

文章编号: 100226819(2001)0620123204

微波萃取葛根总异黄酮的工艺研究

陈 斌¹, 南庆贤¹, 吕 玲¹, 周熙成²

(1. 中国农业大学; 2. 航天医学工程研究所)

摘 要: 该文研究了利用微波萃取葛根异黄酮的工艺。结果表明: 用 77% 的乙醇, 固液比为 1 : 14, 在体系温度低于 60 °C 的条件下, 微波间歇处理 3 次, 葛根总黄酮的浸出率达 96% 以上。与传统的热浸提相比, 不仅产率高, 而且速度快, 节能。

关键词: 微波萃取; 葛根; 总异黄酮

中图分类号: S377 **文献标识码:** A

豆科植物葛根(Pueraria Lobata Ohwi)中含有大量葛根素、大豆甙、大豆甙元等异黄酮成分, 是成药“愈风宁心片”的主要原料, 常用于治疗由高血压引起的颈项强直与疼痛、心绞痛、突发性耳聋等症^[1]。目前生产上萃取葛根总异黄酮一般采用热浸提方式, 能耗大, 时间长, 效率低。微波萃取是利用微波能来提高萃取效率的一种新技术, 应用范围从环境分析一直扩展到食品、化工、农业、天然产物等领域^[2,3]。本实验的目的在于探索微波萃取葛根总异黄酮的最佳工艺条件, 以降低生产成本。

1 试验仪器、材料与方法

1.1 试验仪器

经改造后的家用微波炉(带搅拌和测温装置); UV 2190 紫外可见分光光度计(日本岛津)。

1.2 材料

葛根为 2001 年 2 月采自湖南省张家界市境内, 经鉴定为野葛, 洗净切片, 微波干燥, 粉碎过 20 目筛, 经测定总异黄酮含量为 7.25%, 塑料袋密封备用。

1.3 方法

1.3.1 单因子试验

1) 微波功率对浸出率的影响: 按固液比 1 : 20 配制 300 mL 萃取液, 分别在不同微波功率下作用 1 min, 立即测定溶液的温度, 并按 1.3.3 中所述方法

比色和计算浸出率。

2) 微波作用时间对浸出率的影响: 按固液比 1 : 20 配制 300 mL 萃取液, 将微波功率固定在 750 W, 分别处理不同时间, 立即测定溶液温度, 并按 1.3.3 中所述方法比色和计算浸出率。

1.3.2 试验设计因素水平

在单因子试验的基础上, 采用三元二次通用旋转设计, 3 因素分别为乙醇浓度、固液比和处理次数, 以浸出率为考查指标。试验设计码值的因素水平见表 1。结果按陈茂学正交旋转设计软件中的三因子二次正交旋转设计部分的统计分析进行^[4]。

表 1 试验设计的因素水平码值表

Table 1 Level coding of test factors

因素	S_j	码值水平 $X_j(C=1.682)$				
		- C	- 1	0	+ 1	+ C
X_1 (乙醇浓度%)	7.4	70	75	82.5	90	95
X_2 (固液比)	3.6	1.8	1.10	1.14	1.18	1.20
X_3 (处理次数)	1.1	1	2	3	4	5

1.3.3 处理方法

为了准确地考查乙醇浓度、固液比和处理次数 3 个因素对葛根总异黄酮浸出率的影响, 将每个处理的溶剂用量定为 200 mL, 微波功率固定为 750 W, 作用时间定为 30 s/次。按表 1 中比例称取相应重量的葛根粉末, 开动磁力搅拌器, 每次处理完毕后立即取出用水冷却至室温, 如此反复, 直至处理完毕。过滤, 量取萃取液体积, 经稀释适当倍数后, 在 250 nm 下比色^[5], 按下式计算浸出率。

浸出率 = 溶剂中葛根总异黄酮量 / 葛根原料中总异黄酮量 × 100%

收稿日期: 2001204223

基金项目: 湖南省科技厅 2000 年重点攻关项目(00NKY1010201)

作者简介: 陈 斌, 副教授, 博士生, 北京圆明园西路 2 号 中国农业大学(西校区)食品学院, 100094

2 结果与分析

2.1 单因子试验结果

2.1.1 微波功率对浸出率的影响

结果见图 1。从图 1 可以看出: 在不同功率档上作用相同时间 1 min, 随着功率的增加, 溶液温度和浸出率也随之增加, 当功率最大(750 W)时, 溶液温度最高, 接近 60, 此时浸出率也最高。

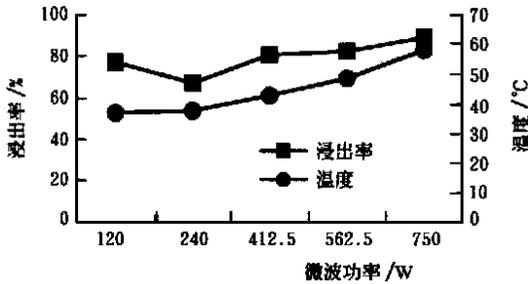


图 1 微波功率对浸出率和温度的影响

Fig. 1 Effect of microwave power on extracting rate and temperature

2.1.2 微波作用时间对浸出率和温度的影响

从图 2 可以看出: 将功率固定在 750 W, 随着微波作用时间的增加, 浸出率和料液温度也随之上升, 在 66 时浸出率达到最高; 当温度继续上升时, 浸出率反而下降, 这是因为葛根淀粉的糊化温度为 59 ~ 69, 由于淀粉的糊化增加了溶液的粘度, 滤液得率减少并有部分黄酮被淀粉糊吸附所至。

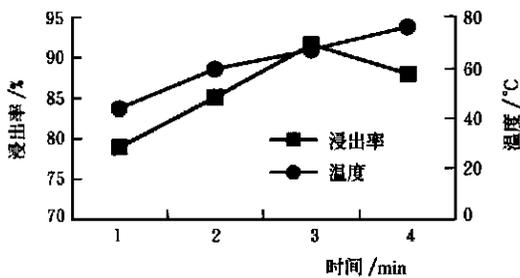


图 2 微波作用时间对浸出率和温度的影响

Fig. 2 Effect of microwave action time on extracting rate and temperature

2.2 微波萃取葛根总异黄酮三因子二次正交旋转设计的试验结果

三因子二次正交旋转设计试验的基本数据见表 2。

2.2.1 模型的建立与统计分析

将所得数据经多元回归分析, 得出以浸出率为因变量, 3 因素的编码值为自变量的回归方程:

表 2 三因子二次通用旋转设计试验基本数据表

Table 2 The basic data of test of three factors and second power rotation design

试验号	X_1 (乙醇浓度 %)	X_2 (固液比)	X_3 (处理次数)	Y (浸出率 %)
1	1 (90)	1 (1 18)	1 (4)	72.58
2	1 (90)	1 (1 18)	- 1 (2)	62.65
3	1 (90)	- 1 (1 10)	1 (4)	62.96
4	1 (90)	- 1 (1 10)	- 1 (2)	59.60
5	- 1 (75)	1 (1 18)	1 (4)	83.49
6	- 1 (75)	1 (1 18)	- 1 (2)	88.35
7	- 1 (75)	- 1 (1 10)	1 (4)	86.00
8	- 1 (75)	- 1 (1 10)	- 1 (2)	91.39
9	+ Y (95)	0 (1 14)	0 (3)	45.05
10	- Y (70)	0 (1 14)	0 (3)	88.57
11	0 (82.5)	+ Y (1 20)	0 (3)	83.17
12	0 (82.5)	- Y (1 8)	0 (3)	74.45
13	0 (82.5)	0 (1 14)	+ Y (5)	84.48
14	0 (82.5)	0 (1 14)	- Y (1)	71.30
15	0 (82.5)	0 (1 14)	0 (3)	93.03
16	0 (82.5)	0 (1 14)	0 (3)	90.11
17	0 (82.5)	0 (1 14)	0 (3)	88.49
18	0 (82.5)	0 (1 14)	0 (3)	93.68
19	0 (82.5)	0 (1 14)	0 (3)	94.25
20	0 (82.5)	0 (1 14)	0 (3)	94.31

$$Y = 92.23 - 12.05X_1 + 1.60X_2 + 1.85X_3 + 2.28X_1X_2 + 2.94X_1X_3 + 0.89X_2X_3 - 8.50X_1^2 - 4.26X_2^2 - 4.58X_3^2$$

对此方程进行二次 F 检验, 得失拟检验 $F_1 = 2.78 < F_{0.01(9,10)} = 4.94$, 差异不显著, 说明在所考查的因素中没有不可忽视的因子对浸出率产生影响, 本回归模型足以反映试验中浸出率的变化; 拟合检验 $F_2 = 35.39 > F_{0.01(9,10)}$, 差异极显著, 且复相关系数 $R = 0.9847$, 表明葛根总异黄酮的浸出率与乙醇浓度、固液比及萃取次数之间存在高度相关关系。

各偏回归系数的 F 检验见表 3。由于数据进行了中心标准化, 消除了量纲上的差异, 直接可以按回归系数的大小排序, 即 $B_1 > B_3 > B_2$, 说明在所选定的 3 个因素中, 乙醇浓度对葛根总异黄酮的浸出率影响最大, 其次是处理次数, 固液比影响最小。

表 3 多元回归分析系数检验表

Table 3 Coefficient test of regression analysis

回归系数及显著性	F 值	回归系数及显著性	F 值
B_1 - 12.0548 ^{3,3}	177.27	B_{23} 0.8875	0.56
B_2 1.5952	3.10	B_{12} - 7.3624 ^{3,3}	92.96
B_3 1.8457	4.16	B_{22} - 3.1198 ^{3,3}	23.31
B_{12} 2.2775	3.71	B_{32} - 3.4450 ^{3,3}	27.01
B_{13} 2.9425 ³	6.19	$F_{0.05(1,10)} = 4.96$	$F_{0.01(1,10)} = 10$

2.2.2 单因子效应分析

由多元回归分析结果可知,三个因子中,只有乙醇浓度对葛根总异黄酮浸出率的影响最显著,故只对该因子进行单因子效应分析。采用降维分析方法,将其它二因子固定在 0 水平,来描述这个因子变动时对 Y 值的影响。乙醇浓度的单因子效应方程为:

$$Y_1 = 92.23 - 12.05X_1 - 8.50X_1^2$$

根据此方程作图,得到单因子效应曲线(图 3)。

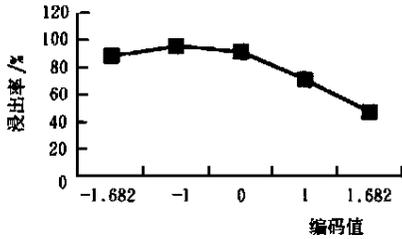


图 3 乙醇浓度的单因子效应

Fig 3 Effect of alcohol concentration on extracting rate

从图 3 可以看出,单因子效应在编码值范围(-1.682~1.682)内,乙醇浓度在编码值-0.71 附近有最大值,当编码值小于-0.71 时,呈正效应,大于-0.71,则呈负效应。由此可见,乙醇浓度的最佳效应值在最大值附近。

将单因子方程求一阶偏导数,得到单因子的边际效应方程,它能反映 Y 值(浸出率)随各因子投入水平而变化的速率。单因子的边际效应方程为:

$$dY/dX = -12.05 - 17.00X_1$$

根据此方程作图,得边际效应曲线(图 4)。从图 4 中可以看出,在-1.68~-0.71 范围内,乙醇浓度随投入水平的增加 Y 值增长速率呈上升趋势,而在-0.71~1.68 范围内,随着乙醇浓度的增加, Y 值增长速率呈下降趋势。说明在约束范围内(-1.68~1.68)存在一个最大值。

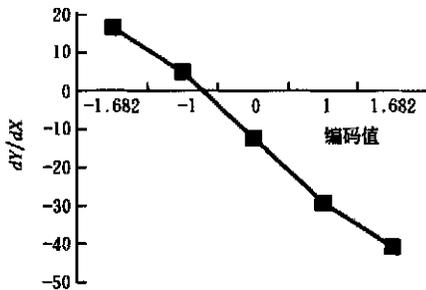


图 4 乙醇浓度边际效应曲线

Fig 4 The curve of marginal utility of alcohol concentration

2.2.3 交互作用分析

由回归方程偏回归系数显著性检验可知,只有乙醇浓度和处理次数两因子间存在着显著的交互作用,其它因子间的交互作用差异均不显著。因此只分析 X₁和 X₃之间的交互作用。同样采用降维法,固定另一因素取零水平。交互作用方程为:

$$Y_{13} = 92.23 - 12.05X_1 + 1.85X_3 + 2.94X_1X_3 - 8.50X_1^2 - 4.58X_3^2$$

将 X₁和 X₃的交互作用的曲线作图得图 5。从图中可以看出,在 X₁和 X₃的交互作用中,当 X₂的编码值固定于零水平时,随着 X₁的编码值的增加,无论 X₃处于所处的编码值水平如何, Y 值(浸出率)均呈现先增加后下降的趋势;同样当 X₃的编码值由低增高时,不管 X₁在任何编码值水平上, Y 值呈现同样的趋势。两因子在-1 和 0 之间,交互作用达到最大,故乙醇浓度和处理次数之间存在协同增效作用。

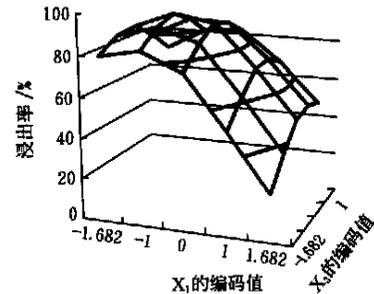


图 5 乙醇浓度与处理次数的交互作用

Fig 5 Influence of the interaction between alcohol concentration and treatment times on extracting rate

通过对码值方程求极值,得极值点编码值分别为: X₁ = -0.715, X₂ = -0.007, X₃ = -0.029, 理论极值 Y = 96.51%。在此条件下,即乙醇浓度 77%, 固液比 1:14, 在微波功率 750W 下间歇处理 3 次, 每次 30 s, 经检验, 重复 3 次的平均浸出率达到 96.10%。

3 结论与讨论

1) 微波提取葛根异黄酮最优条件为: 用 77% 的乙醇, 固液比 1:14, 在体系温度不超过 60 时, 间歇处理 3 次, 可使葛根总异黄酮的浸出率达到 96% 以上, 其效率较一般热浸提大大提高, 且提取温度较低。这一特点对生物活性成分的快速提取有利, 是一种极有开发前景的提取方法。

2) 微波能促进葛根异黄酮的溶出, 我们认为可能的原因有二: 一是微波对极性分子的作用, 迫使其

按照电磁场作用方式运动, 每秒变化 2.45×10^9 次, 正是由于分子的剧烈运动, 至使植物细胞的膜遭到破坏, 有助于有效成分的溶出; 同时微波的致热效应也有助于这一过程的实现, 但它不是主要原因, 本文中单因子实验有力地说明了这一点。

[参 考 文 献]

[1] 郭建平, 孙其荣, 周 全 葛根药理作用研究进展[J]. 中草药 1995, 26(3): 163~ 165

[2] Ganzler K, Salgo A, Valko K. Chromatogr[J]. 1986, 371(1): 299

[3] Pare J R J, Belanger J M R, Stafford S S, et al. U S Patent 5002784[P], 1991203226

[4] 陈茂学. 高级生物统计[M]. 山东泰安: 山东农业大学出版社 1990

[5] 连文琰, 陈碧珠, 冯瑞芝等. 常用中药材品种整理和质量研究[M]. 北京: 协和医大·北医大联合出版 1995

M icrow ave Extraction of Total Isoflavones From P. Lobata

Chen Bin¹, Nan Qingxian¹, L ÜLing¹, Zhou Xicheng²

(1. College of Food Science, China Agricultural University, Beijing 100094, China;

2 Institute of Space Medic2Engineering, Beijing 100094, China)

Abstract: M icrow ave extraction of total isoflavones from P. Lobata powder was studied. The result of quantitative analysis of total isoflavones indicates that under the condition of 77% alcohol, the ratio of solid to liquid is 1 : 14, the temperature was at below 60 °C, and the solution was treated at regular intervals for three times, the extracting rate of total isoflavones was more than 96%. Compared to the traditional extraction, m icrow ave extraction not only provides higher production rate but also has the advantages of being fast and energy saving.

Key words: m icrow ave extraction; P. Lobata; total isoflavones