

# 微波提取紫丁香叶总黄酮工艺的研究

李娜,毛永强

(辽宁工程技术大学理学院,辽宁阜新 123000)

**摘要:**为测定紫丁香叶总黄酮得率并确定其微波提取条件,在微波提取过程中,通过单因素试验分析固液比、微波功率、乙醇浓度、微波辐射时间及提取次数等主要因素对提取率的影响,并通过正交试验优化提取工艺条件。结果表明:微波提取紫丁香叶总黄酮最佳工艺条件为固液比 1:25,微波功率为 480 W,乙醇浓度为 50%,微波辐射时间为 50 s,在该工艺条件下紫丁香叶总黄酮得率可达 0.611%。微波法提取效率高,操作简便,省时且无污染,是提取紫丁香叶总黄酮的有效途径。

**关键词:**紫丁香叶;总黄酮;微波提取;提取工艺

**中图分类号:**S685.26

**文献标识码:**A

**文章编号:**1002-2767(2010)12-0121-03

紫丁香(*Syringa oblata* Lindl.)为木樨科丁香属多年生落叶灌木或小乔木,花色鲜艳且花期长,气味芳香,不仅是园林绿化的主要树种,也是提炼芳香油的优质原料。紫丁香叶含有苷类、有机酸类、黄酮类等多种物质,其嫩叶代茶,具有清热止渴、提神明目等功效;其叶干燥后入药,具有抗菌消炎、抗病毒、保肝利胆、增强机体免疫力等作用<sup>[1-3]</sup>。

近年来,微波提取法以其操作简便、副产物少、提取效率高、能耗低及产物易纯化等特点,已广泛应用于黄酮等天然产物有效成分的提取工艺研究中<sup>[4-5]</sup>。该文采用单因素和正交试验方法,研究微波提取法对紫丁香叶总黄酮得率的影响,以期对紫丁香资源的开发利用提供理论依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 试剂与仪器

新鲜紫丁香叶采自阜新市人民公园;芦丁(生化试剂,含量 $\geq 95.0\%$ ),国药集团化学试剂有限公司生产; $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 、 $\text{NaOH}$ 、 $\text{NaNO}_2$ 、无水乙醇等试剂均为市售分析纯。

格兰仕 WD900B 型微波炉,佛山市格兰仕微波炉有限公司生产;TU-1800 紫外可见分光光度计,北京普析通用仪器有限责任公司生产;754 型紫外可见分光光度计,上海第三分析仪器厂生产;KDC-160HR 高速冷冻离心机,安徽中科中佳科学仪器有限公司生产;FA2004N 电子天平,上海

精密科学仪器有限公司生产;GZX-9140MBE 电热恒温鼓风干燥箱,上海博迅实业有限公司生产;HH-6 型电子恒温水浴锅,常州国华电器有限公司生产。

### 1.2 方法

**1.2.1 标准曲线的制作** 精密称取 120℃ 烘至恒重的芦丁对照品 10.0 mg,置于 50 mL 容量瓶中,加 60%乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀即得浓度为 0.20  $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$  芦丁标准溶液。精密吸取芦丁标准溶液 0、1.0、2.0、3.0、4.0 和 5.0 mL 分别置于 10 mL 容量瓶中,分别加入 5%  $\text{NaNO}_2$  溶液 0.3 mL,摇匀,静置 6 min,加 10%  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  溶液 0.3 mL,摇匀,静置 6 min,再加入 1.0  $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{NaOH}$  溶液 4.0 mL,用 60%乙醇定容至刻度,摇匀,放置 15 min,在紫外可见分光光度计上,在 400~700 nm 进行全波长扫描,得最大吸收峰在 510 nm 处。在 510 nm 处测定溶液吸光度,得芦丁浓度  $C(\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1})$  与吸光度  $A$  的回归方程: $C=5.202A+0.0012$ ,相关系数  $r=0.9997$ 。

### 1.2.2 紫丁香叶总黄酮的微波提取及得率计算

将新鲜紫丁香叶洗净并低温烘干,粉碎后过 80 目筛备用。精密称取 0.5 g 紫丁香叶粉末置于烧瓶中,加入一定浓度、一定体积的乙醇,置于微波炉中加热一段时间,4 000  $\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$  离心 20 min,上清液用 60%乙醇定容至 50 mL 容量瓶中待用。取 2.0 mL 待测液于 10 mL 容量瓶中,按照测定芦丁标准液的步骤测定其吸光度,紫丁香叶总黄酮得率可按式计算:

$$\text{紫丁香叶总黄酮得率}/\% = \frac{C \times 50 \times 10}{2.0 \times W \times 1000} \times 100$$

式中  $C$  为根据回归方程计算出的总黄酮浓

收稿日期:2010-10-08

基金项目:辽宁工程技术大学青年科学基金资助项目(2006B)

第一作者简介:李娜(1976-),女,满族,辽宁省北镇市人,硕士,讲师,从事天然产物研究与开发利用工作。E-mail:linamaoyongqiang@126.com。

度,其单位为  $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ ;50 和 10 为稀释倍数;2.0 为取 2.0 mL 待测液;W 为紫丁香叶干重,其单位为 g。

## 2 结果与分析

### 2.1 单因素试验

#### 2.1.1 固液比对紫丁香叶总黄酮得率的影响

在微波功率 160 W、乙醇浓度 40%、微波辐射时间 30 s、提取 1 次条件下,选取固液比为 1:10、1:15、1:20、1:25、1:30 进行微波提取试验。

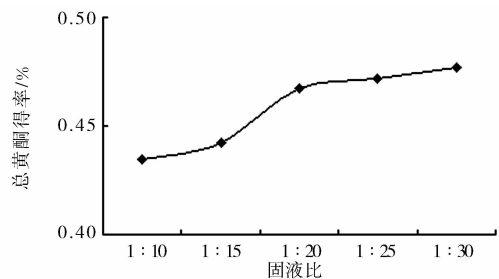


图1 固液比对总黄酮得率的影响

从图1可以看出,随着固液比增加,物料体系与提取剂体系间浓度差加大,总黄酮得率增加,但当固液比达到 1:20 后,增加提取剂用量总黄酮得率增加缓慢。为减小溶剂用量,降低生产成本,固液比应选择 1:20。

#### 2.1.2 乙醇浓度对紫丁香叶总黄酮得率的影响

在微波功率为 160 W、微波辐射时间 30 s、固液比 1:10、提取 1 次条件下,选取乙醇浓度 40%、50%、60%、70%、80% 进行微波提取试验。

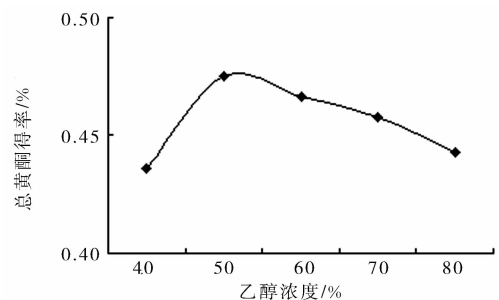


图2 乙醇浓度对总黄酮得率的影响

从图2可以看出,随着乙醇浓度增大,乙醇对物料的渗透性增加,总黄酮得率增加,但乙醇浓度达到 50% 后,总黄酮得率缓慢降低。根据相似相溶原理,紫丁香叶总黄酮极性可能与 50% 乙醇相似,选用 50% 乙醇是较合适的。

2.1.3 微波辐射时间对紫丁香叶总黄酮得率的影响 在微波功率为 160 W、乙醇浓度 40%、固液比 1:10、提取 1 次条件下,选取微波辐射时间为 30、40、50、60、70 s 进行微波提取试验。

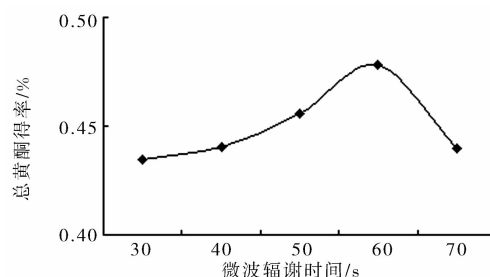


图3 微波辐射时间对总黄酮得率的影响

从图3可以看出,随着微波辐射时间延长,黄酮类物质逐渐溶出,总黄酮得率增加,但微波辐射时间达到 60 s 后,部分黄酮类物质因吸收大量热量而变性,对黄酮类物质溶出产生一定的束缚,总黄酮得率降低。因此微波辐射时间选择 60 s。

2.1.4 微波功率对总黄酮得率的影响 在微波辐射时间 30 s、乙醇浓度 40%、固液比 1:10、提取 1 次条件下,选取微波功率为 160、320、480、640、800 W 进行微波提取试验,结果见图4。

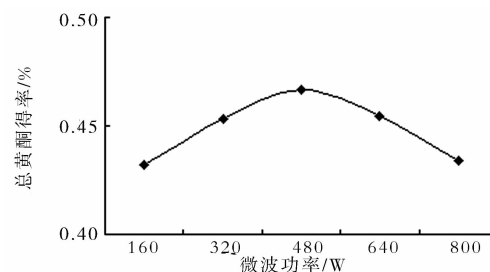


图4 微波功率对总黄酮得率的影响

从图4可以看出,随着微波功率增大,黄酮类物质溶解度增大,总黄酮得率逐渐增加,但微波功率达到 480 W 后,可能部分黄酮类物质结构被氧化破坏,也可能部分蛋白质吸热变性而与黄酮类物质共沉淀,导致总黄酮得率降低。因此,微波功率选择 480 W 为宜。

2.1.5 提取次数对总黄酮得率的影响 在微波功率 160 W、微波辐射时间 30 s、乙醇浓度 40%、固液比 1:10 条件下,选取提取次数为 1、2、3、4、5 次进行微波提取试验。

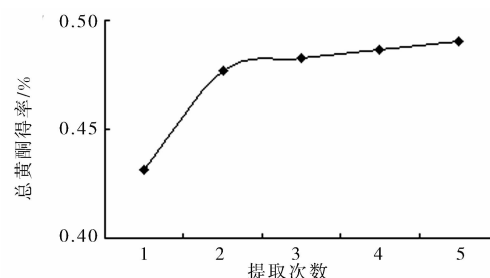


图5 提取次数对总黄酮得率的影响

从图 5 可以看出,随着提取次数增加,总黄酮得率逐渐增大,但提取 2 次之后增加量缓慢。考虑到成本因素,提取次数采用 2 次为宜。

2.2 正交试验

根据单因素试验结果,以乙醇水溶液为提取剂提取 2 次,选择乙醇浓度、固液比、微波功率和微波辐射时间 4 个因素设计正交试验表  $L_9(3^4)$ ,以确定紫丁香叶总黄酮的最佳提取工艺参数。正交试验设计因素水平及结果分析见表 1 和表 2。

表 1 正交试验因素水平

水平	A 固液比	因素		
		B 微波 功率/W	C 乙醇 浓度/%	D 微波辐射 时间/s
1	1:15	320	40	40
2	1:20	480	50	50
3	1:25	640	60	60

表 2 正交试验结果

序号	A 固液比	B 微波 功率	C 乙醇 浓度	D 微波辐射 时间	总黄酮 得率/%
1	1	1	1	1	0.493
2	1	2	2	2	0.573
3	1	3	3	3	0.507
4	2	1	2	3	0.501
5	2	2	3	1	0.584
6	2	3	1	2	0.594
7	3	1	3	2	0.528
8	3	2	1	3	0.587
9	3	3	2	1	0.605
$K_1$	0.524	0.507	0.558	0.561	
$K_2$	0.560	0.581	0.560	0.565	
$K_3$	0.573	0.569	0.540	0.532	
R	0.049	0.074	0.020	0.033	

由表 2 极差分析结果可以看出,影响紫丁香叶总黄酮得率的因素主次顺序为  $B>A>D>C$ ,即微波功率、固液比、微波辐射时间和乙醇浓度。最佳工艺组合为  $A_3B_2C_2D_2$ ,即固液比 1:25,微波功率 480 W,乙醇浓度 50%,微波辐射时间 50 s。因最佳组合不在实验设计中,需做验证试验。

2.3 验证试验

按上面优选工艺  $A_3B_2C_2D_2$ ,平行提取 3 次,得紫丁香叶总黄酮平均得率为 0.611%,表明试验所确定的最佳工艺为较优工艺。

3 结论

通过单因素试验和正交试验,确定微波提取紫丁香叶总黄酮最佳工艺条件为固液比 1:25,微波功率 480 W,乙醇浓度 50%,微波辐射时间 50 s,在该工艺条件下紫丁香叶总黄酮得率可达 0.611%。微波法提取效率高,操作简便,省时且无污染,可为紫丁香资源的开发利用提供参考。

参考文献:

[1] 明军,顾万春.紫丁香天然群体遗传多样性的 AFLP 分析[J].园艺学报,2006,33(6):1269-1274.  
[2] 李永吉,吕邵娃,王艳宏,等.丁香叶药用研究进展[J].中药信息,2003,31(6):19-21.  
[3] 姜新,姜鸢.紫丁香研究进展[J].江苏林业科技,2008,35(3):51-53,57.  
[4] 吴雪辉,江南,梁颖诗,等.微波提取板栗花中黄酮类物质的工艺研究[J].食品工业科技,2006,27(8):106-109.  
[5] 陈伟,刘青梅,杨性民,等.微波技术在杜仲黄酮提取工艺中的应用研究[J].食品科学,2006,27(10):285-288.

Study on Microwave Extraction of Total Flavonoids  
from Leaves of *Syringa oblate*

LI Na, MAO Yong-qiang

(Science College of Liaoning Technical University, Fuxin, Liaoning 123000)

**Abstract:** The content of total flavones in leaves of *Syringa oblate* was determined and the microwave extraction condition was confirmed. During the extracting process, main factors including solid-liquid ratio, microwave power, ethanol concentration, microwave radiation time and extraction times were studied by single factor experiment. The extraction conditions were optimized by orthogonal experiment. The result showed that the optimum extraction conditions were determined as follows: solid-liquid ratio was 1:25, microwave power was 480 W, ethanol concentration was 50%, and microwave radiation time was 50 s. Under the conditions the yield of total flavonoids in leaves of *Syringa oblate* could reach 0.611%. The microwave extraction technology was high efficiency, convenient operation, time saving and no pollution. It was an ideal way to extract the total flavonoids from leaves of *Syringa oblate*.

**Key words:** leaves of *Syringa oblate*; total flavonoids; microwave extraction; extraction technology