

# 微波萃取沙棘黄酮的研究\*

赵二劳 盖青青 张海容

(忻州师范学院化学系,忻州 034000)

**摘要** 以体积分数 70% 的乙醇为萃取液,用单因素分析与正交试验相结合的方法,研究了微波萃取沙棘叶黄酮。确定的优化条件为:微波功率 560 W,萃取时间 6 min,料液比(g:mL)1:20。测定沙棘叶中黄酮类化合物的含量为 3.068 mg/g。

**关键词** 微波萃取,沙棘叶,黄酮类化合物

微波技术由于具有操作方便、省时、节能和收率高等优点,被广泛用于食品、化学合成、分析、冶金、日化等领域。近年来,微波技术开始应用于天然产物的提取,并备受关注<sup>[1]</sup>。

黄酮类化合物是沙棘叶中主要的活性成分,它能够清除体内自由基,具有抗衰老、治疗心脑血管疾病、降血脂等药用保健功效,广泛用于制药、保健食品和化妆品行业。文献报道<sup>[2]</sup>,黄酮类化合物的提取一般有水煮法,超临界 CO<sub>2</sub> 流体提取和有机溶剂提取法等。其中常用的是有机溶剂提取法,但该方法存在所需提取时间较长、能耗较大等问题。本文采用微波萃取沙棘叶中黄酮,重点考察了微波功率、萃取时间、料液比等因素对提取效果的影响,并与传统的方法进行了比较。

## 1 仪器与试剂

### 1.1 试验仪器

722 型光栅可见分光光度计(上海分析仪器总厂),改装的 LG 型微波炉(天津 LG 电器有限公司),800 低速离心机(常州国华电器有限公司)。

### 1.2 材料与试剂

沙棘叶 5 月份采于山西省宁武县,洗净晒干,在烘箱中 45℃ 连续烘干 48 h,用食品粉碎机粉碎,过 60 目筛,装瓶待用;槲皮素(C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>7</sub>·2H<sub>2</sub>O)(中国预防医学科学院劳卫所);体积

分数(下同)95%乙醇(分析纯,天津市天新精细化工开发中心);硝酸铝[Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O](分析纯,北京化工厂);水为二次蒸馏水。

## 2 试验方法

### 2.1 校准曲线回归方程的建立

准确吸取 0.0142 g/L 的槲皮素标准液 10 mL,用 95%乙醇稀释为 100 mL 的工作液。从工作液中准确吸取 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0、7.0、8.0 mL 分别置于 8 个 10 mL 的比色管中,分别加入 50.0 g/L 硝酸铝乙醇溶液各 1.0 mL,用 95%乙醇稀释至刻度,摇匀,静置 20 min 后,以试剂空白作参比,用 360~500 nm 波长范围内的最大吸收波长 λ<sub>max</sub> = 430 nm 测吸光度得校准曲线(见图 1),回归方程为: A = 0.0719 C + 0.0098, r = 0.9998;式中 C 为槲皮素浓度,mg/L。

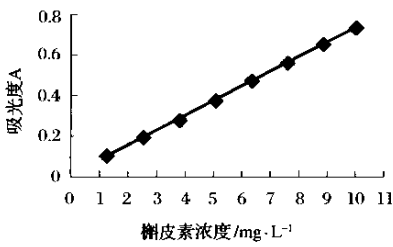


图 1 槲皮素校正曲线

### 2.2 微波萃取的实验方法

针对影响微波萃取效果的微波功率、萃取

第一作者:大学毕业,副教授。

\*忻州师范学院院级科研资助课题

收稿时间:2004-08-02, 改回时间:2004-10-28

时间和料液比<sup>[3]</sup>分别做单因素试验,再做正交试验。

2.2.1 单因素试验

称取 1.0000 g 沙棘叶粉末,以 70% 乙醇为萃取液,分别在不同微波功率、萃取时间和料液比按 2.1 的方法测定提取液的吸光度,考察微波功率、萃取时间和料液比对提取效果的影响。

2.2.2 正交试验

在单因素实验的基础上,考虑各因素间可能的交互作用,进行正交试验。拟定的因素与水平如表 1 所示。

表 1 正交试验因素和水平

| 水平 | 时间/min | 料液比(g/mL) | 功率/W |
|----|--------|-----------|------|
|    | A      | B         | C    |
| 1  | 5      | 1:10      | 280  |
| 2  | 6      | 1:20      | 420  |
| 3  | 7      | 1:30      | 560  |

3 试验结果和讨论

3.1 单因素试验

3.1.1 微波功率的影响

在料液比为 1:30(g/mL),浸出时间为 5 min 的条件下,考察微波功率对黄酮类化合物浸提的影响(如图 2 所示)。微波功率增加,加热速率增大,分子运动速度加快,当微波功率为 420 W 时所得提取液的吸光度与功率为 560 W 时所得提取液的吸光度接近。当微波功率继续增加时吸光度反而降低,可能是由于微波功率的升高,温度也随之升高,引起了黄酮类化合物损失而造成的。因此,高功率的微波引起细胞内部结构的变化,使黄酮类化合物较易转移到溶剂中,使其含量随着功率的升高而升高,但考

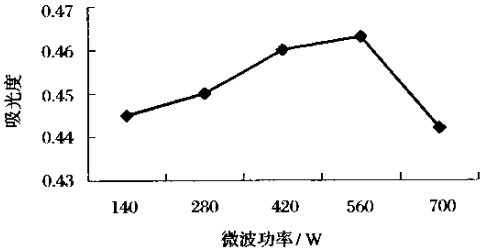


图 2 微波功率对吸光度的影响

虑到功率高时受热温度对黄酮类化合物造成的影响,选择微波功率为 420 W 为宜。

3.1.2 萃取时间的影响

在微波功率为 420 W,料液比为 1:30(g/mL)的条件下,考察萃取时间对黄酮类化合物浸提的影响(如图 3 所示)。从图 3 可以看出,萃取时间对黄酮类化合物含量测定有较大影响,在一定微波功率下,微波辐射时间越长,黄酮类化合物溶出的越多,测定值越大。当达到 6 min 时,认为黄酮类化合物已基本完全溶出。时间继续延长,吸光度增长缓慢,基本保持不变,所以选择萃取时间为 6 min。

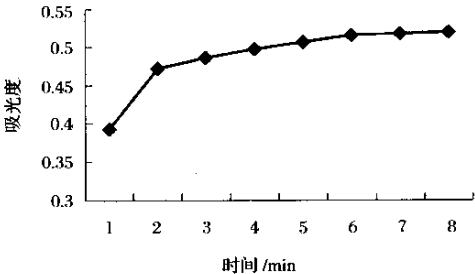


图 3 萃取时间对吸光度的影响

3.1.3 料液比的影响

在微波功率为 420 W,萃取时间为 6 min 的条件下,考察料液比对黄酮类化合物含量测定的影响(如图 4 所示)。由图 4 可知,当料液比  $\geq 1:20$  时,吸光度变化不大。

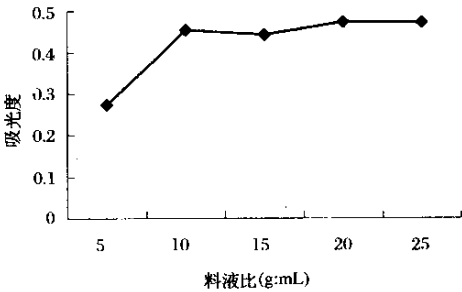


图 4 料液比对吸光度的影响

3.2 正交试验

按  $L_9(3^3)$  正交表安排试验,结果及数据处理见表 2。由极差分析可知,各因素对黄酮类化合物浸提影响的大小排序为:C(微波功率)

>A( 萃取时间 )>B( 料液比 ) ,最佳实验方案为 C<sub>3</sub>A<sub>2</sub>B<sub>2</sub> ,即微波萃取的最优化条件为 :微波功率 560 W ,萃取时间 6min ,料液比 ( g∶mL )1∶20。

表 2 试验结果及极差分析

| 序号             | 时间/min | 料液( g∶mL ) | 功率/W  | 吸光度   |
|----------------|--------|------------|-------|-------|
|                | A      | B          | C     |       |
| 1              | 5      | 1∶10       | 280   | 0.440 |
| 2              | 5      | 1∶20       | 420   | 0.452 |
| 3              | 5      | 1∶30       | 560   | 0.439 |
| 4              | 6      | 1∶10       | 420   | 0.445 |
| 5              | 6      | 1∶20       | 560   | 0.456 |
| 6              | 6      | 1∶30       | 280   | 0.445 |
| 7              | 7      | 1∶10       | 560   | 0.468 |
| 8              | 7      | 1∶20       | 280   | 0.438 |
| 9              | 7      | 1∶30       | 420   | 0.454 |
| K <sub>1</sub> | 1.331  | 1.353      | 1.323 |       |
| K <sub>2</sub> | 1.346  | 1.346      | 1.351 |       |
| K <sub>3</sub> | 1.360  | 1.338      | 1.363 |       |
| k <sub>1</sub> | 0.444  | 0.451      | 0.441 |       |
| k <sub>2</sub> | 0.449  | 0.449      | 0.450 |       |
| k <sub>3</sub> | 0.453  | 0.446      | 0.454 |       |
| R              | 0.009  | 0.005      | 0.013 |       |

3.3 沙棘叶中黄酮类化合物的含量及回收率试验

分别称取沙棘叶粉末 1.000 0 g ,在选定的优化条件下萃取 ,离心分离 ,收集提取液。在 λ<sub>max</sub> = 430 nm 处测定吸光度 ,代入回归方程 ,求得黄酮类化合物含量及回收率如表 3 所示。

表 3 沙棘叶中黄酮含量及回收率

| 试样号 | 含量 /mg·g <sup>-1</sup> | x     | RSD /% | 加标量 /g | 测定总量 /mg·g <sup>-1</sup> | 回收率 /% |
|-----|------------------------|-------|--------|--------|--------------------------|--------|
| 1   | 3.102                  |       |        | 5.076  | 8.163                    | 99.7   |
| 2   | 3.034                  | 3.068 | 0.98   | 5.076  | 8.064                    | 99.1   |
| 3   | 3.083                  |       |        | 5.076  | 8.240                    | 101.6  |
| 4   | 3.054                  |       |        | 5.076  | 8.054                    | 98.5   |

Investigation of Microwave-assisted Extraction of Seabuckthorn Flavonoids

Zhao Erlao    Gai Qingqing    Zhang Hairong

( Department of Chemistry , Xinzhou Teachers University ,Xinzhou 034000 )

**ABSTRACT**    The microwave-assisted extraction of seabuckthorn leaves flavonoids is investigated using single factor and orthogonal test in the 70% ethanol solution. The optimum extraction conditions are microwave power of 560W , extraction time of 6 minutes and liquid-solid ratio of 1∶20 , respectively. The amounts of flavonoids in seabuckthorn leaves is 3.068 mg/g.

**Key words**    microwave-assisted extraction , seabuckthorn leaves , flavonoids

3.4 微波萃取与传统醇提法的比较

微波萃取优化条件所得结果与文献 [ 4 ] 传统醇提法的结果进行比较 ( 见表 4 )。

表 4 微波萃取法与传统醇提法的比较

| 提取方式 | 沙棘叶量 /g | 提取时间 /min | 料液比 ( g∶mL ) | 测定值 /mg·g <sup>-1</sup> |
|------|---------|-----------|--------------|-------------------------|
| 微波提取 | 1       | 6         | 20           | 3.068                   |
| 传统醇提 | 1       | 240       | 100          | 2.896                   |

可见微波萃取比醇提法时间大大缩短 ,可节约时间近 40 倍 ,且提出率有所增加。

4 结 论

( 1 )与传统醇提法相比 ,微波萃取技术应用于沙棘叶的提取具有省时、高效、节能等优点。

( 2 )通过试验得到了微波萃取黄酮的优化条件 :微波功率 560W ,萃取时间 6min 和料液比 ( g/mL )1∶20 ,70% 的乙醇溶液为萃取液。测得样品沙棘叶中黄酮类化合物的含量为 3.068 mg/g ,回收率为 99.7%。

参 考 文 献

1 潘学军 . 微波辅助提取( MAE )研究进展 [ J ]. 化学通报 ,1999 ( 5 ) :7~13  
2 朱万靖 ,倪培德 ,江志炜 . 沙棘果渣中黄酮类化合物最佳提取工艺研究 [ J ]. 中国油脂 ,2001 ,26( 1 ) :35~37  
3 周 谨 ,闫小燕 ,贺高红等 . 微波提取银杏黄酮苷的方法研究 [ J ]. 天然产物研究开发 ,2002 ,14( 1 ) :42~47  
4 赵二劳 ,张海容 ,盖青青等 . 沙棘黄酮的测定及其抗氧化作用 [ J ]. 化学研究及应用 ,2003 ,15( 4 ) :284~285