

微波辅助低共熔溶剂萃取金花葵活性成分的工艺研究

周可, 李建媛, 张江玉, 马龙

邢台学院, 河北 邢台 054001

DOI: 10.61369/ETR.2026170028

摘 要 : 为优化微波辅助低共熔溶剂的萃取金花葵内的黄酮工艺, 以氯化胆碱 / 乙二醇为提取剂, 经过单因素考察, 结合响应面实验的探究总结, 确定了以下工艺条件为最优: 微波功率 500 W, 提取时间 15 min, 提取温度 60℃, 液固比 20:1 mL/g, 摩尔比为 1:2。在以上条件下, 金花葵中总黄酮的提取率显著提升至 30.17%, 为金花葵中黄酮的提取提供了一种高效且可行的工艺方法。

关 键 词 : 金花葵; 黄酮; 低共熔溶剂; 微波; 响应面法

Study on the Extraction Process of Active Components from *Abelmoschus manihot* with Microwave-Assisted Deep Eutectic Solvent

Zhou Ke, Li Jianyuan, Zhang Jiangyu, Ma Long

Xingtai University, Xingtai, Hebei 054001

Abstract : To optimize the microwave-assisted deep eutectic solvent extraction process for flavonoids from *Abelmoschus manihot* L., choline chloride/ethylene glycol was used as the extraction solvent. Through single-factor experiments and response surface methodology, the optimal process conditions were determined as follows: microwave power of 500 W, extraction time of 15 min, extraction temperature of 60 °C, liquid-to-solid ratio of 20:1 mL/g, and molar ratio of 1:2. Under these conditions, the total flavonoid extraction yield was significantly increased to 30.17%, providing an efficient and feasible method for the extraction.

Keywords : *Abelmoschus manihot* L.; flavonoids; deep eutectic solvent; microwave; response surface methodology

金花葵, 属锦葵科秋葵植物, 2003年8月被中国农科院在河北省邢台市地域发现^[1]。在约200多种秋葵绿色植物中金花葵最具有食用和健康保健价值。金花葵中的生物黄酮具有清除自由基、抗血栓、保护心脏和脑血管、抗肿瘤、抗炎和抑菌等作用, 还可以有效降低心肌梗死的梗死面积防治缺氧损伤等症^[2]。

低共熔溶剂 (Deep Eutectic Solvents, DESs), 是由一定化学计量比例的氢键受体和氢键供体构成, 其低成本、易制备、易降解等特性使其成为近年来运用最广泛的绿色溶剂之一^[3,4]。迄今为止, DESs 主要是以氯化胆碱为氢键受体, 羧酸、尿素、醇类为氢键供体^[5]。

在提取植物黄酮类活性物质的过程中, 微波辅助低共熔溶剂提取法展现出了其适用性: 李梅等^[6]采用低共熔溶剂作提取溶剂, 对薏苡叶总黄酮进行微波辅助提取, 采用微波辅助提取法, 提取时间较短, 明显提高了提取效率。低共熔溶剂萃取金花葵活性成分实验采用微波辅助技术, 不仅有助于提取金花葵中的活性成分, 还能够显著提高提取效率, 同时保持活性成分的结构和活性, 提升产品品质。

一、实验方法

(一) 原料预处理

金花葵在60℃进行烘干, 研磨过筛后装入密封袋中备用。

(二) 低共熔溶剂的配置

称取1.00 g 的金花葵粉末, 转移至250 mL 的锥形瓶中。根据实验设定的料液比40 mL/g, 向锥形瓶中加入相应体积的低共熔溶剂, 该溶剂的含水量需确保为40%。设定微波参数为500 W、60℃、15 min。样品静置冷却至室温, 在6000 r/min 的转速下进行离心10 min。取出上清液通过0.45 μm 的微孔滤膜进

行过滤。对过滤后的溶液采用亚硝酸钠-硝酸铝显色法^[7]测定黄酮提取量 (以芦丁计, 芦丁标准曲线为: $A=12.607X-0.0071$, $R^2=0.9988$), 并对比不同条件下的提取效果。

(三) 单因素试验

(1) 低共熔溶剂摩尔比: 提取剂液固比20:1 mL/g, 微波参数为500 W、60℃、15 min, 溶剂摩尔比分别为1:1、1:2、1:3、1:4、1:5。

(2) 微波功率: 提取剂摩尔比为1:2, 液固比20:1 mL/g, 微波参数为60℃、15 min, 微波功率分别为: 400、500、600、700、800 W。

(3) 提取温度：提取剂摩尔比为1:2，液固比20:1 mL/g，微波参数为500W、15 min，微波温度分别为：40、50、60、70、80℃。

(4) 料液比：提取剂摩尔比为1:2，微波参数为500W、60℃、15 min，液固比分别为：10、20、30、40、50 mL/g。

(5) 提取时间：提取剂摩尔比为1:2，液固比20:1 mL/g，微波参数为500W、60℃，微波时间分别为：5、10、15、20、25 min。

(四) 响应面试验

选取微波功率(A)、微波温度(B)和料液比(C)为自变量，并将黄酮提取量(Y)作为响应值，通过应用 Box-Behnken 响应面设计试验^[8]，进一步优化金花葵黄酮的提取工艺条件。

二、结果与分析

(一) 微波辅助低共熔溶剂萃取黄酮单因素试验分析

1. 低共熔溶剂摩尔比对金花葵黄酮萃取率的影响

摩尔比为1:2时，提取率达到了峰值30.29%(图1A)。提取率先增高后减小，可能的原因是随着乙二醇占比的增加，体系的黏度减小，黄酮溶解和扩散阻力减小，较易于溶解出；随着比例的不断增加体系的极性逐渐减弱，导致溶剂与溶质之间的极性差异增大^[9]。

2. 微波功率对金花葵黄酮萃取率的影响

微波功率设定为500 W 时，黄酮的提取率达到了30.29%(图1B)。当功率过大时，提取量却出现下降趋势，这可能是由于过高的微波功率对黄酮的内部结构造成了破坏。

3. 提取温度对金花葵黄酮萃取率的影响

提取温度为60℃时，提取率最高(图1C)。当温度升至70℃时，提取率下降至17.17%。表明过高的温度并不利于黄酮的提取，可能的原因是形成的氢键稳定性降低和极性下降。

4. 料液比对金花葵黄酮萃取率的影响

料液比设置为20:1 mL/g 时，提取率最高(图1D)。进一步增加料液比至30:1 mL/g 时，提取率骤减至17.17%，这可能是过多的溶液导致氢键被破坏，从而降低了提取效率。

5. 微波时间对金花葵黄酮提取率的影响

微波时间为15 min 时，提取率达最高(图1E)。当大于15 min 时，黄酮的提取量逐渐减小，可能是时间过长，溶液的极性和氢键降低，有杂质析出使黄酮的提取产生限制。

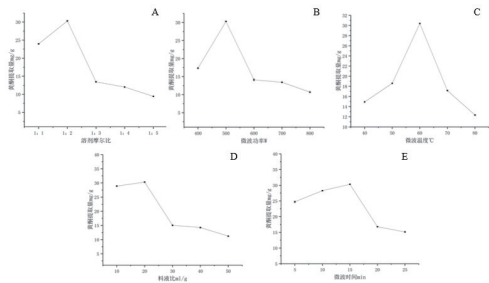


图1 A: 不同低共熔溶剂摩尔比下的提取量; B: 不同微波功率下的提取量; C: 不同提取温度下的黄酮提取量; D: 不同料液比下的黄酮提取量; E: 不同时间下黄酮提取量

三、响应面实验结果分析

响应面实验结果如表2、表3所示，得到多项式回归方程式 $Y=28.24-1.31A+0.2615B-2.53C+0.3218AB+0.8986AC+0.1583BC-8.57A^2-3.64B^2-3.94C^2$ 。A²和C²条件对黄酮的提取产生了极显著的影响，A、AC、B²条件则显示出显著影响。通过F值可知，影响力的排序为：料液比>微波功率>微波温度。

表2 Box-Behnken 试验设计方案及结果

试验号	A 微波功率 W	B 微波温度℃	C 料液比 mL/g	黄酮提取量 mg/g
1	400	50	20	17.80
2	600	50	20	13.70
3	400	70	20	17.72
4	600	70	20	14.91
5	400	60	10	17.87
6	600	60	10	14.28
7	400	60	30	15.39
8	600	60	30	15.38
9	500	50	10	25.29
10	500	70	10	25.46
11	500	50	30	15.56
12	500	70	30	16.36
13	500	60	20	30.17
14	500	60	20	27.49
15	500	60	20	26.79
16	500	60	20	29.59

表3 回归模型的方差分析

方差来源	平方和	自由度	均方	F	P
模型	539.38	9	59.93	8.60	0.0049
A	13.80	1	13.80	1.98	0.2022
B	0.5471	1	0.5471	0.0785	0.7874
C	51.05	1	51.05	7.33	0.0304
AB	0.4143	1	0.4143	0.0594	0.8144
AC	3.23	1	3.23	0.4635	0.5159
BC	0.1003	1	0.1003	0.0144	0.9079
A ²	309.28	1	309.28	44.38	0.0003
B ²	55.78	1	55.78	8.00	0.0254
C ²	65.34	1	65.34	9.38	0.0183
残差	48.78	7	6.97		
失拟项	39.49	3	13.16	5.66	0.0636
净误差	9.30	4	2.32		
总离差	588.17	16			
相关系数(R ²)				0.9171	

(一) 响应面交互作用

经分析，确定了金花葵黄酮的最佳提取工艺条件：料液比

18.85:1，微波功率563 W，提取温度54.99℃时，将能最大限度地提取金花葵中的黄酮成分，预计提取量33.04 mg/g。为在实际操作中提高便捷性和可行性，调整料液比为20:1、微波功率500 W、提取温度60℃。三次平行实验测得黄酮提取量为30.17 mg/g，与预测值相符度高，说明该工艺可行。

四、结论

此次实验使用金花葵作原材料，采用微波辅助氯化胆碱－乙

二醇低共熔溶剂萃取技术，基于初步的实验结果，进一步借助Box-Behnken 响应面法进行了过程优化，以确定从金花葵中提取黄酮类化合物的最佳条件^[10]。在此过程中，着重考虑料液比、微波功率以及微波加热温度等关键参数，并优化了这些参数，成功最大化黄酮类化合物的提取率。实际与理论计算值接近，充分证明了该提取工艺的有效性和可靠性。

参考文献

[1] 贾娟，陈品，王婷婷，等. 金花葵中黄酮的提取及纯化研究进展 [J]. 中国果菜, 2024, 44(01): 42-46.

[2] 乔薪蓓，徐颖，贾娟. 金花葵活性成分的研究进展 [J]. 农产品加工, 2022, (20): 83-86.

[3] Karel G, Kathleen L, Christopher WB, et al. Ionic liquid crystals: versatile materials[J]. Chemical review, 2016, 116(8): 4643-4807.

[4] Ntebogeng M, Indra B, Sangeeta S, et al. Deep eutectic solvents for pretreatment of Lignocellulose biomass: Physical properties, solubility mechanisms, and their interactions[J]. Chemical review, 2026, 126(2): 1206-1257.

[5] 黄一波，蒋磊. 低共熔溶剂在天然产物萃取中的应用进展 [J]. 化学试剂, 2022, 44(01): 10-20.

[6] 李梅，卢秋榕，韦迎春，等. 微波辅助低共熔溶剂提取薏苡叶总黄酮的工艺研究 [J]. 中国食品添加剂, 2017(05): 49-53.

[7] 高敏，王晴，王欣兰，等. 低共熔溶剂提取黄酮类化合物的研究进展 [J]. 化学工程师, 2024, 38(02): 55-58.

[8] 都宏霞，缪领珍，胡梓恒，等. 低共熔溶剂提取桂花黄酮的工艺优化 [J]. 现代食品科技, 2021, 37(05): 203-211.

[9] 钱仲雯，赖晓晨，赖君玲，等. 低共熔溶剂中单质反应合成硫化铜及其光催化性能测试 [J]. 辽宁石油化工大学学报, 2016, 36(6): 5.DOI: 10.3969/j.issn.1672-6952.2016.06.003.

[10] 张一达，张海霞. 磁性低共熔溶剂印迹聚合物对于转铁蛋白的萃取和分离 [C]// 第21届全国色谱学术报告会及仪器展览会会议论文集. 2017.