

初红涛, 张晓会, 苏立强. 槐花米中芸香苷的高效提取工艺[J]. 江苏农业科学, 2013, 41(9): 239–240.

槐花米中芸香苷的高效提取工艺

初红涛, 张晓会, 苏立强

(齐齐哈尔大学化学与化学工程学院, 黑龙江齐齐哈尔 161006)

摘要:以乙醇作为提取溶剂, 采用超声与微波交替提取法, 从槐花米中提取芸香苷。以芸香苷提取率为指标, 对料液比、提取时间、提取次数、提取功率等进行考察。结果表明, 以乙醇作为提取溶剂, 料液比 1 g : 10 mL, 提取次数 3 次, 超声功率 100 W, 提取 30 min 后, 微波功率 480 W 继续提取 15 min, 芸香苷产率达 6.93%, 高于单一超声或微波提取时的芸香苷提取率。

关键词:槐花米; 芸香苷; 微波萃取; 超声萃取

中图分类号: R284.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2013)09-0239-02

芸香苷属黄酮类化合物, 有较高的药用价值, 是治疗高血压、心血管疾病、胃病、皮肤病、糖尿病等多种疾病的良药, 此外它还有抗菌和抗放射作用^[1]。槐花米中芸香苷的含量较高, 达 12%~20%, 可作为大量提取芸香苷的原料^[1]。目前, 芸香苷提取方法有(热)碱提取酸沉淀法^[2]、热水提冷析出的方法^[2]、超声辐射法^[3-4]、微波辅助提取法^[5-6]等。但以上方法提取时间长, 工艺条件繁琐, 不易控制。微波提取是利用微波的热效应, 促使介质转动摩擦而引起体系内部产热, 导致植物细胞内的物质吸收, 微波使温度迅速上升、物质气化, 当温度和内压达到一定值时, 会冲破细胞壁, 使细胞内物质释放出来^[3], 该方法提取迅速, 提取率高。超声波的作用是使细胞壁的通透性提高。超声作用下, 使溶剂和样品之间产生空化作用, 产生极大的压力可使细胞壁的通透性提高, 细胞内的成分得以快速释放, 直接与溶剂接触并溶解在其中, 提高了成分从固相转移到液相的传质速率^[3]。研究表明, 在大功率下的微波提取, 目标组分的产率会下降^[7], 主要是由于目标组分分解及溶液爆沸而使其损失, 采用间隙式提取或小功率微波提取, 会延长操作时间。将微波与超声波联合交替使用, 使微波的高效、快速提取结合超声波连续提取有望获得较高的提取率^[7]。本研究利用微波与超声波的交替使用对槐花米中芸香苷进行提取, 并以高效液相色谱法对提取物进行定量^[8], 考察了微波与超声波交替提取时的料液比、提取时间、提取次数、提取功率等对芸香苷得率的影响。

1 材料与方法

1.1 材料与设备

槐花米购于齐齐哈尔齐泰医药, 干燥至恒重, 粉碎并筛取粒径小于 30 μm 作为原料; 芸香苷对照品, Fluka 试剂公司生产; 甲醇为色谱纯, 试验用水为 2 次蒸馏水, 乙酸为分析纯, 天津凯通化学试剂有限公司生产。

KQ-250DB 型台式数控超声波清洗器, 昆山市超声仪器有限公司生产; WP700TL 23-K5 型微波炉, 格兰仕微波电器有限公司生产; P230 型高效液相色谱仪, 大连依利特分析仪器有限公司生产。

1.2 方法

1.2.1 芸香苷提取 称取经干燥至恒重的槐花米原料 3 g, 置于 250 mL 锥形瓶中, 加入乙醇浸泡 1 h, 在微波或超声波作用下提取目标组分, 过滤得滤液, 滤渣中再加入乙醇, 微波、超声提取, 再次过滤, 重复上述过程, 收集各次滤液, 以液相色谱方法对芸香苷进行定量。

1.2.2 稳定性试验 提取芸香苷样品溶液, 分别在制备后每隔 2 h 进行液相色谱分析, 连续测定 6 次, 其色谱峰峰面积结果的 $RSD = 1.01\%$, 表明在 12 h 内基本稳定。

1.2.3 回收率试验 准确称取槐花米样品 2 份, 其中 1 份按含量测定方法测定芸香苷的含量, 另 1 份定量加入芸香苷对照品, 混匀后测定含量, 计算回收率。结果表明, 平均回收率为 97.36%, RSD 为 0.96% ($n = 5$)。

2 结果与分析

2.1 料液比对芸香苷提取率的影响

以乙醇为溶剂, 考察了料液比对芸香苷提取率的影响, 结果见图 1。从图 1 可以看出, 微波辅助提取法的提取率较超声波提取法高, 2 种方法均以料液比 1 g : 10 mL 为宜。

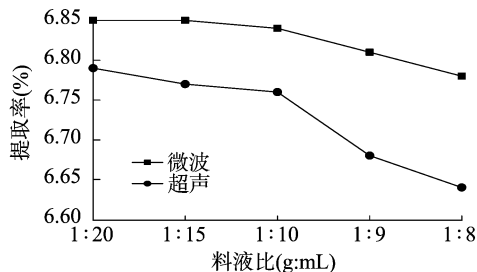


图1 料液比对芸香苷提取率的影响

2.2 提取时间对芸香苷提取率的影响

在微波功率 480 W (超声波功率为 100 W), 料液比 1 g : 10 mL 条件下, 提取时间与芸香苷提取率的关系见图 2。从图 2 可以看出, 对比 2 种提取方式, 微波提取的提取率大于

收稿日期: 2013-03-14

基金项目: 黑龙江省自然科学基金 (编号: B200911); 黑龙江省齐齐哈尔市工业攻关项目 (编号: GYGG2010-06-1);

作者简介: 初红涛 (1979—), 男, 黑龙江鹤岗人, 硕士, 副教授, 主要研究方向为仪器分析。Email: lange1979@163.com。

超声波。微波提取能在短时间内就达到较大提取率,提取时间为 15 min 时,提取率达最大;继续延长提取时间,提取率降低,这主要是由于长时间的微波辐射造成产物的分解,导致提取率降低^[8];超声提取的提取率随提取时间延长而增加,在 30 min 后增加缓慢。确定提取时间为微波提取 15 min,超声提取 30 min。

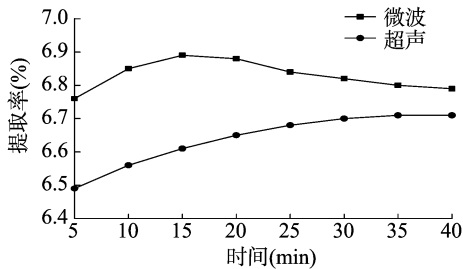


图2 提取时间对芸香苷提取率的影响

2.3 提取次数对芸香苷提取率的影响

准确称取芸香苷样品,经微波(超声)提取4次,每次微波(超声)作用10 min,收集4次提取液,经色谱分析计算产率为6.92%、6.69%,将此产率均设定为100%,每次提取产率为与之比较的相对值,提取次数与相对产率的结果见图3。随着提取次数的增加芸香苷提取率增加,超声提取3次后累计提取率可达94%以上,微波提取3次累计得率可达到96%以上,确定提取次数为3次,即可满足要求。

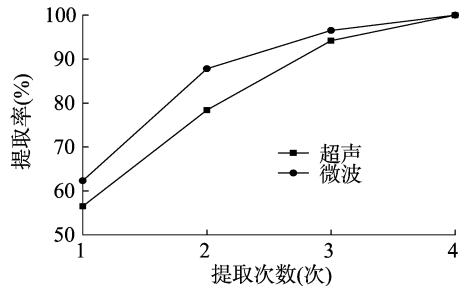


图3 提取次数对芸香苷提取率的影响

2.4 功率对芸香苷提取率的影响

在提取时间10 min,料液比1 g : 10 mL,提取4次条件下的功率与芸香苷提取率的关系见图4。从图4可以看出,超声功率增大提取率增加,当超声功率为100 W时组分提取率最高;微波功率为480 W时,芸香苷提取率最高。

2.5 微波-超声波联用提取对芸香苷提取率的影响

综合前述的研究结果,确定微波与超声波联用的工艺为:溶剂乙醇、料液比1 g : 10 mL、微波功率480 W、超声功率100 W,按微波与超声波作用顺序组合工艺,并与单独超声、微波作用提取结果进行对比,结果见表1。

表1为不同提取方法的对比结果,在相同提取时间内,微波提取的产率高于超声波,微波与超声波联合提取的提取率高于单一微波或超声提取的产率,超声波提取30 min后,微波提取15 min,所得产率最高,达6.89%,表明采用微波与超声波连续提取的方法能有效提高产物芸香苷的提取率。

微波提取的特点是在短时间内能迅速使目标组分溶出,特别对于在原料中目标组分含量较低时,提取效果要优于超声波,但长时间微波萃取有可能使组分受到破坏^[8],先以超声提取大部分组分后,再以微波作用,使原料中芸香苷进一步

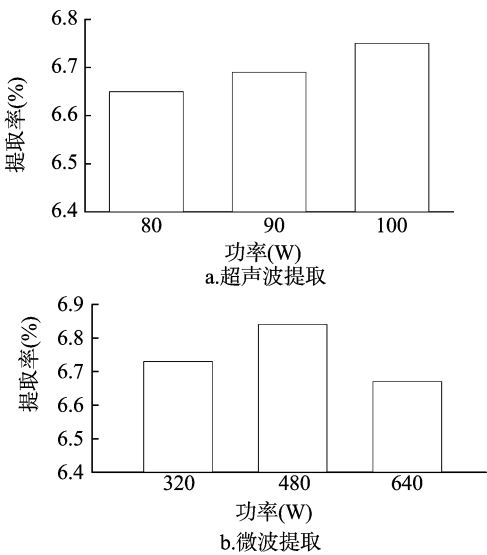


图4 功率对芸香苷提取率的影响

表1 不同提取方式对芸香苷提取率的影响

序号	工艺条件	产率(%)
1	超声提取 45 min	6.63
2	微波提取 45 min	6.75
3	超声提取 30 min 后,微波提取 15 min	6.89
4	微波提取 15 min 后,超声提取 30 min	6.81

溶出,得到较高的提取率,确定超声波提取30 min后,微波提取15 min为最佳工艺。

3 结论

对槐花米中芸香苷提取工艺的考察,对比不同工艺条件对提取率的影响,考察结果,微波单一作用时提取率高于超声波的提取率;微波与超声波联合作用时提取率最高,达6.91%,工艺为溶剂乙醇、料液比1 : 10、超声波功率100 W、微波功率500 W,组合顺序为超声提取30 min后,微波提取15 min。

参考文献:

[1]张浩义,江 泉,金 辉,等. 微波法提取槐花米中的芦丁[J]. 华西药杂志,2004,19(1):37-39.
[2]童 婧,郭晓蓉,房文亮,等. 槐米中芦丁提取工艺研究[J]. 中外医疗,2011,30(26):41-42.
[3]曾 里,夏之宁. 超声波和微波对中药提取的促进和影响[J]. 化学研究与应用,2002,14(3):245-249.
[4]王树华,韩淑英,耿 菲,等. 正交试验法优选甜荞麦花叶中芦丁的提取工艺[J]. 辽宁中医杂志,2011,38(6):1178-1179.
[5]顾生玖,杨 娜,朱开梅,等. 桂北金槐槐米中芦丁微波提取的工艺研究[J]. 中国现代应用药学,2011,28(2):121-124.
[6]龚盛昭,何远伦,杨卓如. 微波提取芦丁的协同效应研究[J]. 食品科学,2004,25(5):135-138.
[7]马春慧,孙 震,黄金明,等. 超声-微波交替法提取落叶松二氢槲皮素[J]. 化工进展,2010,29(1):134-139,145.
[8]邹 亮,王战国,胡慧玲,等. 苦荞提取物中芦丁和槲皮素的含量测定[J]. 中国实验方剂学杂志,2010,16(17):60-62.