

# 鱼腥草中总黄酮的微波辅助萃取研究

肖谷清<sup>a, b</sup> 李旺英<sup>a</sup> 戴典<sup>b</sup>

<sup>a</sup>(湖南城市学院化学与环境工程系 湖南省益阳市赫山区羊午岭镇 413000)

<sup>b</sup>(湖南师范大学化学化工学院 长沙市岳麓山南路 410081)

**摘 要** 对鱼腥草进行微波处理, 考察微波对鱼腥草中总黄酮提取的影响, 以鱼腥草中总黄酮的提取量为指标, 考察微波功率、微波作用时间、溶剂用量、鱼腥草粒度、水浸泡时间等因素的影响。鱼腥草中总黄酮提取的最佳工艺条件: 鱼腥草用微波功率 640W、间歇作用时间 5m in、固液比 1:40、粒度为细粉、浸泡时间为 60m in。

**关键词** 鱼腥草, 总黄酮, 微波, 萃取

中图分类号: O 657. 32

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2007)05-0825-04

## 1 引言

鱼腥草别名臭菜、侧耳根、臭根草、臭灵丹, 为三白草科植物蕺菜的地上部分, 性微寒, 味苦。具有清热解毒, 清痛排脓, 利尿通淋。在临床上用于肺痈吐脓、痰热喘咳、热痢、热淋、痈肿疮毒<sup>[1]</sup>。近年来, 大量的药理实验研究表明, 黄酮类化合物有降脂、抗血栓、抗氧化、抗衰老、抗心率失常等作用<sup>[2]</sup>。因而广泛用于医药、食品等行业。鱼腥草叶中含有多种黄酮类化合物, 有关其研究报道甚少。

微波是介于 1mm—1m (频率介于  $3 \times 10^6$ — $3 \times 10^9$ Hz) 的电磁波, 具有反射、穿透、吸收的特性, 不同物质的电介常数、比热容及含水量不同将导致各种物质吸收微波的能力不同。极性分子接受微波辐射能后, 通过分子偶极以每秒数十亿次高频旋转而产生热效应<sup>[3]</sup>。在萃取时, 微波透过透明的萃取剂到达植物内部, 因物料的维管束和腺胞系统含量高, 故而吸收微波的速度很快而升温, 使细胞内压增大。当内压超过细胞壁承受能力时, 细胞壁破裂, 则其内部的有效成分自由流出, 进入萃取剂而被溶解, 去渣存液而达到提取目的<sup>[4]</sup>。微波辅助萃取技术就是利用微波对细胞的破壁作用和加热作用, 加速细胞内有效成分快速溶出。

本文以水为溶剂, 以鱼腥草中总黄酮的提取量为指标, 对鱼腥草进行微波辅助处理, 考察微波功率、微波作用时间、溶剂用量、鱼腥草粒度、水浸泡时间等因素的影响。为鱼腥草中总黄酮的提取提供一个最佳工艺条件, 为对鱼腥草的有效利用提供参考。

## 2 实验部分

### 2.1 仪器与材料

UV 3010 紫外-可见分光光度计(日本岛津公司), W G800CSL 23-K6 Galanz 微波炉(顺德市格兰仕微波炉电器有限公司), FW 100 高速万能粉碎机(天津市泰斯特仪器有限公司)。

芦丁标准品(中国药品生物制品检定所), 鱼腥草(购于湖南省益阳市资阳大药房), 实验用水为二次去离子水。

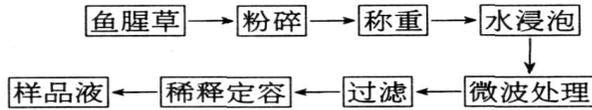
联系人, 手机: (0)13875819052; E-mail: xiaoguqing@yahoo.com.cn

作者简介: 肖谷清(1970—), 男, 湖南省益阳市人, 讲师, 主要从事天然药物化学工作。

收稿日期: 2007-05-29; 接受日期: 2007-06-08

## 2.2 实验方法

### 2.2.1 鱼腥草中总黄酮的萃取流程



### 2.2.2 对照品溶液的制备

称取干燥至恒重的芦丁对照品 20.0mg, 加 60% 的乙醇溶解, 置于 100mL 容量瓶中, 加 60% 的乙醇至刻度, 摇匀。吸取 25mL 上述溶液, 置于 50mL 容量瓶中, 加去离子水至刻度, 摇匀备用。

### 2.2.3 校准曲线的绘制

吸取芦丁对照品溶液 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 mL, 分别置于 10mL 量瓶中, 各加入 30% 的乙醇使其体积为 5.0mL; 然后加入 5% 的  $\text{NaNO}_2$  溶液 0.3mL, 摇匀, 放置 6min; 加入 10% 的  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  溶液 0.3mL, 摇匀, 放置 6min; 加 1mol/L  $\text{NaOH}$  溶液 4mL, 加入水 0.4mL, 摇匀, 放置 15min。以 30% 的乙醇作参比, 于 510nm 波长处测定吸光度。以吸光度为纵坐标, 以质量浓度为横坐标, 得校准曲线。校准曲线方程为  $y = 5.548x + 0.00369$ ,  $r = 0.9996$ , 线性范围为 0.008—0.5mg。

### 2.2.4 鱼腥草中总黄酮含量的测定

吸取样品液 20.0mL, 置于 50mL 容量瓶中, 加入 30% 的乙醇 5.0mL、5% 的  $\text{NaNO}_2$  溶液 1.5mL, 摇匀, 放置 6min; 加入 10% 的  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  溶液 1.5mL, 摇匀, 放置 6min; 加 1mol/L  $\text{NaOH}$  溶液 20.0mL, 加入水至刻度, 摇匀, 放置 15min。以 30% 的乙醇作参比, 于 510nm 波长处测定吸光度, 代入校准曲线方程求得样品液中黄酮的含量, 再换算成鱼腥草中总黄酮的含量。

## 3 结果与讨论

### 3.1 单因素实验

#### 3.1.1 微波功率对提取量的影响

称取粒度为细粉的鱼腥草 1.50g, 按固液比 1:40 ( $\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ) 加水浸泡 15min 后, 在不同微波功率条件下间歇加热 3min, 实验结果如表 1 所示。

表 1 微波功率对鱼腥草中总黄酮提取量的影响

功率(W)	800	640	480	320	160
黄酮含量( $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ )	1.708	2.42	2.188	1.798	1.605

从表 1 可以看出: 在不同微波功率档上作用相同的时间, 随着功率的增加鱼腥草中总黄酮的提取量有明显的变化, 在微波功率为 640W 时达到最高, 而微波功率为 800W 时下降, 分析原因可能是在微波功率为 800W 下温度较高, 使原料暴沸或有效成分发生变性。

#### 3.1.2 微波作用时间对提取量的影响

称取粒度为细粉的鱼腥草 1.5g, 按固液比 1:40 ( $\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ) 加水浸泡 15min 后, 在微波功率 (480W) 条件下间歇加热不同的时间, 实验结果如表 2 所示。

由表 2 可以看出: 微波作用时间对鱼腥草提取量的影响很大, 微波处理时间 5min 为最好。原因可能是 5min 后继续微波处理, 温度上升, 是原料暴沸或有效成分发生变性。

表 2 微波作用不同时间对鱼腥草中总黄酮提取量的影响

微波处理时间(min)	1	2	3	4	5	6	7
黄酮含量( $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ )	1.935	2.094	2.187	2.219	2.299	2.194	2.131

### 3.1.3 溶剂量对提取量的影响

称取粒度为细粉的鱼腥草 1.5g, 按不同固液比加水浸泡 15min 后, 在微波功率(480W)条件下间歇加热 3min, 实验结果如表 3 所示。

表 3 溶剂用量对鱼腥草中总黄酮提取量的影响

固液比(g · mL <sup>-1</sup> )	1 10	1 15	1 30	1 40	1 50
黄酮含量(mg · g <sup>-1</sup> )	0.660	0.862	1.929	2.185	2.051

由表 3 可以看出: 溶剂用量对鱼腥草中总黄酮提取量的影响很大, 溶剂用量为 1 40 为最好。在实验中发现, 微波处理时, 喷水量过多, 降低了微波萃取鱼腥草中总黄酮的效果。原因可能是大量的水吸收了较多的微波能, 阻碍了鱼腥草对微波的吸收。

### 3.1.4 鱼腥草粒度大小对提取量的影响

称取不同粒度大小的鱼腥草 1.50g, 按固液比 1 40(g · mL<sup>-1</sup>) 加水浸泡 15min 后, 微波功率(480W)条件下间歇加热 3min, 实验结果如表 4 所示。

表 4 粒度大小对鱼腥草中总黄酮提取量的影响

鱼腥草粒度大小	粗粉(10mm × 10mm)	中粗粉(5mm × 5mm)	细粉(1mm × 1mm)
黄酮含量(mg · g <sup>-1</sup> )	1.055	1.766	2.187

由表 4 看出: 粒度对鱼腥草中总黄酮提取量的影响很大, 鱼腥草粒度为细粉时最好。

### 3.1.5 水浸泡时间对提取量的影响

称取粒度为细粉的鱼腥草 1.5g, 按固液比 1 40(g · mL<sup>-1</sup>) 加水浸泡不同的时间后, 在微波功率条件(480W)下间歇加热 3min, 实验结果如表 5 所示。

由表 5 可以看出: 水浸泡时间越长, 对鱼腥草中总黄酮的提取量越有利, 但水浸泡时间超过 60min 后, 对鱼腥草中总黄酮的提取影响不大, 因此以水浸泡 60min 为宜。

表 5 水浸泡时间对鱼腥草中总黄酮提取量的影响

浸泡时间(min)	0	10	30	60	120
黄酮含量(mg · g <sup>-1</sup> )	1.918	2.098	2.214	2.535	2.314

## 3.2 正交实验

在单因素实验的基础上, 选取对提取率影响较大的 4 个因素: 微波作用功率(A)、微波作用时间(B)、鱼腥草粒度(C)、溶剂用量(D)作为考察因素, 因素水平安排见表 6。

表 6 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>) 正交实验设计

因素	水平			
	A (W)	B (min)	C (粒度)	D (固液比)
1	320	1	细粉	1 20
2	480	3	中粗粉	1 30
3	640	5	粗粉	1 40

按表 6 的 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>) 正交因素水平要求, 称取相应粒度的鱼腥草 1.5g, 按相应固液比加入水浸泡 60min, 在相应微波功率下, 用微波间歇作用相应时间后, 实验结果如表 7 所示。

表 7 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>) 正交实验结果

实验号	A	B	C	D	提取量(mg · g <sup>-1</sup> )
1	1	3	2	1	0.876
2	1	1	3	2	0.258
3	1	2	1	3	1.697
4	2	2	3	1	0.679
5	2	3	1	2	2.045
6	2	1	2	3	1.504
7	3	1	1	1	1.556
8	3	2	2	2	1.743
9	3	3	3	3	1.402
K <sub>1</sub>	0.944	1.106	1.766	1.037	
K <sub>2</sub>	1.409	1.373	1.374	1.349	
K <sub>3</sub>	1.567	1.441	0.780	1.534	
R	0.623	0.335	0.986	0.497	

从正交实验数据及计算结果可知, 极差值反映的因子影响顺序为 C > A > D > B, 即影响程度从强到弱依次是: 鱼腥草粒度、微波作用功率、溶剂用量、微波作用时间; 对于 A 因素有 K<sub>3</sub> > K<sub>2</sub> > K<sub>1</sub>, 对于

$B$  因素有  $K_3 > K_2 > K_1$ , 对于  $C$  因素有  $K_3 < K_2 < K_1$ , 对于  $D$  因素有  $K_3 > K_2 > K_1$ , 由此可以确定最佳工艺条件为  $A_3 B_3 C_1 D_3$ , 即微波功率为 640W、微波作用时间 5min、溶剂用量 1:40、鱼腥草粒度为细粉。

#### 4 结论

微波功率处于 640W、微波作用时间 5min、溶剂用量 1:40、鱼腥草粒度为细粉、水浸泡时间 60min 时, 鱼腥草中总黄酮的提取效果最好。

#### 参考文献

- [1] 兰陵. 鱼腥草的多种功能[J]. 时珍国医国药, 1999, 10(7): 482
- [2] 赵彩云. 中药鱼腥草的研究进展[J]. 现代中药研究与实践, 1995, 9(4): 3—4
- [3] 马海乐, 王超. 葛根总黄酮微波辅助萃取技术[J]. 江苏大学学报, 2005, 26(2): 98—101
- [4] 元英进. 中药现代化生产关键技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2002. 114—118

### Total Flavones in *Houttuynia Cordata* Thunb by Microwave-Assisted Extraction

XIAO Gu-Qing<sup>a,b</sup> LIWang-Ying<sup>a</sup> DAIDian<sup>b</sup>

<sup>a</sup>(Department of Chemistry and Environmental Engineering, Hunan City College, Yiyang, Hunan 413000, P. R. China)

<sup>b</sup>(College of Chemistry and Chemical Engineering, Hunan Normal University, Changsha 410081, P. R. China)

**Abstract** Microwave-assisted extraction of flavones in *Houttuynia Cordata* thunb was studied. Five factors including the microwave power, the reacting time, the ratio of sample to liquor, the granularity of the sample and the time of immersion were optimized with extraction rate of flavones as target. The optimal experimental conditions were determined as microwave irradiation time of 5 minutes under the condition of the 640W power, the ratio of sample weight to solvent volume at 1 to 40, and slender *Houttuynia cordata* thunb immersed for 60 minutes.

**Key words** *Houttuynia Cordata* Thunb, Total Flavones, Microwave, Extraction

## 2008 年《光谱实验室》征订启事

《光谱实验室》2008 年订价与 2007 年相同:

双月刊, 16 开, 每册 240 页, 单月 25 日出版, 每份年订价为 240 元(1-6 期); 零售价为: 第 1 期 70 元/本, 其余 40 元/本。

欲订阅的读者请到全国各地邮电局(所)办理订阅手续, 邮发代号为 82-863。错过时间者, 可直接通过邮局汇款向本编辑部联络处订阅。

地址: 北京市 81 信箱 66 分箱 刘建林, 邮编: 100095, 电话: (010) 62452937。

《光谱实验室》编辑部

2007 年 9 月 25 日