

中文核心期刊  
中国农业核心期刊  
美国化学文摘社（CAS）收录期刊  
2015、2016、2018期刊数字影响力100强

全国优秀农业期刊  
中国北方优秀期刊  
黑龙江省优秀期刊

ISSN 1001-0009  
CN 23-1247/S

# 北方园艺

NORTHERN HORTICULTURE

黑龙江省农业科学院  
黑龙江省园艺学会 主办



2020/07

## 资源·环境·生态

微生物菌剂和生根粉对甜瓜产量和土壤生态效应的影响 . . . . . 李吉梅, 陆秀君, 张敏硕, 等(100)

河北葡萄园施肥与土壤养分演变及其对产量的影响 . . . . . 王志慧, 马振朝, 张丽娟, 等(106)

## 贮藏·加工·检测

高超 压萃取法提取山楂叶黄酮工艺研究 ..... 周志强, 钱志伟, 曹乐民 (116)  
响应面法优化红草素提取工艺 ..... 张雁南, 贺子君, 刘刚(124)

## 中草药

种子萌发及幼苗 ..... 高琪(132)  
氮和磷对膜葵黄芪不定根芒柄花昔积累的影响 ..... 郑涵予, 金河延, 冯艺川, 等  
高昆, 王佳琪(137)

食用菌

羊肚菌白腐病病原菌的分离与鉴定 ..... 余苗, 尹琪, 何新培 (142)  
分

## 专题综述

红肉苹果的研究 ..... 李扬, 周语潮, 贾林光, 等(146)  
辣椒 ..... 进展  
化感物质成分分析及连作障碍缓解机制的研究 ..... 李根新, 马喜玲, 朱强龙, 等(152)

## 农业经济

农产品供应链标准化体系构建及实现路径 ..... 张京敏, 黄彦(166)  
基于政府与小农散户博弈视角的农产品质控安全规制路径 ..... 聂明珠, 慧萍(159)  
选择

## 农业经纬

农产品供应链标准化体系构建及实现路径 ..... 张京敏, 黄彦(166)  
基于政府与小农散户博弈视角的农产品质控安全规制路径 ..... 聂明珠, 慧萍(159)

## 实用技术

黄冠梨在武威绿洲的引种表现及省力化栽培技术 ..... 牟德生, 王鑫, 郭艳兰, 等(117)  
华南地区秋茬南瓜套种绿豆栽培技术 ..... 刘文君, 周建辉, 陈宝玲, 等(175)

## 新品种

新品种“鄂椒香帅”的选育 ..... 李宁, 王尹 (118)

## **Resource • Environment • Ecology**

- Effects of Microbial Inoculants and Rooting Powder on Muskmelon Yield and Soil Ecological Effect ..... LI Qingmei, LU Xiujun, ZHANG Minshuo, et al (100)
- Fertilization and Soil Nutrient Evolution of Vineyards in Hebei and Its Impact on Yield ..... WANG Zhihui, MA Zhenchao, ZHANG Lijuan, et al (106)

## **Storage • Processing • Detection**

- Extraction of Hawthorn Leaves Flavonoids by Ultra-high Pressure Extraction ..... ZHOU Zhiqiang, QIAN Zhiwei, CAO Lemin (116)
- Optimization of Extraction of Isoorientin From *Polygonum orientale* L. Using Response Surface Methodology ..... ZHANG Yannan, HE Zijun, LIU Gang (124)

## **Chinese Herbal Medicine**

- Effects of Drought Stress on the Seed Germination and Physiological Characteristics of the Seedling of *Physalis alkengi* L. ..... GAO Kun, WANG Jiaqi (132)
- Effects of Nitrogen and Phosphorus on the Accumulation of Arbutin in Adventitious Roots of *Astragalus membranaceus* ..... ZHENG Hanyu, JIN Heyan, FENG Yichuan, et al (137)

## **Edible Fungi**

- Isolation and Identification of Pathogen of Morel White Rot ..... YU Miao, YIN Qi, HE Peixin (142)

## **Reviews**

- Research Advances in Red-fleshed Apple ..... LI Yang, ZHOU Yuchao, JIA Linguang, et al (146)
- Advances in Analysis of Allelochemical Components of Pepper and Mitigation Mechanisms of Continuous Cropping ..... LI Genxin, MA Xiling, ZHU Qianglong, et al (152)

## **Agricultural Economy**

- Based on the Government and Smallholder Game Theory Perspective of Path Selection of Agricultural Product Quality Safety Regulations ..... NIE Mingzhu, LIU Huiping (159)

## **Agricultural Relevant Issues**

- Research on the Construction of Agricultural Product Supply Chain Standardization System ..... ZHANG Jingmin, HUANG Yan (166)

## **Practical Technique**

- Introduction Performance and Labor-saving Cultivation Techniques of Huangguan Pear in Wuwei Oasis ..... MU Desheng, WANG Xin, GUO Yanlan, et al (171)

## **New Variety**

- Breeding for a New Pepper F<sub>1</sub> Hybrid ‘E Jiao Xiangshuai’ ..... LI Ning, WANG Fei, YIN Yanxu, et al (178)

doi: 10.11937/bfy.20192531

# 超高压萃取法提取山楂叶黄酮工艺研究

周志强, 钱志伟, 曹乐民

(河南农业职业学院 食品工程学院, 河南 郑州 451450)

**摘要:**以山楂叶为试材,采用超高压萃取法提取叶黄酮,研究单因素乙醇体积分数、料液比、提取压力、提取时间、提取温度对叶黄酮提取率的影响,以期为黄酮类化合物提取及对叶黄酮的开发利用提供参考依据。结果表明:基于单因素试验结果进行响应面试验分析,得到修正后的最佳工艺参数为乙醇体积分数70%、料液比 $1:20\text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、提取压力350MPa、提取温度60°C,得叶黄酮实际提取率为7.068%。

**关键词:**超高压萃取法;山楂叶;黄酮提取率;响应面

中图分类号: S38 文献标识码: A 文章编号: 1001-0009(2020)07-0116-08

黄酮类化合物泛指2个具有酚羟基的苯环(<sub>A</sub>环和<sub>B</sub>环)通过中央三碳原子连结而成的(即以<sub>C6-C3-C6</sub>为基本碳架)一系列化合物,其包括多甲氧基化黄酮、糖基化黄酮、糖基化黄酮、黄酮醇和许多其它不同的酚酸以及相关衍生物<sup>[1]</sup>。研究表明,黄酮类化合物具有抗氧化、清除自由基、抗肿瘤、抗癌、抗动脉粥样硬化、抗菌、抗病毒、降血糖等多种作用<sup>2-11</sup>。目前,现有的黄酮提取方法一般有传统水提法、有机溶剂萃取法、碱性溶剂提取法、酶解法、微波提取法、超声波提取法、超临界流体萃取法<sup>[12]</sup>。该试验采用超高压萃取法提取山楂叶中的叶黄酮,并用响应面优化法确定最佳工艺参数,以期为黄酮类化合物提取以及对叶黄酮的开发利用提供参考依据。

第一作者简介:周志强(1987—),男,本科,讲师,研究方向

为食品质量与安全<sup>°</sup> E-mail: 59282487@qq.com.

责任作者:钱志伟(1969—),男,硕士,教授,研究方向为食品分析与质量控制<sup>°</sup> E-mail: 59282487@qq.com.

基金项目:河南省高等学校重点科研计划资助项目(19B550003);河南农业职业学院功能性食品活性因子综合研究团队资助项目(HNACKT-2019-02)。

收稿日期: 2019-09-25

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

供试材料:山楂叶,产自河南新乡辉县地区。

供试试剂:芦丁对照品(西安融升生物科技有限公司);乙醇(分析纯);蒸馏水;氢氧化钠(分析纯);亚硝酸钠(分析纯);硝酸铝(分析纯)。

供试仪器: 目规格筛;容量瓶;烧杯;移液枪;量筒;锥形瓶;<sub>40</sub>DZ300型茶叶真空包装机;

<sub>800A</sub>菌包装袋,青岛高科技工业园海博生物技术有限公司;<sub>BS224S</sub>型电子天平,赛多利斯科学仪器有限公司;<sub>7200</sub>型分光光度计,上海尼龙柯仪器有限公司;<sub>DHG-9053A</sub>型恒温鼓风干燥箱,上海合恒仪器设备有限公司;<sub>800A</sub>益多多功能粉碎机,永康市金姆电器有限公司;<sub>HPP600MPa5L</sub>型超高压处理装置,包头科发高压科技有限责任公司;循环水式多用真空泵,郑州长城科工贸有限公司。

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 材料处理

将山楂叶置于70°C干燥箱中恒温干燥6h,粉碎成40目粉末,混合均匀,置于密封袋内避光保存。

#### 1.2.2 提取方法

精密称取2g山楂叶干燥粉末(40目)5份置于5个锥形瓶内,分别加入体积分数为10%、

30%、50% 70%  
1.20g mL  
使用 DZ300  
300MPa , 提取时间 5min , 温度 25°C 。卸压后抽  
滤, 所得滤液定容于 100mL 容量瓶, 摆匀, 得提  
取液, 待测。  
5min

### 1.3.3 标准曲线绘制

以烘干后芦丁为标准品，精密称取  
 以 60%<sub>5min</sub> 的乙醇溶解，制得芦丁标准溶液。分别量  
 取 、、、, 123456mL 的芦丁标准液，分别置于 25mL  
 容量瓶中，各加水至 6mL，分别加入 5%NaNO<sub>2</sub>  
 溶液 1mL，混匀放置 6min，再分别加入 10% 的  
 Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 溶液 1mL，混匀放置 6min，然后分别  
 加入 4% 的 NaOH 溶液 10mL，再加水至刻度，  
 摆匀放置 15min，并作空白对照。按分光光度法  
 在波长 500nm 处测定吸光度值<sup>[13]</sup>。  
 对标液的浓度

#### 1. 2. 4 单因素试验

该试验影响因素主要有 A 溶剂体积分数、  
 料液比、 超高压提取压力、 B 提取时间、 C 提取  
 C D E  
 表 1 试验因

1 试验因素和水平设计

Table 1 Factors and levels of experiment

因素 水平 Levels	Factors			
	A 乙醇体积分数	B 料液比	C 提取压力	D 提取温度
/ -1	AEthanol volume fraction % 50	BSolid liquid ratio — g mL <sup>(—)</sup> 1:10	CExtraction pressure MPa 100	DExtraction temperature °C 50
0	70	1:20	300	60
1	90	1:30	500	70

### 1.3 项目测定

用规格为 1~10mL 的移液枪精密量取上述待测液，采用 ( ) 显色法，按 1mL NaNO<sub>2</sub>-Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 分光光度法在波长 500nm 处测定吸光度值，计算提取液黄酮浓度和提取率。

山楂叶黄酮提取率计算：

$$Y\% = \frac{C \times V_1 \times V_2 \times 10^{-3}}{M \times V_0} \times 100^\circ$$

式中： $\gamma$  为山楂叶黄酮的提取率，%； $C$  为山楂叶提取液总黄酮浓度， $\text{g L}^{-1}$ ； $V_1$  为测定时样品稀释的体积， $\text{mL}$ ； $V_2$  为过滤后定容总体积， $\text{mL}$ 。

温度。根据以上 5 个因素分别进行单因素试验，当料液比  $1.20g \text{ mL}^{-1}$ ，提取压力  $300\text{MPa}$ ，提取时间  $5\text{min}$ ，提取温度  $25^\circ\text{C}$  时，乙醇溶剂体积分数分别设为  $10\%$ 、 $30\%$ 、 $50\%$ 、 $70\%$ 、 $90\%$ ；当乙醇溶剂体积分数为  $70\%$ ，提取压力  $300\text{MPa}$ ，提取时间  $1.20g \text{ mL}^{-1}$ ，提取温度  $25^\circ\text{C}$  时，料液比分别设为  $1:10$ 、 $1:20$ 、 $1:30$ 、 $1:40$ ；当乙醇溶剂体积分数为  $70\%$ ，料液比  $1.20g \text{ mL}^{-1}$ ，提取时间  $1.20g \text{ mL}^{-1}$ ，提取温度  $25^\circ\text{C}$  时，提取压力分别设为  $100\text{MPa}$ 、 $200\text{MPa}$ 、 $300\text{MPa}$ 、 $400\text{MPa}$ 、 $500\text{MPa}$ ；当乙醇溶剂体积分数为  $70\%$ ，料液比  $1.20g \text{ mL}^{-1}$ ，提取时间  $1.20g \text{ mL}^{-1}$ ，提取温度  $25^\circ\text{C}$  时，提取时间分别设为  $135\text{min}$ 、 $179\text{min}$ ；当乙醇溶剂体积分数为  $70\%$ ，料液比  $1.20g \text{ mL}^{-1}$ ，提取压力  $300\text{MPa}$ ，提取时间  $5\text{min}$ 、 $20\text{min}$ 、 $30\text{min}$ 、 $70^\circ\text{C}$  时，提取温度分别设为  $40^\circ\text{C}$ 、 $60^\circ\text{C}$ 、 $70^\circ\text{C}$ 。

## 1.2.5 响应面试验

15 在单因素试验结果基础上，设置乙醇体积分数、料液比、提取压力、提取温度 4 个影响因素，分别选择3个试验水平，以山楂叶黄酮的提取率为响应值，进行响应面试验设计和分析 [16-17]。试验因素和水平设计见表 。

1

$mL$ ;  $V_0$  为检测吸光度时所取溶液体积,  $mL$ ;  $M$  为样品质量, 。

8

对影响超高压萃取的条件进行单因素试验，采用Origin8.0软件对单因素试验结果作图，确定响应面试验因素及水平。基于单因素试验的结果，利用Design-Expert8.0.6 Trial软件中的Box-Behnken中心组合设计原理进行响应面试验设计，对响应面试验结果分别进行方差及显著性分析、回归方程及可信度分析及响应面试验因素交互作用分析，确定最佳的超高压萃取工艺。

## 2 结果与分析

### 2.1 单因素试验

由图1~5可知,乙醇体积分数、料液比、提取压力、提取温度均为显著性影响。相同试验条件下,随着乙醇体积分数、料液比、提取压力及提取温度的增加,提取率呈先增大后减小的趋势,当乙醇体积分数为70%时,提取率最大;当料液比为1:20 g·mL<sup>-1</sup>时,提取率最大;当提取压力为300 MPa时,提取率最大,当提取压力为400 MPa时,提取率变化不大;当提取温度为60℃时,提取率最大。只有提取时间对叶黄酮提取率影响不显著。

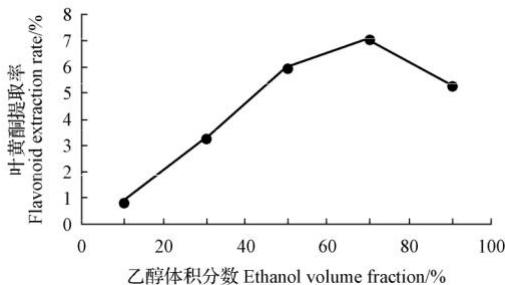


图1 山楂叶黄酮提取率与乙醇体积分数的关系

Fig. 1 Relationship of flavonoid extraction rate of hawthorn leaves and ethanol concentration

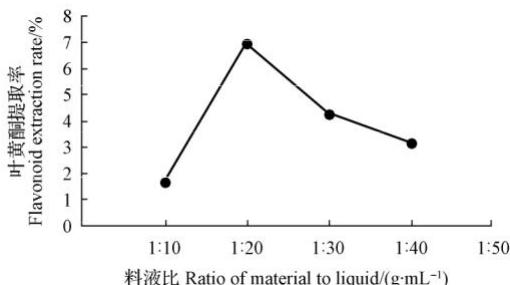


图2 山楂叶黄酮提取率与料液比的关系

Fig. 2 Relationship of flavonoid extraction rate of hawthorn leaves and ratio of material to liquid

### 2.2 响应面试验

#### 2.2.1 试验设计与结果

采用4因素3水平的Box-Behnken中心组合设计原理,共设计29个试验点进行萃取条件的优化分析,分析方案及试验结果见表2。

利用Design-Expert 8.0.6 Trial软件对响应面试验结果进行方差及显著性分析。方差及显著性分析见表3。

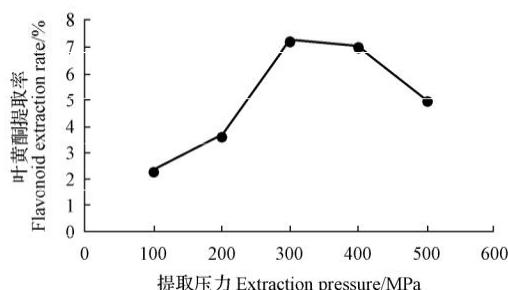


图3 山楂叶黄酮提取率与提取压力的关系

Fig. 3 Relationship of flavonoid extraction rate of hawthorn leaves and extraction pressure

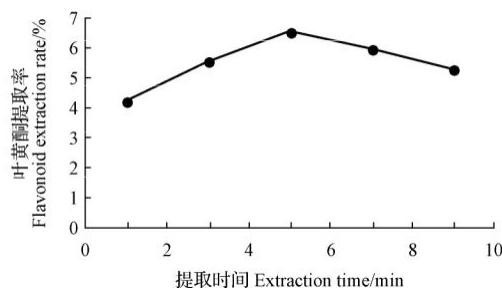


图4 山楂叶黄酮提取率与提取时间的关系

Fig. 4 Relationship of flavonoid extraction rate of hawthorn leaves and extraction time

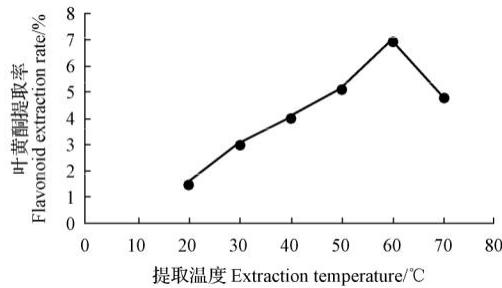


图5 山楂叶黄酮提取率与提取温度的关系

Fig. 5 Relationship of flavonoid extraction rate of hawthorn leaves and extraction temperature

由表3可知,回归模型 $F=15.83$ , $P<0.0001$ ,表明试验所采用的二次模型达到极显著水平;失拟项用来表示所用模型和试验拟合的程度。该试验中失拟项 $P=0.093>0.05$ ,即不显著。

因素B的 $P<0.0001$ 、因素C的 $P=0.0005$ ,即料液比和提取压力对叶黄酮提取率有极显著影响;其中单因素的影响显著程度为料液比>提取压力>提取时间>乙醇体积分数,各交互项的 $P$ 均大于0.05,说明交互项对提取率的影响不显著;各二次项的 $P$ 均小于0.01,对提取率影响显著。

表2 响应面分析方案及试验结果

Table2 Plan of responsesurface analysis and results of experiment

序号	Run	A	B	C	D	叶黄酮提取率 Extractionratio%
1	0	1	0	-1		4. 928
2	0	1	0	1		4. 624
3	-1	1	0	0		4. 256
4	0	0	-1	-1		4. 428
5	0	-1	0	-1		3. 598
6	1	0	1	0		5. 981
7	0	0	0	0		6. 983
8	0	0	0	0		6. 594
9	0	0	0	0		7. 159
10	1	0	-1	0		4. 458
11	1	-1	0	0		4. 061
12	1	0	0	1		4. 771
13	0	-1	1	0		4. 336
14	0	-1	0	1		3. 001
15	0	0	1	-1		5. 671
16	-1	0	-1	0		5. 454
17	-1	-1	0	0		2. 698
18	0	0	0	0		6. 998
19	-1	0	0	1		5. 771
20	0	0	-1	1		4. 251
21	-1	0	1	0		5. 812
22	1	1	0	0		5. 085
23	0	1	1	0		5. 357
24	0	0	0	0		7. 195
25	1	0	0	-1		5. 458
26	0	1	-1	0		4. 301
27	-1	0	0	-1		5. 615
28	0	-1	-1	0		2. 858
29	0	0	1	1		5. 263

注:每个试验做3次平行,结果取平均值。

Note: Each test shall be conducted three times in parallel and the average values shall be taken as the result.

表3 响应面试验结果方差及显著性分析

Table3 Variance of responsesurface results and significance analysis

来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
Source	Sum of squares	df	Mean Square	F value	P value	Significance
模型	40. 51	14	2. 89	15. 83	<0. 0001	* *
A	3. 61E-03	1	3. 61E-03	0. 02	0. 8903	
B	5. 33	1	5. 33	29. 16	<0. 0001	* *
C	3. 71	1	3. 71	20. 28	0. 0005	* *
D	0. 34	1	0. 34	1. 85	0. 1948	
AB	0. 071	1	0. 071	0. 39	0. 5424	
AC	3. 40E-01	1	3. 40E-01	1. 86	0. 1946	
AD	1. 80E-01	1	1. 80E-01	0. 97	0. 3410	
BC	0. 045	1	0. 045	0. 24	0. 6293	
BD	0. 021	1	0. 021	0. 12	0. 7370	
CD	0. 013	1	0. 013	0. 073	0. 7910	
$A^2$	3. 49	1	3. 49	19. 09	0. 0006	* *
$B^2$	26. 55	1	26. 55	145. 21	<0. 0001	* *
$C^2$	5. 14	1	5. 14	28. 09	<0. 0001	* *
$D^2$	6. 34	1	6. 34	34. 68	<0. 0001	* *
误差	2. 56	14	0. 18			
失拟项	2. 33	10	0. 23	4. 1	0. 0930	
纯误差	0. 23	4	0. 057			
总和	43. 07	28				

注: \* 表示极显著( )

\*\* 表示显著( )  
P<0. 01  
Note \*\* shows very significant P<0. 01.

## 2.2.2 回归方程及可信度分析

以山楂叶黄酮提取率为响应值的回归方程为:

$$y = 6.99 + 0.017A + 0.67B + 0.56C - 0.17D$$

$$0.13AB + 0.29AC - 0.21AD - 0.11BC + 0.073BD - 0.058CD - 0.73A^2 - 2.02B^2 - 0.89C^2 - 0.99D^2$$

式中:  $A$  为叶黄酮的提取率

(%)、 $B$  为乙醇体积分数、 $C$  为料液比、 $D$

压力、 $R^2$  为提取温度。拟合模型的修正相关系数平方  $R^2=0.9406$ , 叶黄酮提取率的变化  $94.06\%$

来源于所选的试验因素, 即乙醇体积分数、料液比、提取压力、提取温度, 说明的数据可  $94.06\%$

用该方程解释; 响应值的变异系数越低, 说明试验稳定性越好, 该试验中变异系数较低, 说明试验的可信度较高。

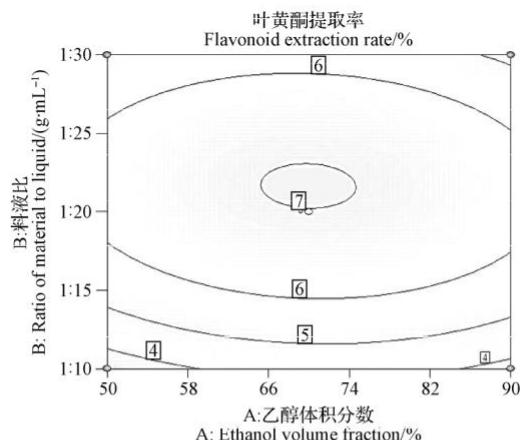


图 6 乙醇体积分数和料液比对响应值的等高线和响应面

Fig. 6 Contourlineandresponsesurfaceofethanol volumefractionandratiօfmaterialtoliquid

## 2.2.3 响应面试验因素的交互作用分析

经响应面试验结果方差及显著性分析可知, 所选的 2 个试验因素之间对提取率有交互作用。为了更好的描述 4 因素两两之间的交互作用对响应值的影响, 根据响应值的回归方程利用 Design-Expert8.0.6 Trial 和三维空间曲面图软件绘制二维平面等高线图

16~17

从图 6 可以看出, 二维平面等高线中沿乙醇体积分数轴向的等高线稀疏, 沿料液比轴向的等高线密集, 等高线呈椭圆形。三维空间曲面中沿乙醇体积分数轴向曲面坡度半缓, 沿料液比轴向曲面坡度陡, 说明料液比比乙醇体积分数对叶黄酮提取率的影响显著且二者的交互作用对山楂叶黄酮提取率的影响显著<sup>[18]</sup>。

从图 7 可以看出, 二维平面的等高线中的乙

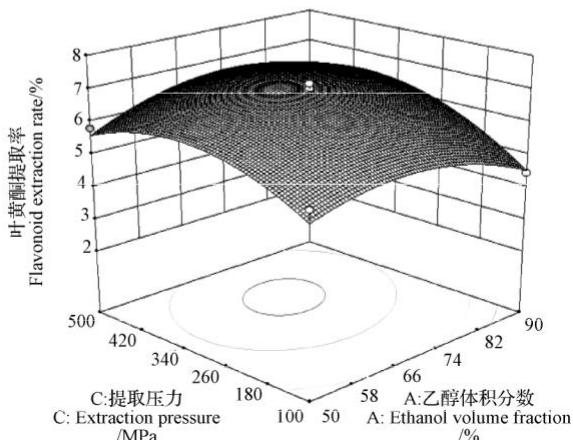
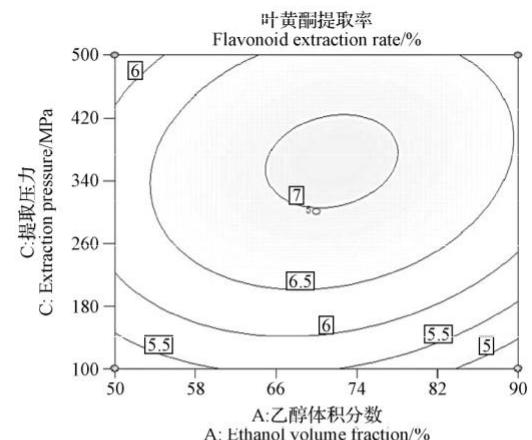


图 7 乙醇体积分数和提取压力对响应值的等高线和响应面

Fig. 7 Contourlineandresponsesurfaceofethanol volumefractionandextractionpressure

醇体积分数轴向等高线稀疏, 提取压力轴向的等高线密集, 等高线呈椭圆形, 三维空间曲面中沿乙醇体积分数轴向曲面坡度平缓, 沿提取压力轴向曲面坡度较陡, 说明提取压力比乙醇体积分数对叶黄酮提取率的影响显著且二者的交互作用对叶黄酮提取率的影响显著<sup>[18-19]</sup>。

从图8可以看出, 二维平面等高线中沿乙醇体积分数轴向的等高线稀疏, 沿提取温度轴向的等高线密集, 等高线呈椭圆形, 三维空间曲面中沿乙醇体积分数轴向曲面坡度平缓, 沿提取温度轴向曲面坡度较陡, 说明提取温度比乙醇体积分数对叶黄酮提取率的影响显著且二者的交互作用对叶黄酮提取率的影响显著<sup>[18-19]</sup>。

[ ]

从图9可以看出, 二维平面等高线中沿料液比轴向的等高线和沿提取温度轴向的等高线疏密程度相近, 等高线近似圆形, 三维空间曲面中沿提取温度轴向曲面坡度和沿提取压力轴向曲面坡度相

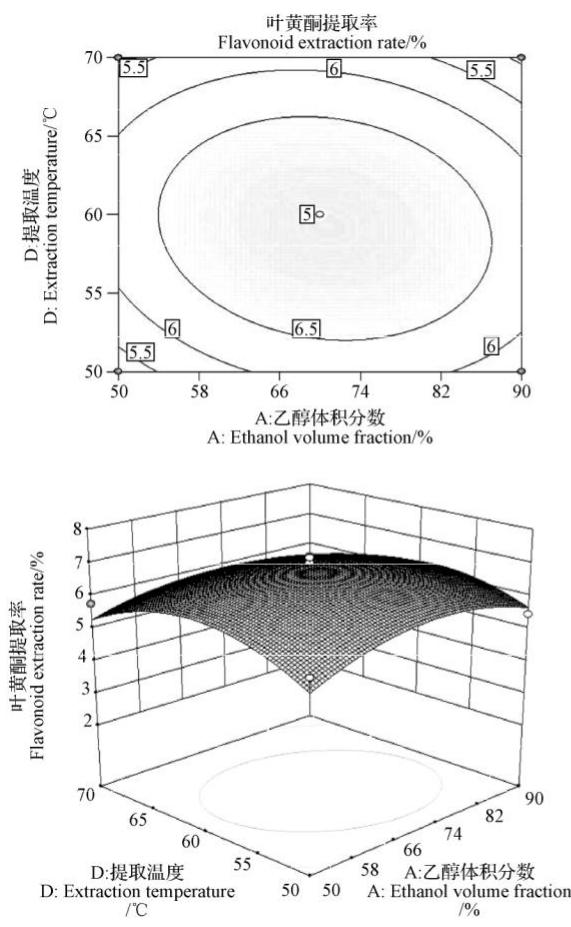


图8 乙醇体积分数和提取温度对响应值的等高线和响应面

Fig. 8 Contourlineandresponsesurfacesofethanol volumefractionandextractiontemperature

程度相近, 等高线近似圆形, 三维空间曲面中沿料液比轴向曲面坡度和沿提取压力轴向曲面坡度相近, 说明料液比和提取压力对叶黄酮提取率的影响相近, 即二者的交互作用对山楂叶黄酮提取率的影响不显著<sup>[18-19]</sup>。

从图10可以看出, 二维平面等高线中沿料液比轴向的等高线和沿提取温度轴向的等高线疏密程度相同, 等高线呈圆形, 三维空间曲面中沿料液比轴向曲面坡度和沿提取温度轴向曲面坡度相同, 说明料液比和提取温度对叶黄酮提取率的影响相同, 即二者的交互作用对山楂叶黄酮提取率的影响不显著<sup>[18]</sup>。

从图11可以看出, 二维平面等高线图中沿提

取压力轴向的等高线和沿提取温度轴向的等高线疏密程度相近, 等高线近似圆形, 三维空间曲面中沿提取压力轴向曲面坡度和沿提取温度轴向曲面

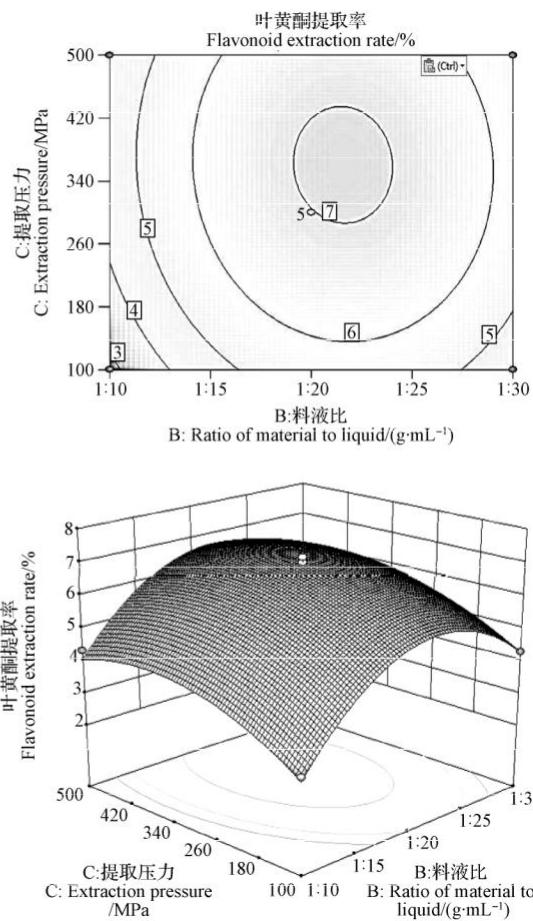


图9 料液比和提取压力对响应值的等高线和响应面

Fig. 9 Contourlineandresponsesurfacesof ratioofmaterialtoliquidandextractionpressure

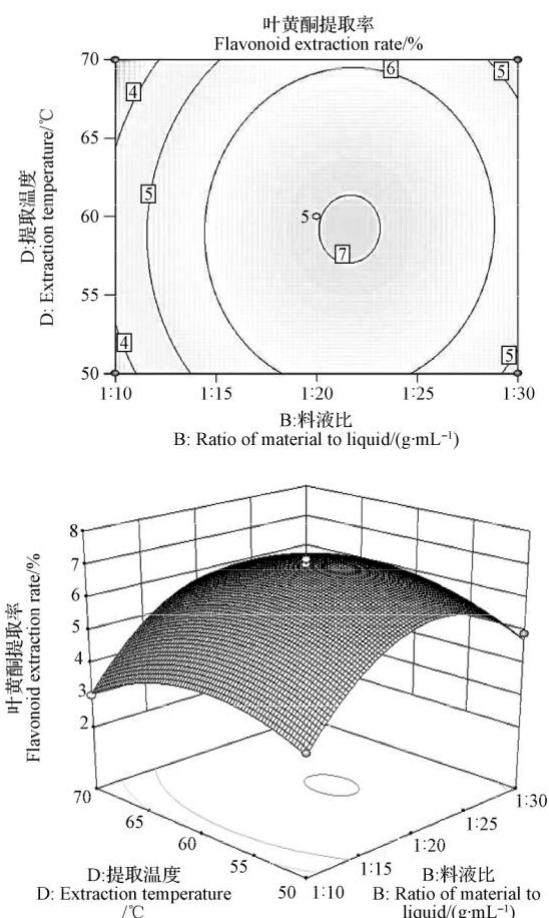


图 10 料液比和提取温度对响应值的等高线和响应面

Fig. 10 Contourlineandresponsesurfaceof  
ratioofmaterialtoliquidandextractiontemperature

坡度相近,说明提取压力和提取温度对叶黄酮提取率的影响相近,即二者的交互作用对山楂叶黄酮提取率的影响不显著<sup>[18-19]</sup>。

### 2.3 最佳工艺参数及验证性试验

根据单因素试验和响应面试验结果,得最佳工艺参数为:乙醇体积分数71.48%、料液比1:21.52 g·mL<sup>-1</sup>、提取压力363.69MPa、提取温度59.0 4 °C,该条件下山楂叶黄酮提取率为7.1338%。为了验证试验模型与实际值的拟合度,采用修正的最佳工艺参数:乙醇体积分数70%、料液比1:20 g·mL<sup>-1</sup>、提取压力350MPa、提取温度60 °C,做验证试验,3次平行,结果取平均值,得叶黄酮提取率为7.068%,与理论预测值7.134%相近,说明该模型拟合度较好。

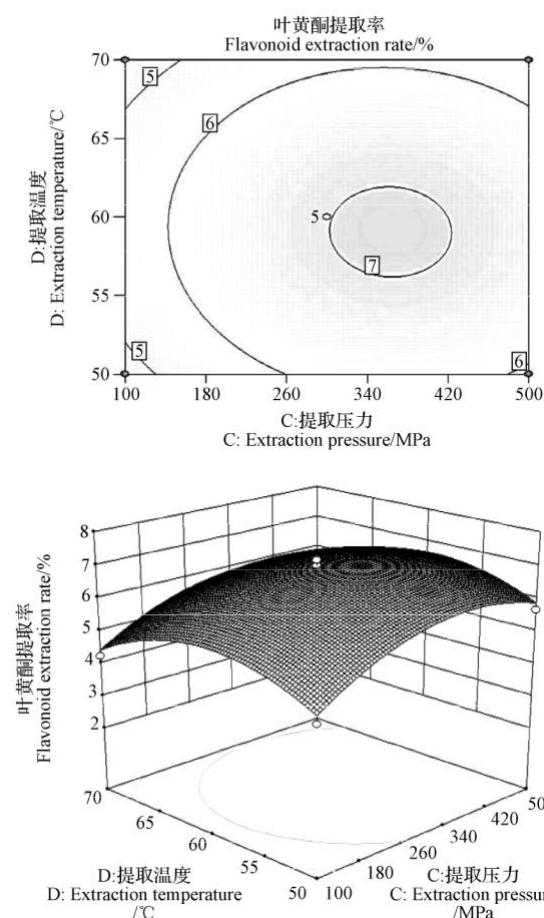


图 11 提取压力和提取温度对响应值的等高线和响应面

Fig. 11 Contourlineandresponsesurfaceof  
extractionpressureandextractiontemperature

### 3 结论与讨论

单因素试验表明,乙醇体积分数、液料比、提取压力和提取温度对山楂叶黄酮得率有显著的影响,提取时间对山楂叶黄酮提取率无显著影响。

响应面试验结果表明,山楂叶黄酮提取率影响力大小的4个因素顺序为:B(料液比)>C(提取压力)>D(提取温度)>A(乙醇体积分数);交互作用大小排序为AC>AD>AB>BC>BD>CD。根据试验结果,得出超高压萃取法提取山楂叶黄酮修正后的最佳工艺参数为:乙醇体积分数70%、料液比1:20 g·mL<sup>-1</sup>、提取压力350MPa、提取温度60 °C,采用超高压萃取法提取山楂叶中黄酮相对于传统水提法提取率有显著提高,该条件下山楂叶黄酮提取率为7.068%。

## 参考文献

- [1] 张德权, 台建祥, 付勤 生物类黄酮的研究及应用概况[J]. 食品与发酵工业, 1999, 25(6): 52-57.
- [2] 裴凌鹏, 惠佰隶, 金宗濂, 等 黄酮类化合物的生理活性及其制备技术研究进展[J]. 食品科学, 2004, 25(2): 203-207.
- [3] [D] 浙江大学学报, 2006, 33(2): 177-179.
- [4] XIUMCANDREWRTDAVIDDK. Flavonoidcompositionoforangepeelanditsassociationwithantioxidantandanti-inflammatoryactivities[J]. Food Chemistry, 2017, 218: 15-21.
- [5] 吕泽田, 姜德永, 田惠争 蜂胶中黄酮类化合物抑制肿瘤作用的试验和应用[J]. 蜜蜂杂志, 1999, 11(1): 89-90.
- [6] 贾国惠, 贾世山 甘草中黄酮的药理作用研究进展[J]. 中国医学杂志, 1998, 9(1): 513-516.
- [7] 鞠晓芸, 方泰惠, 张文通 山楂叶总黄酮冻干粉对麻醉犬冠脉结扎所致心肌梗死的影响[J]. 南京中医药大学学报, 2005, 21(3): 381-383.
- [8] 杨宇杰 山楂叶总黄酮对高脂血症大鼠血管功能损伤的保护作用[J]. 中草药, 2007, 38(11): 1687-1690.
- [9] AUGUSTINE, Prenylatedisoflavanonfromtherootsof erythrinaisigmoidae[J]. Phytochemistry, 1994, 35(4): 1074.
- [10] 刘金霞, 邓淑华, 杨贺松, 等 黄芩茎叶总黄酮的抗炎作用机制的研究[J]. 中国药理学通报, 2002, 18(6): 713-714.
- [11] 叶希韵, 张隆, 沈菊, 等 山楂叶总黄酮对糖尿病小鼠糖脂代谢的影响[J]. 中草药, 1997, 28(9): 522-524.
- [12] 乔仲和, 胡之如 甘草中大量黄酮类化合物的分离及甘草的综合开发研究[J]. 中草药, 1997, 28(9): 522-524.
- [13] [D] andquercetinindifferentpartsofradicisGlycyrrhizaebyUVand HPLC[J]. Natural Sciences, 2008, 34(5): 572-575.
- [14] 吴瑛, 王秀芳, 袁守亮 响应面分析昆仑雪菊水溶性黄酮类化合物的提取工艺[J]. 食品科学, 2013, 36(12): 129-133.
- [15] 陆晨, 邹雨虹, 张士康, 等 响应面法优化超声辅助提取茶渣蛋白质的工艺条件[J]. 食品与生物技术学报, 2012, 31(9): 319-325.
- [16] 丁璇子, 王岸娜, 吴立根 响应面法优化小麦麸皮中总酚含量的测定[J]. 粮食与油脂, 2014, 31(8): 8-14.
- [17] 陈洪彬, 孙钧政, 叶志隆, 等 响应面法优化余甘叶中黄酮提取工艺[J]. 亚热带植物科学, 2014, 31(8): 8-14.
- [18] GUPASMANOHARCS. An improved responsesurface method for determination offailure probability and importance [J].
- [19] 徐响, 孙丽萍, 董捷 响应曲面法优化峰胶超临界二氧化碳萃取工艺的研究[J]. 食品科学, 2009, 30(8): 86-89.

## Extraction of Hawthorn Leaves Flavonoids by Ultra-high Pressure Extraction

ZHOUZhiqiang<sup>1</sup>, QIANZhiwei<sup>1</sup>, CAOLemin<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Institute of Food Engineering, Henan Vocational College of Agriculture, Zhengzhou, Henan 451450

**Abstract** Taking hawthorn leaves as test materials, the effects of single factor 'ethanol volume fraction' ratio of material to liquid' extraction pressure' extraction time and extraction temperature on the extraction rate of leaves flavonoids were studied by using ultra-high pressure extraction method. Based on the results of the single factor test, the conduct analysis with response surface test, the results showed that the best process parameter of correction as follows: ethanol volume fraction of 70% ratio of material to liquid 1:20 g·mL<sup>-1</sup>, extraction pressure of 350 MPa, extraction temperature of 60°C, the actual extraction rate of leaf flavonoids was 7.068%. The research offers a practical basis for the extraction of leaf flavonoids from hawthorn leaves, and the development as well as utilization of the leaf flavonoids.

**Keywords** ultra-high pressure extraction method; hawthorn leaves; flavonoid extraction rate; response surface