

微波法提取甘草中类黄酮的工艺研究

余 蕾

(厦门海洋职业技术学院 生物技术系, 福建 厦门 361100)

摘 要:以甘草根茎为试材,以微波处理强度、微波处理时间、提取液乙醇浓度和料液比为考察因素,研究了微波法各提取因素对甘草中类黄酮得率的影响。结果表明:从甘草中提取类黄酮的最佳提取工艺为微波处理强度 600 W、微波处理时间 3 min、提取液乙醇浓度 70%、料液比 1:25 g/mL,此条件下类黄酮得率为 61.17 mg/g。

关键词:类黄酮;甘草;微波法;提取工艺

中图分类号:S 567.7⁺1 **文献标识码:**B **文章编号:**1001-0009(2014)07-0130-03

甘草(*Glycyrrhiza uralensis* Fisch)属豆科多年生草本植物,是一种补益中草药,药用部位是根及根茎,具有清热解毒、祛痰止咳、脘腹等功效^[1]。甘草的根及根茎中含有 20 余种皂苷类物质,总含量达 6%~14%,其中甘草甜素含量最大。大量的研究表明,甘草根茎内含有大量的类黄酮成分,是甘草中重要的生理活性物质^[2]。类黄酮为三元环化合物,是一类植物色素的总称,具有保护心脏的功效,此外,类黄酮可以抑制有害的低密度脂蛋白的产生,还有减小血栓形成的作用,目前,类黄酮已广泛用于治疗冠心病^[3]。微波提取技术又称微波萃取技术,该技术具有试剂用量少、节能、污染小、过程易于控制、提取效率高、省时等特点,目前,已广泛应用于药用植物有效成分的提取^[4]。该试验采用微波法从甘

草中提取类黄酮,通过单因素试验和正交实验研究甘草中类黄酮的最佳提取工艺,以期类黄酮的提取提供参考。

1 材料与方法

1.1 试验材料

供试材料为市售甘草根茎。

供试仪器:水浴锅、UV-1700 型紫外可见分光光度计、AL204 型电子天平、JH-210K 宇普食品加工机、格兰仕微波炉 G80F23CN2L-A9(SO)、移液器、TDL-4 型台式离心机等。

1.2 试验方法

1.2.1 提取工艺 将甘草根茎风干至恒重,研磨成细粉,称取 1 g 的甘草细粉装入锥形瓶,加入蒸馏水用玻璃棒搅拌,然后放入微波炉中加热,一段时间后取出,再注入定量乙醇进行回流提取 2 h,提取温度 70℃。得到的提取液经过滤后取出适量进行测定^[5]。

1.2.2 类黄酮含量测定 取 1 mL 的待测提取液用甲

作者简介:余蕾(1970-),女,福建厦门人,硕士,副教授,现主要从事食品加工和食品卫生与安全及营养功能成分等的教学与科研工作。E-mail:82642444@qq.com。

收稿日期:2013-11-19

Study on Technology of Resveratrol Extraction From *Polygonum cuspidatum* by Ultrasonic Wave

LIU Chao, YANG Qing-qing

(Jilin Province Key Laboratories in Universities for Using and Protecting of Animal and Plant Resources in Changbai Mountain, Jilin Agriculture Science and Technology College, Jilin, Jilin 132101)

Abstract: Taking Chinese traditional medicine *Polygonum cuspidatum* as materil, and its crude product was evrymed by cellulase, the effect of ethanol concentration, solid-liquid ratio, ultrasonic time, and ultrasonic temperature at different levels for resveratrol extraction were studied by ultrasonic wave. The results showed that the optimal extraction conditions were as follows: the *Polygonum cuspidatum* was extracted by 80% alcohol at 60℃ for 30 min and the ratio of liquid to solids was 1:25 g/mL, the yield of resveratrol was 0.328%.

Key words: *Polygonum cuspidatum*; resveratrol; ultrasonic wave extraction; technology

醇稀释定容至 25 mL 后,静置 2 min,采用波长为 360 nm 的紫外光测定提取液的吸光度,根据芦丁标准曲线计算类黄酮含量^[6]。芦丁标准曲线由厦门海洋职业技术学院食品加工实验室提供(图 1)。芦丁标准曲线的线性回归方程为: $Y=0.2976X-0.03100$, $r=0.99826$ 。回归方程说明 2 个变量间有很强的线性相关性。

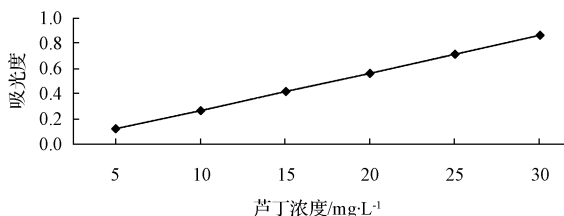


图 1 芦丁标准曲线

1.2.3 单因素试验 微波处理强度对类黄酮得率的影响:称取 1 g 甘草根茎细粉装入锥形瓶中,以料液比 1:20 g/mL 的比例注入蒸馏水,设置微波炉 0、300、600、900、1 200 W 5 组不同微波处理强度中加热,处理 4 min 后取出注入 20 mL 70%乙醇回流提取,计算提取液类黄酮含量。微波处理时间对类黄酮得率的影响:称取 1 g 甘草根茎细粉装入锥形瓶中,以料液比 1:20 g/mL 的比例注入蒸馏水,在微波处理强度 600 W 的条件下,分别加热 2、3、4、5、6 min 后取出注入 20 mL 70%乙醇回流提取,测定提取液类黄酮含量。提取液浓度对类黄酮得率的影响:称取 1 g 甘草根茎细粉装入锥形瓶中,以料液比 1:20 g/mL 的比例注入蒸馏水,放在微波炉中加热,微波强度 600 W,加热 4 min 后取出注入 20 mL 50%、60%、70%、80%、90% 5 组不同浓度的乙醇回流提取,测定提取液类黄酮含量。提取液料液比对类黄酮得率的影响:称取 1 g 的甘草根茎细粉装入锥形瓶中,以 1:10、1:15、1:20、1:25、1:30 g/mL 5 组不同的料液比注入蒸馏水,在微波强度 600 W 条件下处理 4 min 后取出,注入 20 mL 70%乙醇回流提取,最后进行提取液类黄酮含量测定^[7-9]。

1.2.4 正交实验 为了确定提取甘草类黄酮的最佳工艺条件,在单因素试验的基础上,选取微波处理强度、微波处理时间、提取液乙醇浓度及料液比 4 个影响因素,采用 $L_9(4^3)$ 正交表进行正交实验(表 1)。

表 1 正交实验因素与水平

水平	因素			
	A 微波处理强度	B 微波处理时间	C 提取液乙醇浓度	D 料液比
	/W	/min	/%	/g·mL ⁻¹
1	300	3	60	1:15
2	600	4	70	1:20
3	900	5	80	1:25

2 结果与分析

2.1 不同微波处理强度对类黄酮得率的影响

由图 2 可知,随着微波处理强度的增加,类黄酮的得率呈现先高后低的趋势,300 W 之前,类黄酮得率增高较快,300~600 W 时,呈现缓慢增长趋势,微波处理强度为 600 W 时,类黄酮得率最高。但超过 600 W 后,类黄酮得率迅速下降,超过 900 W 缓慢下降,综合比较,600 W 微波处理强度为最好。

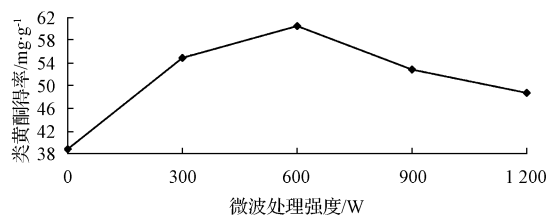


图 2 不同微波强度对类黄酮得率的影响

2.2 不同微波处理时间对类黄酮得率的影响

由图 3 可知,类黄酮得率随着微波处理时间的增长呈现先高后低的趋势,在微波处理 4 min 之前,呈现缓慢增长趋势,处理 4 min 时达到最大,处理时间超过 4 min 后,类黄酮得率开始下降,综合比较,以微波处理时间 4 min 最为合适。

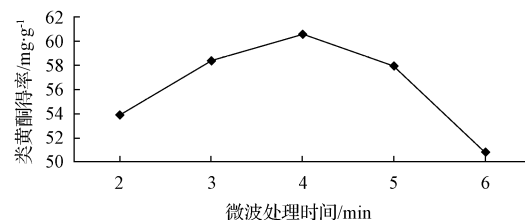


图 3 不同微波处理时间对类黄酮得率的影响

2.3 不同提取液乙醇浓度对类黄酮得率的影响

由图 4 可知,类黄酮得率随着提取液乙醇浓度的增高呈现先高后低趋势,乙醇浓度低于 70% 时,类黄酮得率缓慢增长,乙醇浓度为 70% 时,类黄酮的得率最高,乙醇浓度超过 70%,类黄酮得率急剧下降,乙醇浓度达到 90% 时,得率为 0,综合比较,适宜的提取液乙醇浓度为 70%。

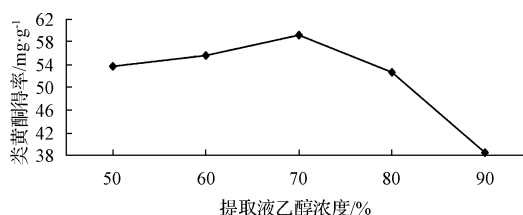


图 4 不同提取液乙醇浓度对类黄酮得率的影响

2.4 不同料液比对类黄酮得率的影响

由图 5 可知,类黄酮得率随着料液比的增大呈现先高后低的趋势,在料液比低于 1:20 g/mL 时,类黄酮得率逐渐增高,在料液比 1:20 g/mL 时达到最高,大于 1:20 g/mL 之后类黄酮的得率急剧下降,综合比较,料液比 1:20 g/mL 为最好。

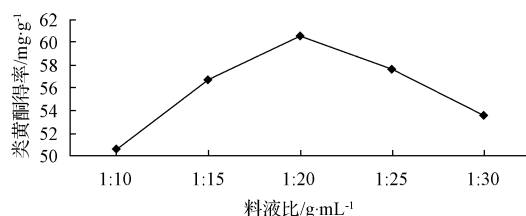


图 5 料液比对类黄酮得率的影响

2.5 正交实验

由表 2 可知,4 个因素对类黄酮得率均有不同程度的影响,根据极差 R 大小得出影响顺序为 $A>D>B>C$,即微波处理强度>料液比>微波处理时间>提取液

表 2 正交实验结果

试验号	因素				类黄酮得率 /mg·g ⁻¹
	A 微波处理 强度/W	B 微波处理 时间/min	C 提取液 乙醇浓度/%	D 料液比 /g·mL ⁻¹	
1	1(300)	1(3)	1(60)	1(1:15)	53.67
2	2(600)	1	2(70)	2(1:20)	58.35
3	3(900)	1	3(80)	3(1:25)	55.44
4	3	2(4)	2	1	48.65
5	1	2	3	2	53.25
6	2	2	1	3	56.93
7	2	3(5)	3	1	53.33
8	3	3	1	2	49.36
9	1	3	2	3	57.59
K_1	164.51	167.46	159.96	155.65	
K_2	168.61	158.83	164.59	160.96	
K_3	153.45	160.28	162.02	169.96	
k_1	54.84	55.82	53.32	51.88	
k_2	56.20	52.94	54.86	53.65	
k_3	51.15	53.43	54.01	56.65	
R	5.05	2.88	1.54	4.77	

乙醇浓度。甘草中类黄酮提取工艺最佳组合为 $A_2B_1C_2D_3$,即从甘草中提取类黄酮的最佳条件为微波处理强度 600 W、微波处理时间 3 min、提取液乙醇浓度 70%、料液比 1:25 g/mL。

2.6 验证试验

根据正交实验结果可知,甘草中类黄酮提取工艺条件最佳组合为 $A_2B_1C_2D_3$,在此条件下进行验证试验,3 次重复,类黄酮得率分别为 61.31、62.08、60.12 mg/g,平均值为 61.17 mg/g,该平均值高于单因素试验结果及正交实验结果,所以从甘草中提取类黄酮的最佳工艺为微波处理强度 600 W、微波处理时间 3 min、提取液乙醇浓度 70%、1:25 g/mL。

3 结论

该试验结果表明,影响类黄酮得率的大小顺序为微波处理强度>料液比>微波处理时间>提取液乙醇浓度,最佳提取工艺为微波处理强度 600 W、微波处理时间 3 min、提取液乙醇浓度 70%、料液比 1:25 g/mL,由于该试验只针对 4 个因素进行了分析,是否有其它因素影响甘草中类黄酮的得率还有待于进一步研究。

参考文献

- [1] 陆秀萍,叶林军.甘草的解毒作用及机理[J].海峡药学,2007,19(2):82-83.
- [2] 刘成伦,唐德容.黄酮类化合物抗氧化性质的研究进展[J].食品研究与开发,2006(5):321-324.
- [3] 唐传核,彭志英.类黄酮的最新研究进展(Ⅰ)-抗氧化研究[J].中国食品添加剂,2001(5):12-16.
- [4] 郭振库,王旭兵.微波提取技术的研究方向探讨[J].材料导报,2007,21(11A):28-33.
- [5] 刘晓凤,相炎红,张百刚,等.甘草黄酮的提取工艺研究[J].安徽农业科学,2009(6):8534-8535.
- [6] 朱飞娥,田自华,张子义.甘草总黄酮微波法提取工艺的研究[J].畜牧与饲料科学,2008(5):1-2.
- [7] 李峰,金美芳.微波法提取银杏黄酮甙的新工艺[J].食品科学,2000,21(2):39-41.
- [8] 张熊禄.微波法从柑桔皮中提取类黄酮[J].工艺技术,2005,26(3):119-121.
- [9] 胡国庆.微波法提取桑叶黄酮工艺条件的研究[J].淮北煤师院学报,2003,24(2):32-34.

Research on Flavonoid Extraction From *Glycyrrhiza uralensis* Fisch by Microwave Method

YU Lei

(Department of Biotechnology, Xiamen Ocean Vocational College, Xiamen, Fujian 361100)

Abstract: Taking *Glycyrrhiza uralensis* Fisch as material, the microwave treatment power, treatment time, ratio of solid to liquid, ethanol concentration as factors, the effect of microwave extraction on flavonoid yield were studied by single factor test and orthogonal experiment. The results showed that microwave treatment power was 600 W, microwave processing time was 3 min, the concentration of alcohol was 70% and the ratio of solid to liquid was 1:25 g/mL, flavonoid yield was 61.17 mg/g.

Key words: flavonoid; *Glycyrrhiza uralensis* Fisch; microwave method; extraction technology