

# 千层塔黄酮类物质的微波提取工艺

余红英<sup>1</sup>, 孙远明<sup>2</sup>, 罗宗铭<sup>1</sup>, 符玉飞<sup>1</sup>

(1.广东工业大学轻化工学院, 广东 广州 510090; 2.华南农业大学食品学院, 广东 广州 510642)

**摘 要:** 对千层塔茎黄酮类物质的微波提取工艺进行了探讨。结果表明, 微波提取的影响因素顺序为乙醇浓度>微波功率>辐射时间>料液比。千层塔茎黄酮类物质的最佳提取条件为辐射时间 30s, 微波功率 650W, 乙醇浓度 90%, 料液比 1:50(W/V)。此条件下总黄酮提取率为 16.651mg/g。

**关键词:** 千层塔; 黄酮; 微波; 提取工艺

## Technology of Flavonoids Extraction from Stems of *Huperzia Serrata* (Thunb.) Trev

YU Hong-ying<sup>1</sup>, SUN Yuan-ming<sup>2</sup>, LUO Zong-ming<sup>1</sup>, FU Yu-fei<sup>1</sup>

(1.Faculty of Chemical Engineering and Light Industry, Guangdong University of Technology, Guangzhou 510090, China; 2.College of Food Science, South China Agricultural University, Guangzhou 510642, China)

**Abstract:** The technology of Extraction flavonoids from stems of *Huperzia serrata* (Thunb.) Trev by microwave was studied in this paper. The results showed that factors influencing extraction flavonoids were in the order as follows: concentration of ethanol > microwave power > irradiation time > rate of material to solvent. The extraction rate was 16.651mg/g under the optimal extraction conditions: ethanol 90%, material: ethanol (W:V) as 1:50, irradiation time 30s and microwave power 650W.

**Key words:** *Huperzia serrata* (Thunb.) Trev.; flavonoids; microwave; extraction technology

中图分类号: Q946.83; TS202.3; Q586

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2004)08-0132-03

千层塔(*Huperzia serrata* (Thunb.) Trev.)为蕨类植物, 属石杉科(*Huperiaceae*)石杉属(*Huperzia* Bernh.), 又名蛇足石杉、救命王。民间用于治疗痈疽肿毒、跌打损伤等<sup>[1]</sup>。千层塔中含有的石杉碱甲(*Huperzia A*)是一种很强的抗胆碱酯酶抑制剂, 具有提高学习和改善老年人记忆的功能<sup>[2]</sup>。黄酮类化合物(flavonoids)具有抗氧化、抗突变、抗衰老、抗肿瘤、抗菌等作用。鲁翠涛等<sup>[3]</sup>用索氏提取法测定了千层塔茎和叶总黄酮含量, 分别为 8.06mg/g DW 和 12.13mg/gDW。微波技术作为提取植物中总黄酮的研究近年来渐有报道<sup>[4,5]</sup>。在有效物质的提取方面, 微波能强化浸取过程, 降低生产能源、时间、溶剂的消耗以及废物的产生, 同时可以提高产率和提取物的纯度, 是一种有良好发展前途的新工艺。本实验对千层塔中总黄酮的微波提取工艺进行优化, 以期进一步开发利用千层塔药用资源。

## 1 材料与仪器

### 1.1 材料

1.1.1 原料 千层塔由中国科技大学鲁润龙教授提供, 采自安徽省。晒干后粉碎过 40 目筛, 烘干后备用。

1.1.2 仪器 721 分光光度计; 惠而浦 M603 VIP20 微波炉; DWF-100 型电动植物粉碎机。

## 2 结果与分析

2.1 总黄酮含量测定方法 以硝酸铝显色法于 500nm 测定千层塔茎乙醇提取液的吸光度, 以芦丁为标准。本实验标准曲线的回归方程为  $C=2.4637A+0.0059$ ,  $R=0.9989$ (C 为黄酮含量, A 为吸光度)。

### 2.2 单因素对微波提取的影响

#### 2.2.1 微波功率对提取效果的影响

精密称取 5 份 1.000g 千层塔茎粉于 150ml 三角锥形瓶中, 加入 50% 乙醇 40ml, 用 750、650、500、350、160W 的功率分别对 5 份样品辐射 15s, 提取液的吸光度值见表 1。从表 1 中可看出, 当微波功率提取率小于 650W 时, 提取液的吸光度值随功率的增大而增大。功率大,

收稿日期: 2003-10-20

作者简介: 余红英(1966-)女, 讲师, 博士, 研究方向为食品生物技术和天然产物及其化学成分。

表1 辐射功率对提取千层塔茎总黄酮的影响

微波功率(W)	160	350	500	650	750
吸光度(A)	0.289	0.338	0.358	0.370	0.350

加热速率就增大，因此分子运动速度加快，物质的渗透、扩散和溶解速度加快，使黄酮类物质由外层细胞转移到溶剂中。但超过650W后，吸光度值呈下降趋势的原因可能是温度高，溶解出的杂质也多。

2.2.2 时间对提取效果的影响

精密称取5份1.000g千层塔茎粉于150ml三角锥瓶中，加入50%乙醇40ml，用650W的辐射功率分别对5份样品辐射加热各15、30、45、60、75s，抽滤，分洗滤渣数次，合并滤液，定容到100ml容量瓶后，取6.5ml测定总黄酮的含量。结果见表2。表2表明，辐射时间30s时吸光度值达最大值，此后随时间延长，吸光度减小。原因是黄酮类物质的溶出需要一定时间，但达一定时间后，有效成分不再被溶解，而且时间长，溶剂也可能挥发，且可能发生暴沸。因此，实验中辐射时间60s后，提取率不再增加。

表2 时间对千层塔茎总黄酮提取的影响

辐射时间(s)	15	30	45	60	75
吸光度(A)	0.253	0.272	0.247	0.220	0.220

2.2.3 料液比对提取效果的影响

精密称取5份1.000g千层塔茎干粉于150ml三角锥瓶中，分别加入50%乙醇20、30、40、50ml，用650W的辐射功率加热15s，提取液的吸光度见表3。从表3中可看出在一定条件下，吸光度随料液比的增大而增大，当料液比为1:40时达最大值，此后呈下降趋势。原因可能是大量溶剂吸收微波，导致提取温度下降，因而吸光度下降。

表3 料液比对千层塔茎总黄酮提取的影响

料液比(W:V)	1:20	1:30	1:40	1:50
吸光度(A)	0.253	0.272	0.247	0.220

2.2.4 乙醇浓度对提取效果的影响

精密称取5份1.000g千层塔茎粉于150ml三角锥瓶中，分别加入50%、70%、90%的乙醇40ml，用650W的辐射功率加热15s，提取液的吸光度值见表4。从表4可知，乙醇浓度越大，吸光度越大，黄酮类物质提取率越高，因为游离黄酮难溶于水或不溶于水，因此，乙醇除了可提取水溶性黄酮以外，还能提取部分酯溶性的黄酮类化合物。但乙醇浓度对不同植物中的黄酮类物质提取效果的影响并不一样。如对马齿苋中总黄酮含量

表4 乙醇浓度对千层塔茎总黄酮含量的影响

乙醇浓度(%)	50	60	70	80	90
吸光度(A)	0.312	0.325	0.370	0.381	0.397

表5 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>)正交试验因素水平表

水平	因素		
	A 辐射时间(s)	B 微波功率(W)	C 料液比(W:V)
1	15	500	1:30
2	30	650	1:40
3	45	750	1:50

提取的影响则是浓度为80%时总黄酮含量最大<sup>[6]</sup>。

2.3 微波提取的正交实验

根据单因素实验结果，为进一步考察各因素影响的显著性以及得出微波提取的最佳工艺条件，既而以辐射功率、辐射时间、料液比和乙醇浓度根据L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>)进行四因素三水平正交实验，水平因素表见表5。数据为三次重复的平均值。实验结果见表6。从表6中可看出，微波对影响总黄酮提取的最显著因子为乙醇浓度，其次是辐射功率和时间，料液比的影响作用最不显著。从表6中还可看出微波提取总黄酮的最佳提取条件为A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>C<sub>3</sub>D<sub>3</sub>，即在乙醇浓度90%、微波功率650W、料液比为1:50提取30s时提取率最高。而这个条件是实验表中未有的，经验证此条件下总黄酮提取率为16.651mg/g。正交实验的料液比对黄酮类物质影响结果与单因素实验的结果有差异，这可能是多因素作用时各因素之间存在交互作用。

表6 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>)正交实验数据分析结果

实验号	时间(s) A	功率(W) B	料液比(W:V) C	乙醇浓度(%) D	吸光度(A)	总黄酮含量(mg/g)
1	15	500	1:30	50	0.293	11.196
2	15	650	1:40	70	0.413	15.745
3	15	750	1:50	90	0.417	15.896
4	30	500	1:40	90	0.420	16.010
5	30	650	1:50	50	0.344	13.129
6	30	750	1:30	70	0.393	14.987
7	45	500	1:50	70	0.410	15.631
8	45	650	1:30	90	0.402	15.328
9	45	750	1:40	50	0.246	9.415
R <sub>1</sub>	14.279	14.279	13.837	11.247		
R <sub>2</sub>	14.709	14.734	13.723	15.454		
R <sub>3</sub>	13.458	13.433	14.885	15.745		
R	1.251	1.301	1.162	4.498		

3 结 论

# 固相萃取辅助提取-气相色谱-质谱分析 烟熏腊猪肉香气成分

余爱农, 宋新建, 刘应煊  
(湖北民族学院化工系, 湖北 恩施 445000)

**摘要:** 采用固相萃取辅助提取中国西南地区传统食品-烟熏腊猪肉的香气成分, 用气相色谱法以邻二氯苯为内标对提取的烟熏腊猪肉香气成分进行定量分析, 用气相色谱-质谱联用法对提取的烟熏腊猪肉香气成分进行定性分析。共鉴定出 29 个化合物, 烟熏腊猪肉的重要香味成分有: 2,5-二苯基-3-(2-呋喃甲酰基)吡咯、二苯胺、苯并噻唑、乙酰苯酚酯、对甲苯酚、3-乙基苯酚、4-乙基愈创木酚、对-甲基-2,6-二叔丁基苯酚、硬脂醛、 $\alpha$ -异佛尔酮、2-甲基-1-十六醇、2,6-二叔丁基-4-羟基-4-甲基-2,5-环己二烯-1-酮等。

**关键词:** 固相萃取辅助提取; 烟熏腊猪肉; 香料; 化学成分; 气相色谱法; 气相色谱/质谱法

## Study on Smoked Chinese Bacon Aroma Components by Solid Phase Extraction Carried Out by GC-MS

YU Ai-nong, SONG Xin-jian, LIU Ying-xuan  
(Department of Chemical Industry, Hubei Nationality Institute, Enshi 445000, China)

**Abstract:** Aroma components of smoked bacon, a traditional food in southwest China, were abstracted by solid phase extraction(SPE)-assisted extraction. Quantitative analysis of the components was carried out by gas chromatography(GC) with 1,2-dichlorobenzene, which was used as the factory standards. Qualitative analysis of the components obtained was carried out by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). 29 compounds were identified. The important aroma compounds in smoked bacon were 2,5-diphenyl-3-(2-furoyl)pyrrole, diphenylamine, benzothiazole, phenol acetate, p-cresol, 3-ethylphenol, p-ethylguaiacol, 2,6-di(t-butyl)-4-methylphenol, stearaldehyde,  $\alpha$ -isophorone, 2-methylhexadecan-1-ol, 2,6-di(t-butyl)-4-hydroxy-4-methyl-2,5-cyclohexadien-1-one, etc.

**Key words:** solid phase extraction(SPE)-assisted extraction; smoked bacon; flavour, chemical composition; gas chromatography; gas chromatography-mass spectrometry(GC-MS)

收稿日期: 2003-12-31

基金项目: 湖北省教育厅 2001 年重大项目资助课题(2001Z08002)

作者简介: 余爱农(1963-), 男(土家族), 副教授, 硕士, 主要从事精细化工产品研究与开发。

3.1 千层塔茎中黄酮类物质的微波提取工艺, 受微波辐射功率、辐射时间、料液比和乙醇浓度的影响。

3.2 利用正交实验得出千层塔茎中黄酮类物质最佳提取条件为乙醇浓度 90%、微波功率 650W、料液比 1:50, 辐射时间 30s, 此条件下总黄酮含量为 16.651mg/g。

3.3 微波提取千层塔茎中黄酮类物质工艺方便、节能、省时, 是提取黄酮类物质的一种高效优质的技术。

### 参考文献:

[1] 浙江药用植物编写组. 浙江药用植物志(上册)[M]. 杭州:

浙江科技出版社, 1980.

[2] 余红英, 孙远明, 杨跃生. 草药蛇足石杉的研究进展[J]. 中草药, 2001, 32(1): 279-281.

[3] 鲁翠涛, 梅兴国, 中凡. 千层塔植物茎叶中黄酮类物质的研究[J]. 天然产物研究与开发, 2002, 14(3): 27-29.

[4] 吕丽爽, 潘道东, 周庆, 等. 微波对提取芦蒿叶中黄酮类化合物的影响[J]. 食品与发酵工业, 2003, 29(2): 97-98.

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

[6] 魏循, 王仲英. 马齿苋总黄酮含量的测定[J]. 光谱实验室, 2003, 20(1): 128-129.