

# 微波辅助提取海蓬子总黄酮工艺的响应曲面法优化

扶庆权<sup>1</sup>, 周峰<sup>1</sup>, 华春<sup>1</sup>, 王仁雷<sup>2</sup>

(1. 南京晓庄学院生物化工与环境工程学院, 江苏南京 211171)

(2. 江苏教育学院生命科学与化学学院, 江苏南京 210013)

[摘要] 本研究对海蓬子总黄酮的提取工艺条件进行了优化, 通过单因素试验考察乙醇浓度、微波功率、提取时间、料液比和 pH 对总黄酮得率的影响。在单因素试验的基础上, 采用响应曲面法优化微波辅助提取海蓬子总黄酮的最佳工艺条件。结果表明, 微波辅助提取海蓬子总黄酮的最佳工艺条件是: 乙醇浓度 85% (V/V)、微波功率 105 W、微波温度 70 °C、微波时间 14 min、料液比 1:55、pH 10.5, 此时海蓬子总黄酮得率达到 6.81%, 与模型预测值 6.89% 基本相同。

[关键词] 海蓬子, 总黄酮, 微波辅助提取, 响应曲面法

[中图分类号] TS201.1 [文献标志码] A [文章编号] 1001-4616(2013)02-0096-08

## Microwave-assisted Extraction of Total Flavonoids from *Salicornia Bigelovii* Torr. Optimized by Response Surface Methodology

Fu Qingquan<sup>1</sup>, Zhou Feng<sup>1</sup>, Hua Chun<sup>1</sup>, Wang Renlei<sup>2</sup>

(1. School of Biochemical and Environmental Engineering, Nanjing Xiaozhuang University, Nanjing 211171, China)

(2. School of Life Sciences and Chemistry School, Jiangsu Institute of Education, Nanjing 210013, China)

**Abstract:** The extraction conditions of total flavonoids from *Salicornia bigelovii* Torr. were optimized. Effects of ethanol concentration, microwave power, solid-liquid ratio, extraction time and pH value on the extraction of total flavonoids' were studied by single-factor experiments. Based on the single-factor test, the optimal extraction conditions of total flavonoids from *Salicornia bigelovii* Torr. were obtained through the response surface methodology. The results showed that the optimum extraction conditions of total flavonoids from the *Salicornia bigelovii* Torr. were adding 80 times amount 85% ethanol and extracting for 14 minutes at 70 °C and pH 10.5, the extraction rate of total flavonoids was 6.89% under the optimal extraction conditions. This result was basically consistent with the predictive value(i. e. 6.81%) of the fitted equation.

**Key words:** *Salicornia bigelovii* Torr., total flavonoids, microwave-assisted extraction, response surface methodology

海蓬子(*Salicornia bigelovii* Torr.)属于藜科海蓬子属植物<sup>[1]</sup>, 为一年生草本植物, 可在海水中直接萌发, 其种植主要分布在我国江苏、辽宁等地。海蓬子种子含油量约 30%, 其中不饱和脂肪酸含量高达 90%, 榨油后的饼粕含 40% 的粗蛋白。海蓬子还含有人体必需的氨基酸、微量元素、维生素等营养物质, 其中类胡萝卜素含量超过普通蔬菜的 40 倍<sup>[2]</sup>, 可作为绿色有机蔬菜、保健食品以及保健品原料油等<sup>[3]</sup>。研究证实, 海蓬子富含黄酮类物质, 研究人员已从海蓬子中分离得到槲皮素、槲皮素-3-O-β-D-葡萄糖苷、芸香苷、异鼠李素-3-O-β-D-葡萄糖苷等黄酮类物质<sup>[4-6]</sup>。

近年来, 关于海蓬子的研究越来越多。海蓬子中多糖的提取<sup>[7]</sup>、营养成分的分析<sup>[8]</sup>、共轭亚油酸的制备<sup>[9]</sup>及其种植培育<sup>[10]</sup>等方面都有报道, 海蓬子种子中黄酮类物质的提取<sup>[3]</sup>也有少量报道, 但海蓬子中黄酮类物质的微波提取却从未见报道。为了提高海蓬子总黄酮提取工艺的科学性, 进一步研究、开发和综合利用海蓬子, 本研究以总黄酮得率为考察指标, 在单因素实验的基础上, 通过响应曲面法优化微波辅助提取海蓬子总黄酮的最佳工艺条件, 为海蓬子的综合开发和利用提供一定的理论基础。

收稿日期: 2012-10-21

基金项目: 江苏省自然科学基金青年基金项目(BK2012073)、国家高技术研究发展 863 计划(2012AA021701)。

通讯联系人: 周峰, 副教授, 博士, 研究方向: 盐生植物资源开发与利用。E-mail: zfbcas@163.com

# 1 材料与方法

## 1.1 材料与试剂

海蓬子,盐城市绿苑海蓬子开发有限公司;芦丁标准品,中国药品生物制品检定所;无水乙醇、亚硝酸钠、硝酸铝,南京化学试剂有限公司;氢氧化钠、无水乙醚,上海国药集团化学试剂有限公司.以上化学试剂均为分析纯.

## 1.2 仪器和设备

微波仪,日本 EYELA 公司;AUY120 型电子天平,日本岛津公司;7230G 可见分光光度计,上海精密科学有限公司;HH-4 型数显恒温水浴锅,国华电器有限公司;GZX-9070MBE 数显鼓风干燥箱,上海博讯实业有限公司医疗设备厂;SHB-Ⅲ循环水式多用真空泵,郑州长城科工贸有限公司;TDL-型台式离心机,上海安亭科学仪器厂.

## 1.3 方法

### 1.3.1 材料预处理

海蓬子晒干后用粉碎机粉碎,无水乙醚对海蓬子进行浸泡脱脂. 脱脂后的海蓬子置于 55 ℃ 的鼓风干燥箱中烘干,取出用袋子密封后于阴暗干燥处保存备用.

### 1.3.2 最大吸收波长的确定

试验以芦丁标准品作为对照<sup>[11]</sup>,将芦丁标准品配制成一定浓度的溶液,显色后用紫外分光光度计在 420 nm ~ 700 nm 范围内进行扫描,由图 1 可得提取液在可见光区的最大吸收波长为 510 nm,故本实验选定 510 nm 为测定波长.

### 1.3.3 芦丁标准曲线制作

精密称取于 105 ℃ 干燥至恒重的芦丁标准品 10 mg,用 70% 乙醇溶解,定容至 100 mL,摇匀,得到 0.1 mg/mL 的芦丁标准溶液,备用. 分别准确吸取芦丁标准溶液(0.00, 2.50, 5.00, 7.50, 10.00, 12.50, 15.00) mL 于 25 mL 的容量瓶中. 先加入 5% 亚硝酸钠 1.00 mL, 摆匀, 放置 6 min; 再加入 10% 硝酸铝溶液 1.00 mL, 摆匀, 放置 6 min; 最后加入 1.0 mol/L 氢氧化钠溶液 5.00 mL, 用 70% 乙醇定容至刻度, 摆匀, 放置 10 min. 用空白液作参比, 用分光光度计测定 510 nm 处的吸光度. 所得标准曲线为芦丁浓度 C 和吸光度 A 的关系, 根据所得数据, 得到线性回归方程为:  $A = 8.0286 \times C - 0.0006$ ,  $R^2 = 0.9948$ .

### 1.3.4 提取液的制备

准确称取脱脂海蓬子 1 g, 用一定浓度、一定体积的乙醇溶液于相应温度下进行微波提取一定时间, 提取液趁热抽滤, 滤渣弃去, 收集滤液并精量其体积, 记录数据. 总黄酮含量的测定: 精密移取 2.00 mL 离心后的提取液置于 25 mL 容量瓶中, 按标准曲线的测定方法测定吸光度, 计算得样品的总黄酮含量.

### 1.3.5 总黄酮含量的计算

$$\text{得率} (\%) = \frac{C \times V \times N}{W} \times 100\%,$$

式中: C 为测量液总黄酮浓度 (mg/mL); V 为粗体液体积 (mL); N 为稀释倍数; W 为原料重量 (g).

### 1.3.6 单因素试验设计

以乙醇溶液为溶剂<sup>[11]</sup>, 选用不同浓度的乙醇溶液、微波功率、料液比、微波时间和 pH 值进行单因素试验, 按照制作标准曲线的方法测定总黄酮, 计算得率, 研究不同因素对海蓬子总黄酮得率的影响.

### 1.3.7 响应曲面优化试验设计

在单因素实验的基础上, 综合考虑各因素对海蓬子总黄酮得率的影响, 确定 5 个主要因素, 采用中心组合试验 Box-Behnken 设计方案做响应曲面研究, 以乙醇浓度、微波功率、料液比、微波时间和 pH 值为考察因素, 以总黄酮得率为指标, 优化最佳提取工艺条件.

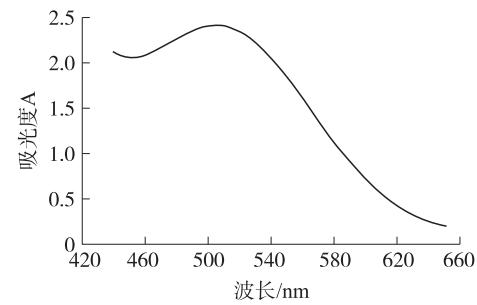


图 1 芦丁标准品在可见光内的波长扫描图谱  
Fig. 1 The results of the visible spectrum of the rutin

表1 Box-Behnken 实验设计因素与水平  
Table1 Variables and levels in Box-Behnken experimental design

| 水平/因素 | 乙醇浓度(%) | 微波功率(W) | 料液比(W/V) | 微波时间(h) | pH   |
|-------|---------|---------|----------|---------|------|
| -1    | 83      | 103     | 53       | 12      | 10.3 |
| 0     | 85      | 105     | 55       | 14      | 10.5 |
| 1     | 87      | 107     | 57       | 16      | 10.7 |

### 1.3.8 数据统计与分析

采用 Design-Expert 7.0 软件对响应面实验得到的数据进行线性回归和方差分析,通过  $F$  值考察( $P < 0.05$ )模型及因素的显著性,并根据回归方程、响应曲面图分析出各因素之间交互作用的显著性<sup>[12]</sup>.

## 2 结果与讨论

### 2.1 单因素试验结果

#### 2.1.1 乙醇浓度对海蓬子总黄酮得率的影响

由图2可知,随着乙醇浓度的提高,海蓬子总黄酮得率随之增大,当乙醇浓度增大到85%时,总黄酮得率达到最大值,随后可能由于醇溶性杂质、色素等成分溶出量的增加导致总黄酮提取率呈波动性下降.因此最佳提取乙醇浓度为85%.

#### 2.1.2 微波功率对海蓬子总黄酮得率的影响

从图3可以看出,随着微波功率的提高,海蓬子总黄酮得率随之增大,当微波功率大于105 W时,总黄酮得率又开始下降,可能是由于微波功率过大,总黄酮受到了破坏,导致得率下降,因此最佳微波功率为105 W.

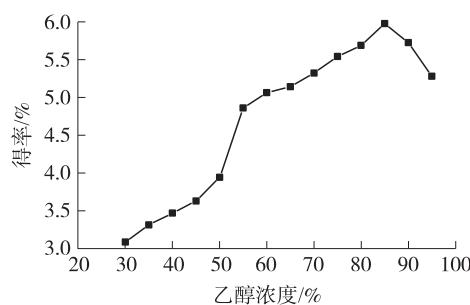


图2 乙醇浓度对海蓬子总黄酮得率的影响

Fig. 2 Effects of ethanol concentration on extraction rate of total flavonoids

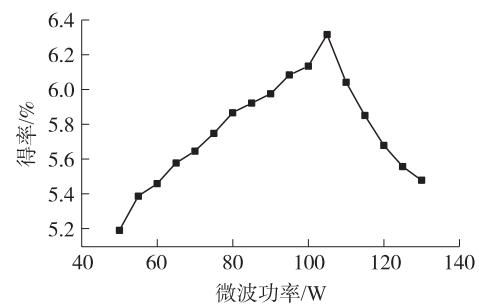


图3 微波功率对海蓬子总黄酮得率的影响

Fig. 3 Effects of microwave power on extraction rate of total flavonoids

#### 2.1.3 料液比对海蓬子总黄酮得率的影响

从图4可知,海蓬子总黄酮得率随料液比的增加而呈上升趋势,当料液比为1:55(g/mL)时,得率达到最大值,当料液比超过1:55(g/mL)时,由于杂质的过多溶出使得总黄酮得率反而逐渐下降.因此确定最佳料液比为1:55(g/mL).

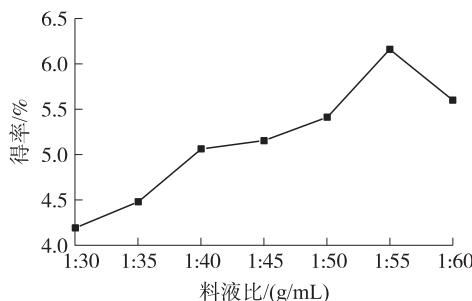


图4 料液比对海蓬子总黄酮得率的影响

Fig. 4 Effects of solid-liquid ratio on extraction rate of total flavonoids

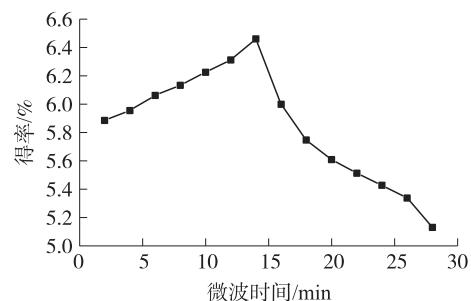


图5 微波时间对海蓬子总黄酮得率的影响

Fig. 5 Effects of microwave time on extraction rate of total flavonoids

### 2.1.4 微波时间对海蓬子总黄酮得率的影响

从图5可知,随着微波时间的提高,海蓬子总黄酮得率先增加后下降,在14 min时得率达到最大值,后期得率下降可能是由于微波时间的不断延长使总黄酮受到破坏。因此最适提取时间为14 min。

### 2.1.5 pH对海蓬子总黄酮得率的影响

由图6可知,随着pH的增大,海蓬子总黄酮得率随之提高,当pH达到10.5时,总黄酮得率达到最大值,随着pH的继续增加,总黄酮得率开始下降,因此最佳提取pH为10.5。

## 2.2 响应曲面优化实验

### 2.2.1 二次响应面回归模型的建立与分析

试验结果见表2。利用Design expert 8.0软件对数据进行回归拟合,得到总黄酮得率与5个提取条件之间的二次多项式模型为:

$$Y = +6.89 - 1.047E - 003X_1 + 4.610E - 003X_2 - 6.727E - 003X_3 - 5.758E - 003X_4 - 9.492E - 004X_5 - 0.011X_1X_2 + 4.635E - 003X_1X_3 - 0.014X_1X_4 - 0.033X_1X_5 - 0.020X_2X_3 - 0.012X_2X_4 + 3.805E - 003X_2X_5 + 0.014X_3X_4 + 6.346E - 004X_3X_5 + 0.011X_4X_5 - 0.52X_1^2 - 0.52X_2^2 - 0.51X_3^2 - 0.51X_4^2 - 0.51X_5^2.$$

式中:Y为海蓬子种子总黄酮得率的预测值;X<sub>1</sub>、X<sub>2</sub>、X<sub>3</sub>、X<sub>4</sub>、X<sub>5</sub>分别代表乙醇浓度、微波功率、料液比、微波时间、pH的编码值。

表2 响应面实验的设计与结果  
Table 2 Response surface experimental design and results

| 实验序号 | 乙醇浓度(X <sub>1</sub> ) | 微波功率(X <sub>2</sub> ) | 料液比(X <sub>3</sub> ) | 微波时间(X <sub>4</sub> ) | pH(X <sub>5</sub> ) | 得率(%) | 实验序号 | 乙醇浓度(X <sub>1</sub> ) | 微波功率(X <sub>2</sub> ) | 料液比(X <sub>3</sub> ) | 微波时间(X <sub>4</sub> ) | pH(X <sub>5</sub> ) | 得率(%) |
|------|-----------------------|-----------------------|----------------------|-----------------------|---------------------|-------|------|-----------------------|-----------------------|----------------------|-----------------------|---------------------|-------|
| 1    | 1                     | 0                     | 0                    | 1                     | 0                   | 5.81  | 24   | 1                     | 0                     | -1                   | 0                     | 0                   | 5.86  |
| 2    | 0                     | 0                     | 0                    | -1                    | -1                  | 5.86  | 25   | -1                    | 0                     | -1                   | 0                     | 0                   | 5.86  |
| 3    | 1                     | 0                     | 1                    | 0                     | 0                   | 5.85  | 26   | 0                     | 0                     | 0                    | 0                     | 0                   | 6.90  |
| 4    | 0                     | 0                     | -1                   | 0                     | 1                   | 5.87  | 27   | -1                    | 0                     | 0                    | 0                     | -1                  | 5.83  |
| 5    | 0                     | 0                     | 0                    | 0                     | 0                   | 6.88  | 28   | 0                     | 0                     | -1                   | 1                     | 0                   | 5.87  |
| 6    | 0                     | 0                     | 0                    | 1                     | 1                   | 5.86  | 29   | -1                    | 0                     | 0                    | 0                     | 1                   | 5.89  |
| 7    | 0                     | 0                     | -1                   | -1                    | 0                   | 5.88  | 30   | 0                     | 0                     | 1                    | 0                     | -1                  | 5.86  |
| 8    | 0                     | -1                    | 0                    | -1                    | 0                   | 5.85  | 31   | 0                     | 0                     | 0                    | -1                    | 1                   | 5.84  |
| 9    | 0                     | 1                     | -1                   | 0                     | 0                   | 5.88  | 32   | 0                     | 0                     | 0                    | 0                     | 0                   | 6.85  |
| 10   | -1                    | 0                     | 0                    | -1                    | 0                   | 5.88  | 33   | 0                     | -1                    | 0                    | 1                     | 0                   | 5.85  |
| 11   | 1                     | 0                     | 0                    | -1                    | 0                   | 6.88  | 34   | 0                     | 1                     | 1                    | 0                     | 0                   | 5.84  |
| 12   | 1                     | 0                     | 0                    | 0                     | -1                  | 5.90  | 35   | 1                     | -1                    | 0                    | 0                     | 0                   | 5.84  |
| 13   | 0                     | 0                     | 0                    | 0                     | 0                   | 5.80  | 36   | -1                    | 0                     | 0                    | 1                     | 0                   | 5.86  |
| 14   | 1                     | 0                     | 0                    | 0                     | 1                   | 5.87  | 37   | 0                     | 0                     | 0                    | 0                     | 0                   | 6.90  |
| 15   | 0                     | 1                     | 1                    | -1                    | 0                   | 5.85  | 38   | 1                     | 1                     | 0                    | 0                     | 0                   | 5.85  |
| 16   | -1                    | 1                     | 1                    | 0                     | 0                   | 5.88  | 39   | 0                     | 1                     | 0                    | 1                     | 0                   | 5.82  |
| 17   | 0                     | 0                     | 0                    | 1                     | 0                   | 5.84  | 40   | 0                     | -1                    | -1                   | 0                     | 0                   | 5.82  |
| 18   | 0                     | 0                     | 0                    | 1                     | -1                  | 5.86  | 41   | -1                    | -1                    | 0                    | 0                     | 0                   | 5.80  |
| 19   | 0                     | 1                     | 1                    | 0                     | 1                   | 6.90  | 42   | 0                     | 1                     | 0                    | 0                     | -1                  | 5.86  |
| 20   | 0                     | 0                     | 0                    | 0                     | 5.87                |       | 43   | 0                     | -1                    | 0                    | 0                     | -1                  | 5.87  |
| 21   | 0                     | 0                     | -1                   | 0                     | -1                  | 5.84  | 44   | 0                     | 0                     | 1                    | -1                    | 0                   | 5.83  |
| 22   | -1                    | 0                     | 1                    | 0                     | 0                   | 5.87  | 45   | 0                     | -1                    | 1                    | 0                     | 0                   | 5.86  |
| 23   | 0                     | -1                    | 0                    | 0                     | 1                   | 5.86  | 46   | 0                     | 0                     | 1                    | 0                     | 1                   | 5.86  |

对此模型进行方差分析和显著性检验,结果如表3。由表3可以看出,模型具有高度的显著性( $P < 0.0001$ ),失拟性具有不显著性( $P = 0.5593, P > 0.05$ ), $R_{adj}^2 = 0.9876$ ,表明此模型拟合度好,可以对总黄酮得率进行很好的分析和预测。因素 $X_1X_5, X_1^2, X_2^2, X_3^2, X_4^2, X_5^2$ 对海蓬子总黄酮得率有极其显著的影响( $P < 0.01$ );因素 $X_2X_3$ 对海蓬子总黄酮得率影响较显著( $P < 0.05$ );因素 $X_1, X_2, X_3, X_4, X_5, X_1X_2, X_1X_3, X_1X_4, X_2X_4, X_2X_5, X_3X_4, X_3X_5, X_4X_5$ 对海蓬子总黄酮得率影响不显著( $P > 0.05$ )。

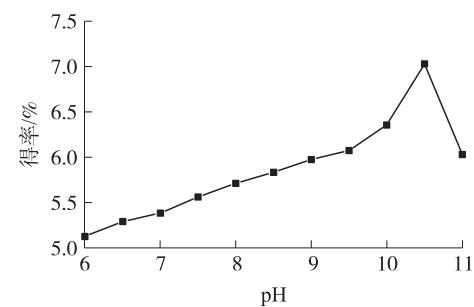


图6 pH对海蓬子总黄酮得率的影响

Fig. 6 Effects of pH on extraction rate of total flavonoids

表3 响应面实验设计与结果  
Table 3 Response surface experimental design and results

| 方差来源        | 平方和                    | 自由度 | 均方                     | F值                     | P值      | 显著性 |
|-------------|------------------------|-----|------------------------|------------------------|---------|-----|
| 模型          | 5.58                   | 20  | 0.28                   | 942.04                 | <0.0001 | *** |
| $X_1$       | $1.755 \times 10^{-5}$ | 1   | $1.755 \times 10^{-5}$ | 0.059                  | 0.8097  | *   |
| $X_2$       | $3.401 \times 10^{-4}$ | 1   | $3.401 \times 10^{-4}$ | 1.15                   | 0.2943  | *   |
| $X_3$       | $7.240 \times 10^{-4}$ | 1   | $7.240 \times 10^{-4}$ | 2.44                   | 0.1306  | *   |
| $X_4$       | $5.305 \times 10^{-4}$ | 1   | $5.305 \times 10^{-4}$ | 1.79                   | 0.1930  | *   |
| $X_5$       | $1.441 \times 10^{-5}$ | 1   | $1.441 \times 10^{-5}$ | 0.049                  | 0.8272  | *   |
| $X_1 X_2$   | $4.530 \times 10^{-4}$ | 1   | $4.530 \times 10^{-4}$ | 1.53                   | 0.2278  | *   |
| $X_1 X_3$   | $8.592 \times 10^{-5}$ | 1   | $8.592 \times 10^{-5}$ | 0.29                   | 0.5951  | *   |
| $X_1 X_4$   | $7.485 \times 10^{-4}$ | 1   | $7.485 \times 10^{-4}$ | 2.53                   | 0.1246  | *   |
| $X_1 X_5$   | $4.485 \times 10^{-3}$ | 1   | $4.485 \times 10^{-3}$ | 15.13                  | 0.0007  | *** |
| $X_2 X_3$   | $1.539 \times 10^{-3}$ | 1   | $1.539 \times 10^{-3}$ | 5.19                   | 0.0315  | **  |
| $X_2 X_4$   | $5.741 \times 10^{-4}$ | 1   | $5.741 \times 10^{-4}$ | 1.94                   | 0.1762  | *   |
| $X_2 X_5$   | $5.790 \times 10^{-5}$ | 1   | $5.790 \times 10^{-5}$ | 0.20                   | 0.6623  | *   |
| $X_3 X_4$   | $7.371 \times 10^{-4}$ | 1   | $7.371 \times 10^{-4}$ | 2.49                   | 0.1274  | *   |
| $X_3 X_5$   | $1.611 \times 10^{-6}$ | 1   | $1.611 \times 10^{-6}$ | $5.434 \times 10^{-3}$ | 0.9418  | *   |
| $X_4 X_5$   | $4.706 \times 10^{-4}$ | 1   | $4.706 \times 10^{-4}$ | 1.59                   | 0.2193  | *   |
| $X_1^2$     | 2.39                   | 1   | 2.39                   | 8056.40                | <0.0001 | *** |
| $X_2^2$     | 2.39                   | 1   | 12.39                  | 8049.88                | <0.0001 | *** |
| $X_3^2$     | 2.28                   | 1   | 12.28                  | 7705.94                | <0.0001 | *** |
| $X_4^2$     | 2.30                   | 1   | 2.30                   | 7768.67                | <0.0001 | *** |
| $X_5^2$     | 2.20                   | 1   | 12.29                  | 7730.30                | <0.0001 | *** |
| 残差          | $7.410 \times 10^{-3}$ | 25  | $2.964 \times 10^{-4}$ |                        |         |     |
| 失拟性         | $5.923 \times 10^{-3}$ | 20  | $2.961 \times 10^{-4}$ | 1.00                   | 0.5593  | *   |
| 纯误差         | $1.487 \times 10^{-3}$ | 5   | $2.974 \times 10^{-4}$ |                        |         |     |
| 总差          | 5.59                   | 45  |                        |                        |         |     |
| $R^2$       | 0.9987                 |     |                        |                        |         |     |
| $R^2_{adj}$ | 0.9876                 |     |                        |                        |         |     |

注: \*不显著差异( $P>0.05$ ), \*\*显著差异( $P<0.05$ ), \*\*\*极显著差异( $P<0.01$ ).

## 2.2.2 两因素间交互作用的分析

### 2.2.2.1 乙醇浓度和微波功率的交互作用

将料液比、微波时间和pH固定在零水平,可以得到乙醇浓度与微波功率对海蓬子总黄酮得率影响的方程:

$$Y = +6.89 - 1.047 \times 10^{-3} X_1 + 4.610 \times 10^{-3} X_2 - 0.011 X_1 X_2 - 0.52 X_1^2 - 0.52 X_2^2.$$

### 2.2.2.2 乙醇浓度和料液比的交互作用

将微波功率、微波时间和pH固定在零水平,可以得到乙醇浓度与料液比对海蓬子总黄酮得率影响的方程:

$$Y = +6.89 - 1.047 \times 10^{-3} X_1 - 6.727 \times 10^{-3} X_3 + 4.635 \times 10^{-3} X_1 X_3 - 0.52 X_1^2 - 0.51 X_3^2.$$

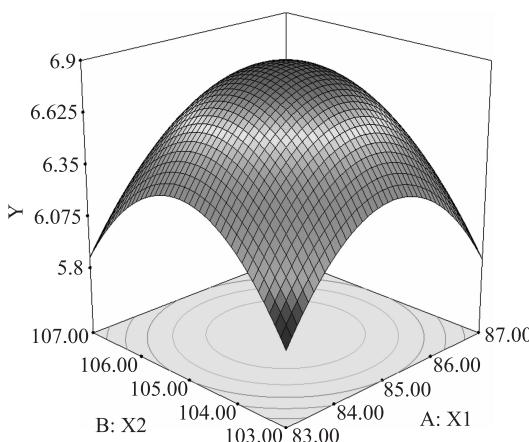


图7 乙醇浓度和微波功率及其交互作用的响应曲面图

Fig. 7 Response surface plot indicating the interactive effects of ethanol concentration and microwave power on total flavonoids' extraction

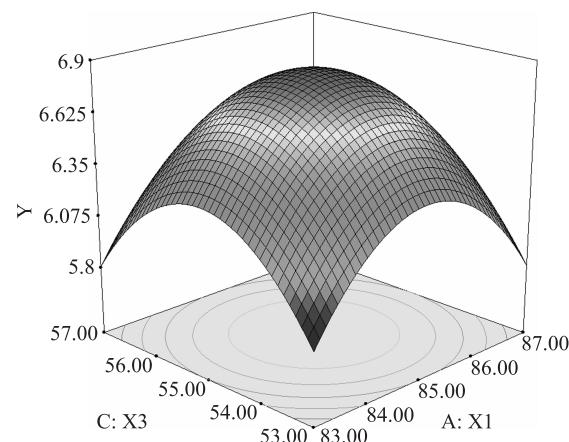


图8 乙醇浓度和料液比及其交互作用的响应曲面图

Fig. 8 Response surface plot indicating the interactive effects of ethanol concentration and ratio of solid-liquid on total flavonoids' extraction

### 2.2.2.3 乙醇浓度和微波时间的交互作用

将微波功率、料液比和 pH 固定在零水平,可以得到乙醇浓度与微波时间对海蓬子种子总黄酮得率影响的方程:

$$Y = +6.89 - 1.047 \times 10^{-3} X_1 - 5.758 \times 10^{-3} X_4 - 0.014 X_1 X_4 - 0.52 X_1^2 - 0.51 X_4^2.$$

### 2.2.2.4 乙醇浓度和 pH 的交互作用

将微波功率、料液比和微波时间固定在零水平,可以得到乙醇浓度与 pH 对海蓬子种子总黄酮得率影响的方程:

$$Y = +6.89 - 1.047 \times 10^{-3} X_1 - 9.492 \times 10^{-4} X_5 - 0.033 X_1 X_5 - 0.52 X_1^2 - 0.51 X_5^2.$$

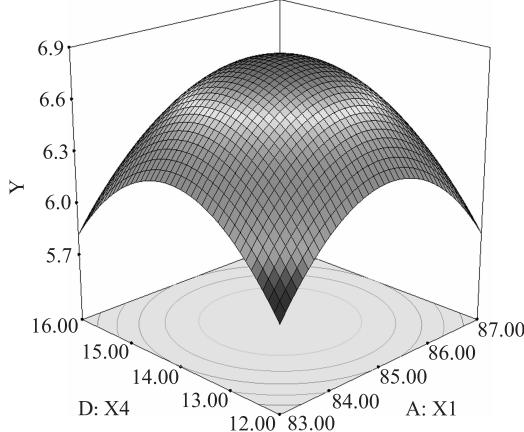


图 9 乙醇浓度和微波时间及其交互作用的响应曲面图

Fig. 9 Response surface plot indicating the interactive effects of ethanol concentration and microwave time on total flavonoids extraction

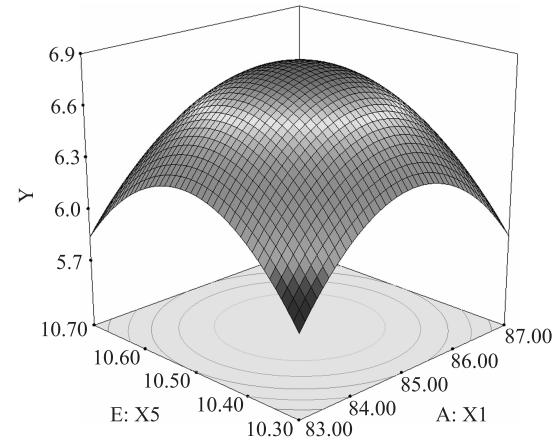


图 10 乙醇浓度和 pH 及其交互作用的响应曲面图

Fig. 10 Response surface plot indicating the interactive effects of ethanol concentration and pH on total flavonoids extraction

### 2.2.2.5 微波功率和料液比的交互作用

将乙醇浓度、微波时间和 pH 固定在零水平,可以得到微波功率和料液比对海蓬子总黄酮得率影响的方程:

$$Y = +6.89 + 4.610 \times 10^{-3} X_2 - 6.727 \times 10^{-3} X_3 - 0.020 X_2 X_3 - 0.52 X_2^2 - 0.51 X_3^2.$$

### 2.2.2.6 微波功率和微波时间的交互作用

将乙醇浓度、料液比和 pH 固定在零水平,可以得到微波功率和微波时间对海蓬子种子总黄酮得率影响的方程:

$$Y = +6.89 + 4.610 \times 10^{-3} X_2 - 5.758 \times 10^{-3} X_4 - 0.012 X_2 X_4 - 0.52 X_2^2 - 0.51 X_4^2.$$

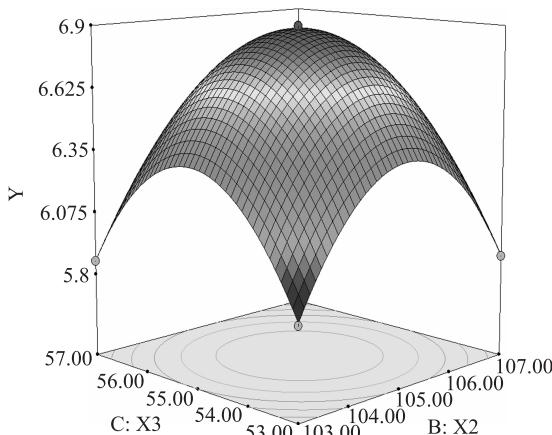


图 11 微波功率和料液比及其交互作用的响应曲面图

Fig. 11 Response surface plot indicating the interactive effects of microwave power and ratio of solid-liquid on total flavonoids extraction

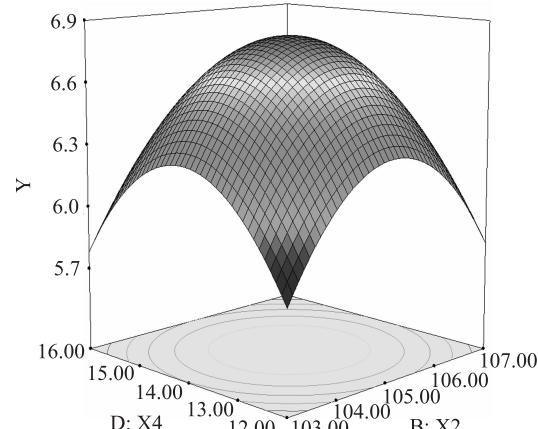


图 12 微波功率和微波时间及其交互作用的响应曲面图

Fig. 12 Response surface plot indicating the interactive effects of microwave power and microwave time on total flavonoids extraction

### 2.2.2.7 微波功率和 pH 的交互作用

将乙醇浓度、料液比和微波时间固定在零水平,可以得到微波功率和 pH 对海蓬子种子总黄酮得率影响的方程:

$$Y = +6.89 + 4.610 \times 10^{-3} X_2 - 9.492 \times 10^{-4} X_5 + 3.805 \times 10^{-3} X_2 X_5 - 0.52 X_2^2 - 0.51 X_5^2.$$

### 2.2.2.8 料液比和微波时间的交互作用

将乙醇浓度、微波功率和 pH 固定在零水平,可以得到料液比和微波时间对海蓬子种子总黄酮得率影响的方程:

$$Y = +6.89 - 6.727 \times 10^{-3} X_3 - 5.758 \times 10^{-3} X_4 + 0.014 X_3 X_4 - 0.51 X_3^2 - 0.51 X_4^2.$$

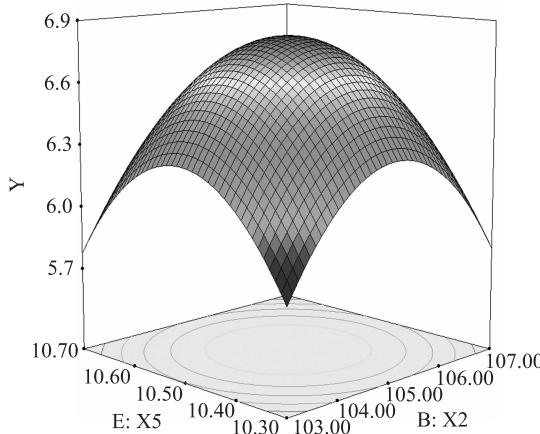


图 13 微波功率和 pH 及其交互作用的响应曲面图

Fig. 13 Response surface plot indicating the interactive effects of microwave power and pH on total flavonoids' extraction

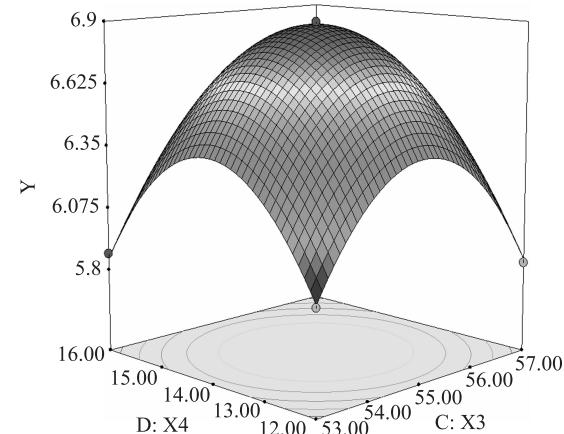


图 14 微波时间和料液比及其交互作用的响应曲面图

Fig. 14 Response surface plot indicating the interactive effects of microwave time and ratio of solid-liquid on total flavonoids' extraction

### 2.2.2.9 料液比和 pH 的交互作用

将乙醇浓度、微波功率和微波时间固定在零水平,可以得到料液比和 pH 对海蓬子种子总黄酮得率影响的方程:

$$Y = +6.89 - 1.047 \times 10^{-3} X_3 - 9.492 \times 10^{-4} X_5 - 0.004 X_3 X_5 - 0.51 X_3^2 - 0.51 X_5^2.$$

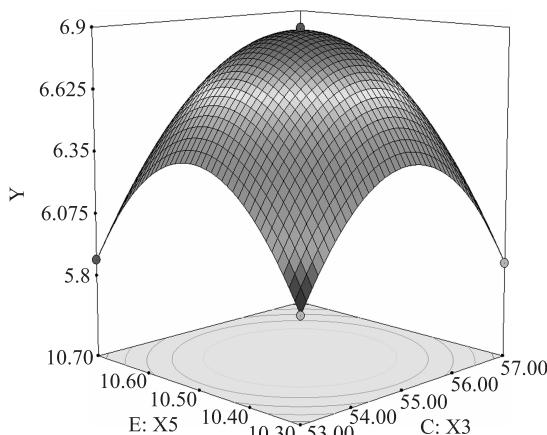


图 15 pH 和料液比及其交互作用的响应曲面图

Fig. 15 Response surface plot indicating the interactive effects of pH and ratio of solid-liquid on total flavonoids' extraction

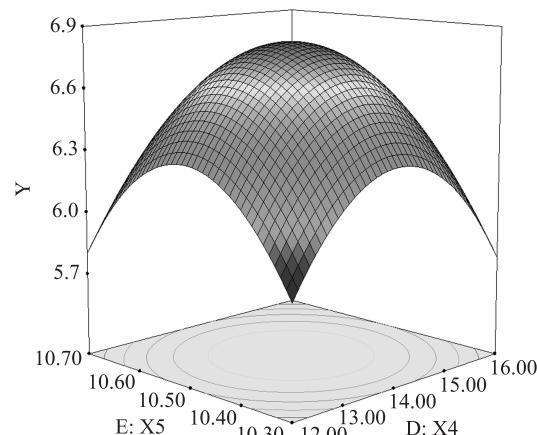


图 16 微波时间和 pH 及其交互作用的响应曲面图

Fig. 16 Response surface plot indicating the interactive effects of extraction time and pH on total flavonoids' extraction

### 2.2.2.10 微波时间和 pH 的交互作用

将乙醇浓度、料液比和微波功率固定在零水平,可以得到微波时间和 pH 对海蓬子种子总黄酮得率影响的方程:

$$Y = +6.89 - 5.758 \times 10^{-3} X_4 - 9.492 \times 10^{-4} X_5 + 0.011 X_4 X_5 - 0.51 X_4^2 - 0.51 X_5^2.$$

### 2.2.3 模型的验证性试验

通过海蓬子总黄酮得率的二次多项数学模型的解析得出在提取温度为70℃时其总黄酮提取的最佳条件:乙醇浓度为85.00%,料液比为1:54.99,提取时间为13.99 min,微波功率为105.01 W,pH为10.50.在此条件下,海蓬子总黄酮得率预测值可达6.89%.

为了检验此方法的可靠性,根据实际的操作条件,将海蓬子总黄酮提取最佳条件修正为:乙醇浓度85%,微波功率为105 W,微波温度70℃,微波时间14 min,料液比1:55,pH为10.50.实际测得提取率为6.86%,与理论值相差不大.

## 3 结论

通过响应曲面分析得出各因素之间具有显著的交互作用,并通过响应曲面法优化海蓬子总黄酮的最佳提取工艺条件:乙醇浓度为85%,微波温度为70℃,微波时间为13.99 min,料液比为1:54.99,微波功率为105.01 W,pH为10.50,此时海蓬子总黄酮得率预测值可达6.89%.根据实际情况对该提取条件进行修正后,开展验证实验得出实际数值为6.81%,与预测值无明显差异,说明该工艺适宜提取海蓬子总黄酮.

### [参考文献]

- [1] 洪立洲,丁海荣,杨智青,等.盐生植物海蓬子的研究进展及前景展望[J].江西农业学报,2008,20(7):46-48.
- [2] 张美霞,刘兴宽.北美海蓬子引种盐城滩涂后生长条件和营养组成比较[J].食品科技,2007,32(5):104-106.
- [3] 顾婕,杨莉萍,赵微加,等.海蓬子总黄酮提取工艺优化研究[J].时珍国医国药,2009,20(9):2274-2275.
- [4] Park S H,Kim K S. Isolation and identification of antioxidant flavonoids from *Salicornia herbacea* L[J]. Journal of the Korean Society for Applied Biological Chemistry,2004,47(1):120-123.
- [5] Kong C S,Kim Y A,Kim M M,et al. Flavonoid glycosides isolated from *Salicornia herbacea* inhibit matrix metalloproteinase in HT1080 cells[J]. Toxicology *in Vitro*,2008,22(7):1742-1748.
- [6] Min J G,Lee D S,Kim T J,et al. Chemical composition of *salicornia herbacea* L[J]. Journal Food Science and Nutrition,2002,7:105.
- [7] 陈伟洲,宋彩霞,陈美珍.响应面法优化海蓬子多糖提取工艺的研究[J].食品工业科技,2011,32(3):318-323.
- [8] 陈美珍,陈伟洲,宋彩霞.海蓬子营养成份分析与急性毒性评价[J].营养学报,2010,32(3):286-289.
- [9] 许伟,颜秀花,张寅连,等.微波辅助海蓬子油制备共轭亚油酸的工艺研究[J].食品工业科技,2011,32(6):309-314.
- [10] 冯德庆,颜台银.福建沿海海蓬子栽培技术[J].福建农业科技,2007(6):34.
- [11] 国家药典委员会.中华人民共和国药典一部[S].北京:中国医药科技出版社,2000:291-578,附录:34.
- [12] 张明,陈华国,赵超,等.杠板归中总黄酮的含量测定研究[J].中国实验方剂学杂志,2012,18(18):70-73.
- [13] 肖卫华,韩鲁佳,杨增玲,等.响应面法优化黄芪黄酮提取工艺的研究[J].中国农业大学学报:自然科学版,2007,12(5):52-56.

### [责任编辑:黄敏]

(上接第95页)

- [11] 邹智荣,李雪雁,刘承杏,等.云南汉族成人的Heath-Carter法体型研究[J].四川大学学报:医学版,2003,37(2):321-323.
- [12] 齐连枝,王树勋,陆舜华,等.内蒙古地区汉族成人的体型分析[J].解剖学杂志,2004,27(4):437-443.
- [13] 梁明康,朱钦,蒋葵,等.广西汉族成人的体型研究[J].广西医科大学学报:自然科学版,2008,25(4):501-505.
- [14] Carter J E L,Heat H B H. Somatotyping Development and Applications[M]. London:Cambridge University Press,1999.
- [15] 邵象清.人体测量手册:肌力测定与皮褶测量[M].上海:上海辞书出版社,1985.
- [16] Brozek J,Grande F,Anderson J T,et al. Densitometric analysis of body composition:Revision of some quantitative assumptions[J]. Ann New York Acad Sci,1963,110:113-140.
- [17] 席焕久.新编老年医学[M].北京:人民卫生出版社,2001.

### [责任编辑:黄敏]