

# 微波法从柑桔皮中提取类黄酮

张熊禄

(赣南师范学院化学与生命科学系, 江西 赣南 341000)

**摘 要:** 介绍了以柑桔皮为原料用微波法提取类黄酮方法, 通过正交试验, 并对该方法进行了最佳条件的探讨。得出最优化提取条件为: 功率 30%, 提取时间 3.0h, 料液比 1g:8ml, 提取次数为 4 次。在此条件下, 类黄酮提取率为 3.12%。

**关键词:** 柑桔; 类黄酮; 微波; 提取

## Microwave Method Used to Extract Flavone from Citrus Peel

ZHANG Xiong-lu

(Department of Chemistry and Life Science, Gannan Normal College, Gannan 34100, China)

**Abstract:** The paper introduced conditions to extract flavone from citrus peel by microwave irradiation. The optimum conditions were studied to extract flavone by alternative experiments, the optimum conditions were: power 30 percent, time 3h, proportion of citrus and liquid 1 gram to 8 milligram. Respectively, extraction of times 4 and the Flavanoid yield percent 3.12.

收稿日期: 2003-12-09

作者简介: 张熊禄(1955-), 男, 教授, 从事有机化学教学与有机合成及天然产物提取研究。

步实验表明: 当薄荷脑为 0.5g, 包埋率几乎没有增加, 包埋度却降低一半。也就是微胶囊的功效降低了一倍。

### 3 结 论

3.1 本次实验采用明胶和海藻酸钠为壁材, 通过调节 pH 值获得薄荷脑微胶囊, 其较佳制备工艺条件为: 海藻酸钠浓度溶液 1%/ 明胶溶液浓度 6%, pH 值为 4.1, 温度 40℃, 薄荷脑投用量为 1.0g 左右。

3.2 制备的微胶囊色白或黄, 颗粒不均匀, 得率较高, 易结块, 粉碎后粒度较好, 基本没有薄荷脑的凉味。

3.3 微胶囊在常温下较稳定, 但随着温度的升高, 稳定性有所下降; 酸性条件下较稳定; 在超声波条件下稳定性较差。

### 参考文献:

- [1] R Yang, H Xu, Y P Zhang. Preparation, physical property and thermal physical property of phase change microcapsual slurry and phase change emulsion[J]. Solar Energy Material and Solar Cells, 2003, 80: 405-416.
- [2] N Yamazaki, Y Z Du, M Nagai, et al. Preparation of

polyepoxide microcapsual via interfacial polyaddition reaction in W/O and O/W emulsion systems[J]. Colloids and Surfaces B: Biointerfaces, 2003, 29: 159-169.

- [3] S Takada, Y Yamagata, M Misaki, et al. Sustained release of human growth hormone from microcapsules prepared by a solvent evaporation techniche[J]. J of Controlled Release, 2003, 88: 229-242.
- [4] H Ichikawa, M Arimoto, Y Fukumori. Design of microcapsules with hydrogel as a membrane component and their preparation by a spouted bed[J]. 2003, 130: 189-193.
- [5] 吴彩娥, 闫师杰, 寇晓虹, 等. 锐孔法制作核桃油微胶囊的研究[J]. 食品工业科技, 2002, 23(2): 18-20.
- [6] Dziezak J D. Microcapsulation and Encapsulates[J]. Food Technology, 1988, 42(4): 138.
- [7] 宋健, 陈磊, 李效军. 微胶囊化技术及应用[M]. 北京: 化学工业出版社; 精细化工出版中心, 2001.
- [8] 李光水, 雍国平, 肖凌. 香味微胶囊的释放模型及机理探讨[J]. 食品工业科技, 1998, (2): 7-8.
- [9] 李光水, 肖凌. 薄荷醇-变性淀粉微胶囊的实验研究[J]. 食品科学, 1998, 19(7): 40-42.
- [10] 刘学文, 刘晓虎. 液体油脂粉末化中新型壁材的应用研究[J]. 中国油脂, 2001, (5): 95-99.

**Key words:** citrus; flavone; microwave; extraction

中图分类号: TS255.1

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2005)03-0119-03

柑桔属中的类黄酮含量丰富,易于分离,具有独特的芳香性和显著的药理学作用<sup>[1]</sup>。在成熟的柑桔果实中,类黄酮在果皮、果肉、果核中含量较高,而在果汁中含量较低,仅为1%~5%,这样柑桔经过榨汁后,剩余的下脚料可被综合利用,其综合利用方式之一一是用于提取类黄酮等天然活性物质<sup>[2]</sup>。1998年,我国柑桔生产量达到 $10 \times 10^4$ t,居世界第三位,除部分品种用于鲜食及加工外,许多品种及下脚料未得到综合利用,因此深度开发柑桔中丰富的类黄酮资源,研究其生理及药理学作用,对于柑桔的深加工及其在医药、食品领域的应用,具有重大的经济效益和社会效益<sup>[3]</sup>。

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<sup>[4]</sup>,已广泛应用生化蛋白质水解、有机合成、酯化等反应中,目前有文献报道用于天然物的提取<sup>[5]</sup>。本文探索了运用微波技术提取柑桔皮中类黄酮,为柑桔皮的充分利用提供新的方法。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

柑桔皮、工业酒精、无水乙醇、亚硝酸钠、硝酸铝、氢氧化钠均为分析纯。

### 1.2 仪器

722光栅分光光度计 上海第三分析仪器厂制造;三乐微波炉 南京陵江科技制造;R-201型旋转蒸发器 郑州长城科工贸有限公司制造;SHB-III型循环水式多用真空泵 郑州长城科工贸有限公司制造;马头牌 JYT-2 架盘药物天平 上海医用激光仪器厂制造。

### 1.3 工作曲线回归方程建立

#### 1.3.1 芦丁标准溶液配制

准确称取芦丁标准试剂0.1124g,用30%乙醇溶解,并完全转入500ml容量瓶中,用30%乙醇定容。

#### 1.3.2 系列芦丁标准溶液的配制—吸光度测定

分别取上述芦丁标准溶液1、2、4、6、8ml于5只25ml容量瓶中,用30%乙醇补充至12.5ml,加入0.7ml  $\text{NaNO}_2$ (1:20),摇匀,放置5min后加入0.7ml  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ (1:10),6min后再加入5ml 1mol/L NaOH,混匀,用30%乙醇稀释到刻度,10min后于波长500nm处比色测定,试剂为空白参比,其结果见表1。

用最小二乘法作线性回归,得芦丁浓度Y与吸光度A的关系曲线的回归方程式:

$$Y=2.68X+0.215$$

表1 标准芦丁浓度——吸光度值

名称	1	2	3	4	5
芦丁浓度 Y(g/L)	0.00899	0.01798	0.03596	0.05394	0.07192
Rutin concentration					
吸光度 A(x)	0.042	0.058	0.142	0.193	0.260
Absorbance					

## 1.4 类黄酮的提取与测定

### 1.4.1 类黄酮的提取工艺流程

柑桔皮烘干→研碎→酒精、微波辐射提取→过滤→旋蒸去溶剂→真空干燥→粗产品

### 1.4.2 类黄酮的测定

称取15g干燥广柑皮碎片,以工业酒精为溶剂,于微波炉中加热回流提取,滤去残渣,提取液旋转蒸发至少量溶液,完全转移至100ml容量瓶,用无水乙醇定容至100ml。

取1ml上述定容之提取液,于25ml容量瓶中用30%乙醇—水补充至12.5ml,加入0.7ml  $\text{NaNO}_2$ (1:20)摇匀,放置5min后加入0.7ml  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ (1:10),6min后再加入5ml 1mol/L的NaOH溶液,混匀,用30%乙醇稀释至刻度,10min后于500nm处测吸光度,试剂为空白参比。

## 2 结果与讨论

### 2.1 料液比对微波法提取类黄酮的影响

在微波功率为30%,提取时间为3.5h条件下,考察料液比对类黄酮提取的影响(表2所示)。

表2 料液比对类黄酮提取的影响

料液比(g:ml)	1:6	1:8	1:10
Radio of raw material and solution			
得率(%)Yield	2.12	2.98	2.21

由表2可以看出,随着料液比的增大,提取率增大。但以一定程度时,得率有效降低。这可能性是大量溶剂工业酒精吸收了微波导致提取温度降低的缘故,因此,微波法最好的料液比为1g:8ml。

### 2.2 浸提时间对微波法提取类黄酮的影响

在微波功率为30%,料液比为1g:8ml条件下考察时间对类黄酮提取的影响(表3所示)。

表3 提取时间对类黄酮提取的影响

时间(h)Time	2.5	3.0	3.5
得率(%)Yield	2.44	2.78	2.18

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爆沸现象。由表 3 可知, 微波处理时间为 3.0h 最佳。

2.3 提取次数对提取的影响

在微波功率为 30%, 料液比为 1g:8ml, 提取时间为 3.0h, 考察提取次数对类黄酮提取的影响(如表 4 所示)。

表 4 提取次数对得率的影响  
Table 4 Yields affection of extract times

提取次数 Extract times	2	3	4
得率(%)Yield	2.78	2.98	3.08

由表 4 可知, 提取 4 次得率最高。

2.4 正交优化提取工艺

在单因素试验的基础上, 选出影响类黄酮提取率的 3 个主要因素—时间、料液比、提取次数进行优化组合。

考察指标: 类黄酮的提取率。

表 5 试验方案的设定  
Table 5 Desingn of test scheme

水平 Level	时间(h) Time	料液比(g:ml) Radio of raw material and solution	提取次数 Extract times
	A	B	C
1	2.5	1:6	二次
2	3.0	1:8	三次
3	3.5	1:10	四次

2.4.1 正交试验结果

表 6 提取率的试验结果与分析表  
Table 6 Test result and analysis table of extract yield

因素 Factor				
试验号	提取次数	料液比	提取时间(h)	提取率(%)
Number	Extract times	Radio of raw material and solution	Extract time	Extract yield
	A	B	C	
1	1	1(1:6)	1(2.5)	1.83
2	1	2(1:8)	2(3.0)	1.78
3	1	3(1:10)	3(3.5)	2.21
4	2	2(1:8)	3(3.5)	2.98
5	2	3(1:10)	1(2.5)	2.13
6	2	1(1:6)	2(3.0)	3.00
7	3	3(1:10)	2(3.0)	1.86
8	3	1(1:6)	3(3.5)	2.12
9	3	2(1:8)	1(2.5)	2.44
K <sub>1</sub>	5.82	6.95	6.4	
K <sub>2</sub>	8.11	7.2	6.64	
K <sub>3</sub>	6.42	6.2	7.31	
k <sub>1</sub>	1.94	2.31	2.13	
k <sub>2</sub>	2.70	2.40	2.21	
k <sub>3</sub>	2.14	2.06	2.43	

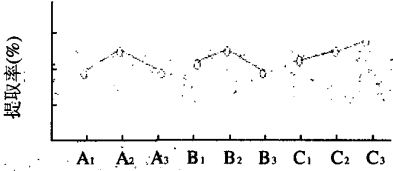


图 1 提取率与三因素之关系图

Fig.1 Extract yield is relation of three factor

由表 6 中的 k<sub>1</sub>、k<sub>2</sub>、k<sub>3</sub> 为纵坐标, 对 A、B、C 分别作图得出提取率与三因素之关系图 1。由图可得出如下结论:

- (1) 提取时间为 3h, 提取率最高。
- (2) 料液比(1g:8ml)时, 提取率最高。
- (3) 提取次数越多提取率越高。但是, 提取次数的增加, 酒精溶剂耗量增大, 回收溶剂能耗增加, 提取四次以后, 黄酮的提取率增加不大, 从单因素实验结果表明, 提取次数为四次为好。

综合以上分析以 A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>C<sub>3</sub> 为最好。

2.4.2 验证最优化条件

在最优化条件下, 称取 15g 样品, 料液比 1g:8ml, 时间为 3.0h, 功率 30%, 提取次数为四次, 微波提取, 得率 3.12%。

3 结 论

3.1 微波技术用于柑桔皮中类黄酮的提取具有省时、高效、节能等优点。而且提取物不易发霉、变质, 同时易于分离纯化。

3.2 微波提取的最佳工艺条件: 功率为 30%, 时间为 3h, 料液比 1g:8ml, 提取次数为 4 次。

参考文献:

[1] 赵雪梅, 朱大元, 叶兴乾, 等. 柑桔属中类黄酮的研究进展[J]. 天然产物研究与开发, 2002, 14(1): 89-92.

[2] 李嵘, 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.

[3] 李功玲, 陈学武, 李琳. 微波强化浸取天然色素的研究[J]. 食品科学, 2002, 23(2): 49-52.

[4] 陈运中. 苦荞麦黄酮含量的测定[J]. 食品科学, 1998, 19(3): 54-56.

[5] 杜志坚, 刘志勇, 王莉, 等. 微波辅助提取荆芥根中总黄酮及含量测定[J]. 食品与发酵工业, 2003, 29(2): 99-100.