取剂体积分数的影响

## 3.2 萃取剂用量的影响

在微波功率 400 W、温度 70℃、提取时间 12 min 和乙醇体积分数 50% 的条件下,乙醇溶液用量对提取率的影响如图 2 所示。图 2 表明,提取剂的相对用量对微波提取效率也有明显影响。随着提取剂用量的增加,绿原酸的提取率先是迅速提高,但当提取剂用量 >10 mL 即为样品质量的 20 倍以后,提取率基

本保持不变。

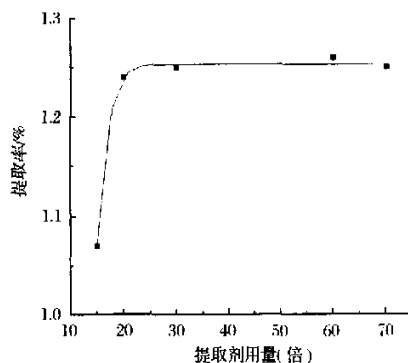


图 2 提取剂用量的影响

## 3.3 微波萃取时间的影响

在微波功率 400 W、温度 70℃、乙醇体积分数 50% 和乙醇用量 15 mL 的条件下,微波萃取时间对提取率的影响如图 3 所示。图 3 显示,随着萃取时间的增加,绿原酸的提取率先是显著提高,在 8 min 时变化缓慢,至 12 min 时提取率最高,然后随着萃取时间继续增加,提取率没有明显变化。结果还表明,增加萃取时间不会使绿原酸分解,这是由于本试验的萃取装置具有控温功能,可有效阻止因萃取时间增加使体系温度升高,而导致提取物分解和提取率降低<sup>[4]</sup>。

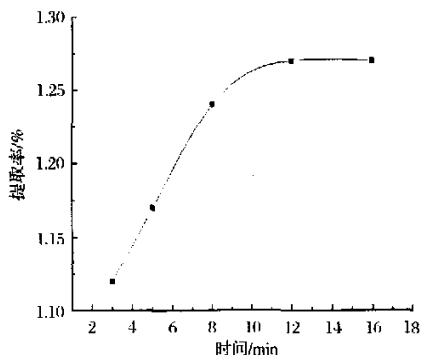


图 3 萃取时间的影响

## 3.4 微波功率的影响

在固定乙醇浓度为 50%、乙醇溶液用量 15 mL、温度 70℃ 和提取时间 12 min 的条件下,微波功率对提取率的影响如图 4 所示。图 4 显示,随着微波功率的提高,绿原酸的提取率先是增加,当高于 400 W 以后,提取率反而不断降低。这是由于微波作用速度快、易造成局部过热现象。当微波功率过高时,因局部过热易使绿原酸氧化或分解。从在功率 400 W 下的提取液为淡绿色和在 800 W 下的提取液为棕色这一颜色变化也能得到证实。

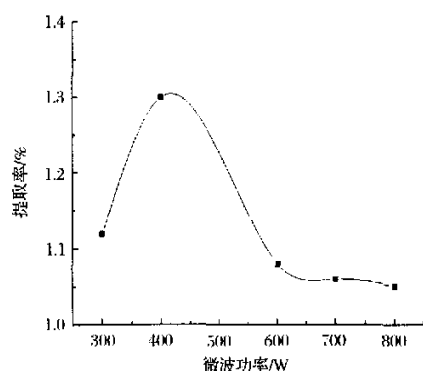


图4 微波功率的影响

### 3.5 正交实验结果

正交试验结果及极差分析如表2所示。由表2中极差结果R可知,影响微波提取藜蒿茎中绿原酸各因素的主次顺序为:B>D>C>A,优化后的最佳提取条件为A<sub>2</sub>B<sub>1</sub>C<sub>1</sub>D<sub>3</sub>,即体积分数50%的乙醇提取剂,20倍样品的提取剂用量,微波功率400 W,70℃下提取12 min。取5份藜蒿茎粉,在该萃取条件下进

表2 微波萃取藜蒿茎正交试验结果

试验号	A	B	C	D	绿原酸提取率
					/%
1	1	1	1	1	1.03
2	1	2	2	2	0.86
3	1	3	3	3	1.05
4	2	1	2	3	1.09
5	2	2	3	1	0.92
6	2	3	1	2	1.05
7	3	1	3	2	1.02
8	3	2	1	3	1.01
9	3	3	2	1	0.93
K <sub>1</sub>		0.98	1.05	1.03	0.96
K <sub>2</sub>		1.02	0.93	0.96	0.98
K <sub>3</sub>		0.99	1.01	1.00	1.05
R	0.04	0.12	0.07	0.09	

行萃取和测定,获得的平均提取率为1.33%(折合烘干前藜蒿茎,绿原酸含量为0.09%),相对标准偏差(RSD)为2.1%。

### 3.6 微波萃取与溶剂回流提取的比较

准确称取1.00 g相同的藜蒿茎粉,在相同的提取溶剂(50%乙醇溶液)、相同的提取剂用量(20 mL)、相同的提取温度(70℃)条件下,对比了微波萃取和溶剂回流提取对绿原酸的提取率,结果如表3所示。可以看出微波萃取时间仅是溶剂回流提取的1/20,而提取率还略高于溶剂回流的提取率。

表3 微波萃取与溶剂回流提取的比较

方法名称	样品质量/g	提取时间/min	提取率/%
微波辅助萃取	1.00	12.0	1.29
溶剂回流提取	1.00	240.0	1.18

## 4 结 论

(1)密闭微波辅助萃取法用于藜蒿茎中绿原酸的提取具有省时、高效节能等优点,而且提取物不易被氧化和变质分解。

(2)密闭微波提取藜蒿茎中绿原酸的最佳条件为:功率400 W、提取溶剂为50%乙醇溶液和20倍样品的提取剂用量、温度在70℃、提取时间12 min。

## 参 考 文 献

- 吕丽爽,潘道东,周庆,等.微波对提取芦蒿叶片中黄酮类化合物的影响[J].食品与发酵工业,2003,29(2):97~98
- 李凤英,崔蕊静,李春华.采用微波辅助法提取葡萄籽中的原花青素[J].食品与发酵工业,2005,31(1):39~42
- 白海波,王剑飞,周蒂.金银花提取条件对绿原酸含量的影响[J].中国现代应用药学杂志,2003,20(2):130~132
- 韦藤幼,赵群莉,阮莉姣,等.微波预处理法提取金银花中的绿原酸[J].中成药,2003(7):534~537

## Study on Airtight Microwave-assisted Extraction of Chlorogenic Acid in *Artemisia selengensis* Turcz

Yan Liushui<sup>1,2</sup> Zgen Exiang<sup>1</sup> Ding Junjun<sup>1</sup> Wan Yiqun<sup>2</sup> Huang Zhimin<sup>1</sup>

1(Department of Environmental and Chemical Engineering, Nanchang Institute of Aeronautical Technology, Nanchang 330034, China)

2(Key Laboratory of Food Science of Ministry of Education, Nanchang University, Nanchang 330047, China)

**ABSTRACT** Using an airtight microwave-assisted extraction apparatus with a temperature controlling part, a microwave-assisted extraction procedure was developed for chlorogenic acid in stem of *Artemisia selengensis* Turcz by an orthogonal test method. The effects of solvent concentration and volume, microwave radiation time and power on extraction output were investigated. The optimum conditions of extraction were obtained as follows: 50% alcohol as solvent, the 20 times volume of sample weight, microwave power 400 W and extraction for 12 min at 70℃. Compared with alcohol refluxing extraction, microwave-assisted extraction is more efficient.

**Key words** microwave-assisted extraction, orthogonal test, *Artemisia selengensis* Turcz, chlorogenic acid