

## 微波辅助提取玉米须黄酮工艺研究

白建华,赵 昀,郭晓霞,赵二劳  
(忻州师范学院化学系,山西忻州 034000)

**摘 要:**采用单因素分析结合正交试验的方法,研究了微波辅助提取玉米须黄酮的工艺条件,并与加热浸提法进行了比较。结果表明,微波辅助提取玉米须黄酮的最佳工艺条件为:以体积分数50%的乙醇为提取剂,料液比(*m/V*)1:50,提取温度70℃,提取时间8 min。此条件下,黄酮提取率可达1.13%。与加热浸提法相比,提取时间缩短约9/10,提取率提高约11%。

**关键词:**玉米须;黄酮;微波辅助提取

中图分类号:TS264.3

文献标识码:A

论文编号:2009-1869

### Study On Microwave-assisted Extraction of Flavonoids from Com Silk

Bai Jianhua, Zhao Yun, Guo Xiaoxia, Zhao Erlao

(Department of Chemistry, Xinzhou Teachers University, Xinzhou Shanxi 034000)

**Abstract:** Microwave-assisted extraction techniques of flavonoids from Com Silk were studied by the single factor analysis and orthogonal test. The results showed that the optimum conditions were the concentration of ethanol 50%, the ratio of material to liquid 1:50(*m/V*), the extracting temperature 70℃ and the extracting times 8 min. The extraction rate of flavonoids was 1.13%. Compared with the tradition water extraction method, the time of microwave-assisted extraction shortens by 9/10 and the extraction rate increases by 11%.

**Key words:** Com Silk; flavonoid; microwave-assisted extraction

### 0 引言

玉米须(*Stigma maydis* or Com Silk)为禾本科玉蜀黍属植物玉米(*Zea mays* L.)的花柱和柱头,为中国药典收录的常用药材品种之一。玉米须含有多种对人体有益的化学成分,如挥发油、皂苷、生物碱、黄酮类和有机酸等,其味淡性平,有利尿、泄热、平肝、利胆之功效,可用于治疗肾炎、胆结石、高血压、糖尿病等<sup>[1]</sup>。中国大江南北广泛种植玉米,玉米须资源十分丰富,但目前开发利用很少,除少量入药外,大多被白白丢弃,可见玉米须具有广阔的开发利用前景。

微波是频率介于0.3~300GHz电磁波。微波辅助提取具有选择性高、用时短、加热均匀、溶剂消耗少、有效成分提取率高等优点<sup>[2]</sup>,现已被广泛应用于天然产物活性成分提取分离中<sup>[3-7]</sup>,但微波辅助提取玉米须黄

酮的研究鲜见报道。笔者研究了微波辅助提取玉米须黄酮的工艺条件,并与传统加热浸提法进行了比较,以期玉米须资源的合理开发利用提供参考依据。试验于2009年7—8月在忻州师范学院化学系分析化学实验室进行。

### 1 材料与方法

#### 1.1 材料

玉米须:采自山西省忻州市农村;芦丁标准品:北京化学试剂公司;其余试剂均为国产分析纯,实验用水为二次蒸馏水。

#### 1.2 主要仪器

XH-100A微波催化合成/萃取仪,北京祥鹄科技发展有限公司;UV-2550型紫外可见分光光度计,日本岛津公司;722型光栅可见分光光度计,上海分析仪器总

**基金项目:**山西省高校科技开发研究项目(200611041)。

**第一作者简介:**白建华,女,1969年出生,山西神池人,硕士,讲师,主要从事天然产物活性成分的提取分析工作。通信地址:034000 山西忻州师范学院化学系。Tel:0350-3048472。

**通讯作者:**赵二劳,男,1952年出生,副教授,主要从事天然产物活性成分提取和分析研究。通信地址:034000 山西忻州师范学院化学系。E-mail:zel0350@sina.com。

**收稿日期:**2009-09-14,修回日期:2009-10-10。



厂;AL104电子分析天平,梅特勒-托利多仪器上海有限公司;高速中药粉碎机,浙江武义屹立工具有限公司。

### 1.3 方法

1.3.1 玉米须样品前处理 玉米须,去杂、蒸馏水洗净,自然干燥后,用高速中药粉碎机粉碎,过60目筛,装瓶备用。

1.3.2 微波辅助提取工艺流程 玉米须粉→浸泡→微波提取→过滤→定容→测定。

1.3.3 玉米须黄酮提取方法 称取1.0 g玉米须粉,置于150 mL锥形瓶中,加入一定体积50%乙醇溶液,搅拌均匀浸泡5 min后,用微波炉按实验设计条件进行微波提取,提取液过滤,滤液定容于100 mL的容量瓶中,待测。

1.3.4 黄酮含量的测定 采用硝酸铝比色法<sup>[8]</sup>。精密称取芦丁标准品20.0 mg,无水乙醇溶解,50%的乙醇定容于100 mL容量瓶中,得浓度为0.2 mg/mL的芦丁标准液。精密吸取芦丁标准品溶液0.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0、12.0 mL和14.0 mL于8支25 mL的比色管中,用50%的乙醇补充到15 mL,都加入0.7 mL的5%亚硝酸钠溶液,混匀,放置5 min,加入10%的硝酸铝溶液0.7 mL,6 min后,再加入1.0 mol/L的氢氧化钠溶液5 mL,混匀,用50%的乙醇稀释到刻度,反应15 min后,以试剂空白为参比,在510 nm波长处测定其吸光度。以芦丁浓度为横坐标,溶液吸光度为纵坐标,绘制标准曲线,所得回归方程为: $A=12.518c+0.0334$ ,相关系数 $r=0.9995$ ,式中 $c$ 的单位为mg/mL,线性范围为0.016~0.112 mg/mL。

玉米须中黄酮含量测定:吸取10.0 mL待测液于25 mL的比色管中,按上述方法,以试剂空白为参比,510 nm波长处测定吸光度,根据标准方程算得待测液黄酮含量。黄酮提取率按下式<sup>[9]</sup>计算:黄酮提取率=提取黄酮量/样品质量×100%。

1.3.5 试验设计 选取料液比、提取温度和提取时间等因素<sup>[10]</sup>,进行单因素试验,在单因素试验的基础上,采用正交试验确定最佳工艺条件。

## 2 结果与讨论

### 2.1 玉米须提取的单因素试验

2.1.1 料液比对黄酮提取率的影响 称取1.0 g玉米须粉6份,以体积分数50%的乙醇为提取剂,分别以1:20、1:30、1:40、1:50、1:60、1:70( $m:V$ )的料液比加料,在温度60 °C下,微波提取6 min,结果如图1所示。

由图1可看出,随着料液比的增加,黄酮提取率增大。在料液比( $m:V$ )小于1:50的范围内,随着料液比

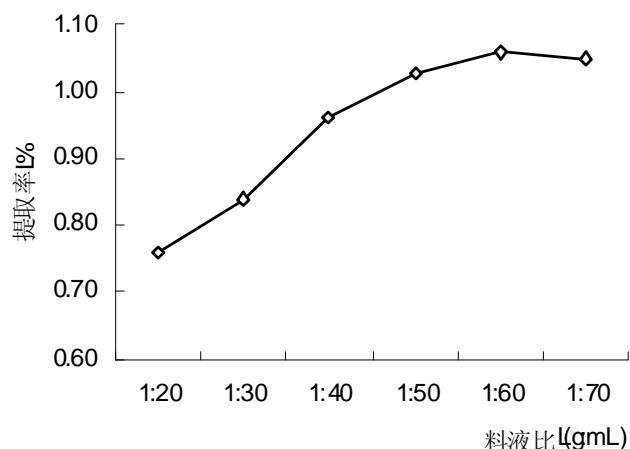


图1 料液比对提取率的影响

的增加,提取率增幅较大,当料液比大于1:50以后,提取率增幅变小,从生产实际考虑,选择料液比( $m:V$ )为1:50。

2.1.2 微波温度对提取率的影响 称取1.0 g玉米须粉5份,以料液比( $m:V$ )1:50加入体积分数50%的乙醇溶液,分别在微波温度40、50、60、70、80 °C下,提取6 min,研究不同微波温度对玉米须黄酮提取率的影响。结果如图2所示。

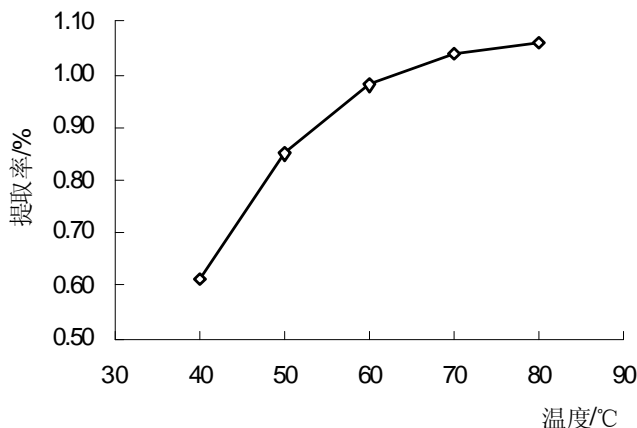


图2 温度对提取率的影响

由图2可知,随温度的升高,提取率逐渐增大,当温度大于60 °C后,提取率变化不大,综合考虑,选定微波温度为60 °C。

2.1.3 提取时间对提取率的影响 称取1.0 g玉米须粉5份,以料液比( $m:V$ )1:50加入体积分数50%的乙醇溶液,在微波温度60 °C下,分别提取不同时间,研究提取时间对玉米须黄酮提取率的影响。结果如图3。

由图3可知,玉米须黄酮提取率随提取时间的增加而增加,但提取时间达到7 min后,提取率增加缓慢,考虑能耗、效率等问题,微波提取时间选定7 min。



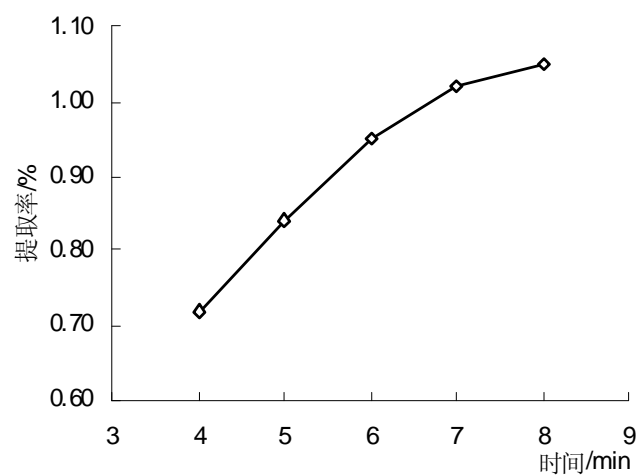


图3 时间对提取率的影响

2.2 玉米须黄酮微波辅助提取工艺正交优化试验

根据单因素试验的结果,选择提取温度、料液比和提取时间,采用 $L_9(3^4)$ 表进行正交优化试验,试验因素、水平见表1,方案、结果见表2。

表1 正交试验因素及水平

因素水平	A	B	C
	料液比(m:V)	温度/℃	微波时间/min
1	1:40	50	6
2	1:50	60	7
3	1:60	70	8

表2 正交试验方案及结果

试验号	A	B	C	提取率/%
1	1	1	1	0.82
2	1	2	2	0.91
3	1	3	3	1.06
4	2	1	3	0.98
5	2	2	1	1.01
6	2	3	2	1.11
7	3	1	2	0.86
8	3	2	3	1.08
9	3	3	1	1.12
k1	2.79	2.66	2.95	
k2	3.10	3.00	2.88	
k3	3.06	3.29	3.12	
R	0.31	0.63	0.24	

极差的大小可说明各因素对黄酮提取率的影响程度,由表2可知,各因素对提取率影响的大小顺序为B(温度)>A(料液比)>C(微波时间)。最佳工艺条件为: $A_2B_3C_3$ ,即提取温度70℃,料液比(m:V)为1:50,提取时间8 min。

2.3 微波提取法与加热浸提法比较

称取1.0 g玉米须粉,以体积分数50%乙醇为提取剂,分别进行加热浸提和微波辅助提取,平行实验3次,结果如表3所示。由表3可看出,微波辅助提取法

表3 微波提取法与加热浸提法比较(n=3)

提取方法	温度/℃	料液比(m:V)	提取时间/min	提取率/%	RSD/%
微波法	70	1:50	8	1.13	0.58
浸提法	70	1:50	90	1.02	0.32

用时缩短了82 min,仅是加热浸提法的约1/10,而黄酮提取率提高约11%,可见利用微波辅助提取是一种快速、高效的玉米须黄酮提取工艺。

3 结论

微波辅助提取玉米须中总黄酮的最佳工艺条件为:以体积分数50%乙醇为提取剂,提取温度70℃,料液比(m:V)1:50,微波提取时间8 min。此条件下,玉米须黄酮提取率可达1.13%。与加热浸提法相比,提取时间缩短约9/10,提取率提高约11%。微波辅助提取技术是一种较好的玉米须黄酮提取新工艺。

参考文献

[1] 叶盛英,高文远.中药玉米须研究进展[J].中成药,2008,30(5): 745-748.  
[2] 彭应兵,周建平,郭华.微波辅助法提取茶皂素工艺研究[J].粮食与

油脂,2009(3):27-29.  
[3] 谢明勇,陈奕.微波辅助萃取技术研究进展[J].食品与生物技术学报,2006,25(1):105-114.  
[4] 何兵存,王义娜.微波辅助提取香菇多糖的工艺研究[J].中国农学通报,2007,23(11):162-165.  
[5] 赵二劳,赵小花,范建凤.金莲花黄酮微波辅助提取及其抗氧化性[J].食品与生物技术学报,2009,28(1):81-85.  
[6] 何兵存,岳阳.微波辅助提取生姜黄酮的工艺研究[J].中国农学通报,2007,23(12):124-127.  
[7] 李昌辉,余贤东,万小荣,等.火龙果果皮红色素的微波提取工艺[J].中国农学通报,2008, 24(4):139-143.  
[8] 任顺成,丁霄霖.玉米须中总黄酮类成分的提取及树脂精制[J].中草药,2003,34(12):1092-1094.  
[9] 田洪磊,田呈瑞,詹萍.玉米苞叶总黄酮提取工艺研究[J].粮食与油脂,2006(1):24-26.  
[10] 马芝玉,林翠梧,廖森,等.微波和超声波辅助提取穿心莲内酯[J].精细化工,2007,24(8):758-760.