

龙 门,张亦涵,孙家怡,等. 基于微波辅助技术的滁菊浸膏提取与制备工艺优化[J]. 江苏农业学报,2025,41(12):2448-2461.
doi:10.3969/j.issn.1000-4440.2025.12.017

基于微波辅助技术的滁菊浸膏提取与制备工艺优化

龙 门^{1,2,3}, 张亦涵^{1,4}, 孙家怡¹, 朱向东³, 詹 歌^{1,2}

(1.滁州学院生物与食品工程学院,安徽 滁州 239000; 2.安徽省滁菊种植与深加工工程研究中心,安徽 滁州 239000; 3.中轻合盛科技有限公司,安徽 滁州 239000; 4.安徽大学生命科学学院,安徽 合肥 230601)

摘要: 残次滁菊是滁菊生产过程中可能被丢弃或浪费的部分,其高效利用与转化对于实现资源的综合利用和提升附加值具有重要意义。本研究以残次滁菊为研究对象,比较了微波辅助提取(MAE)、超声辅助提取(UAE)和热回流提取(HRE)3种提取工艺对滁菊浸膏得率、活性成分(总黄酮和总多酚含量)、挥发性成分和氨基酸组成的影响。结果表明,MAE在浸膏得率(43.99%)、总黄酮含量(7.17%)和总多酚含量(9.80%)方面显著优于其他方法,并在挥发性成分种类(65种)和高附加值化合物的提取效率上表现出显著优势。此外,利用响应面法优化MAE工艺参数,确定最佳工艺条件为:乙醇体积分数85%、微波提取时间15 min、固液比1:45(质量体积比)、旋转蒸发转速65 r/min、旋转蒸发温度65℃。在此优化条件下,滁菊浸膏的总黄酮含量达到8.72%,本研究结果为滁菊资源的高效开发和产业化利用提供了理论依据和技术支持。

关键词: 滁菊浸膏; 微波辅助提取; 提取工艺优化; 总黄酮; 挥发性成分; 氨基酸

中图分类号: TS209 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-4440(2025)12-2448-14

Extraction and preparation process optimization of Chuzhou chrysanthemum extract based on microwave-assisted technology

LONG Men^{1,2,3}, ZHANG Yihan^{1,4}, SUN Jiayi¹, ZHU Xiangdong³, ZHAN Ge^{1,2}

(1.School of Biological Science and Food Engineering, Chuzhou University, Chuzhou 239000, China; 2.Engineering Research Center of Chuzhou Chrysanthemum Planting and Deep Processing of Anhui Province, Chuzhou 239000, China; 3.Zhongqing Hesheng Technology Co., Ltd., Chuzhou 239000, China; 4.School of Life Sciences, Anhui University, Hefei 230601, China)

Abstract: Residual-grade Chuzhou chrysanthemum, which is often discarded or wasted during the production process, holds significant potential for efficient utilization and conversion, enabling comprehensive resource utilization and added-value enhancement. This study took residual-grade Chuzhou chrysanthemum as the research object and compared the extraction yields, bioactive compounds (total flavonoids and total polyphenols contents), volatile compounds, and amino acid compositions of Chuzhou chrysanthemum extract obtained using three extraction methods: microwave-assisted extraction (MAE), ultrasound-assisted extraction (UAE), and heat reflux extraction (HRE).

收稿日期:2025-04-10

基金项目:安徽省中青年教师培养行动项目(JNFX2023063);安徽省高校理工科教师赴企业挂职实践计划项目(2024jsqyg-112);安徽省教育厅科学基金项目(2023AH051623);安徽省滁菊种植与深加工工程研究中心开放基金项目(2024-CJZX02)

作者简介:龙 门(1987-),女,安徽淮北人,博士,副教授,研究方向为食药资源开发与高效综合利用。(E-mail)men-long@chzu.edu.cn

通讯作者:詹 歌,(E-mail)zhangeczy@163.com

The results demonstrated that MAE outperformed the other methods, with significantly higher extraction yield (43.99%), total flavonoid content (7.17%), and total polyphenol content (9.80%). Furthermore, MAE achieved significant advantage in extracting volatile compounds (65 types) and high-value bioactive components. The response surface methodology was employed to optimize the MAE parameters, resulting in optimal conditions: an ethanol concentration of 85% (v/v), a microwave extraction time of 15 min, a solid-

liquid ratio of 1 : 45 ($m : v$), a rotary evaporation speed of 65 r/min, and an evaporation temperature of 65 °C. Under these conditions, the total flavonoid content of the Chuzhou chrysanthemum extract reached 8.72%. The research results provide theoretical and technical support for the efficient utilization and industrial application of Chuzhou chrysanthemum resources.

Key words: Chuzhou chrysanthemum extract; microwave-assisted extraction; extraction process optimization; total flavonoids; volatile compounds; amino acids

滁菊(*Chuzhou chrysanthemum*)产于安徽省滁州市,是一种集药用、食用与观赏性于一体的珍贵植物资源,被誉为中国四大药菊之首^[1]。滁菊味清凉,不苦不甘,中医认为其具有清热散风、明目平肝的功效,可用于缓解耳鸣头晕、高血压、高血脂等^[2-3]。研究表明,滁菊富含氨基酸、微量元素以及总黄酮等生物活性成分,具有显著的抗氧化、抗炎、抗衰老、增强免疫力等生理功能,同时还具有抗肿瘤、舒张血管等潜在药理作用^[4-8]。近年来,滁菊的提取工艺及相关的功能性食品的研究逐渐增多,但其综合开发和高效利用仍存在不足,尤其是针对资源再利用和深加工的研究亟待突破^[9-13]。

浸膏作为一种通过提取植物有效成分而制备的浓缩制剂,以成分稳定、体积小、易于保存等优势,被广泛应用于食品、药品、化妆品及香料行业^[14-15]。有研究发现,浸膏不仅能够保持植物原有风味,还能显著提高其生物活性成分含量。例如,郭田甜等^[16]发现在优化提取工艺后金银花的浸膏绿原酸含量显著增加,展现出更强的抗菌、抗病毒和抗氧化作用。此外,浸膏可以作为饮品、保健食品及护肤品的原料,在延长滁菊产品生命周期的同时,为其多元化开发提供更多可能性。苏合香和芸香的浸膏在电子烟中的应用研究结果显示,其内含的化学成分与感官特征密切相关,进一步体现了植物浸膏在提升产品品质方面的潜力^[17]。因此,优化植物浸膏的提取工艺,对于提高其生物活性成分含量和应用效果具有重要意义。

传统提取技术,例如水煎法、热回流法等,往往存在物耗高、能耗高、时间长、有效成分提取率不高等问题,且长时间高温会破坏热敏性成分^[18]。微波辅助提取技术(MAE)作为一种新兴的提取工艺,近年来在植物提取领域得到了广泛应用^[19]。与传统方法相比,微波辅助提取技术具有一系列显著的优势。其工作原理是利用微波能量直接作用于溶剂和植物细胞中的极性分子,通过分子振动和摩擦产生热效应和非热效应,使植物细胞壁快速破裂,极大地促进活性成分的释放^[20-21]。由于微波加热具有选

择性好、加热均匀的特点,该技术能够在较低温度下完成提取过程,从而有效减少热敏性活性成分(如黄酮、多酚)的分解,保证提取物的质量^[22-23]。

已有研究结果表明,在提取植物活性成分时,MAE与合适的溶剂搭配使用能够显著提高提取效率,缩短提取时间,同时保持目标成分的高活性和高纯度^[24-25]。例如,在提取植物中的黄酮类和多酚类物质时,采用乙醇作为溶剂已被广泛证明具有显著效果^[26-27]。乙醇作为一种绿色、安全、环保的溶剂,不仅对人体无毒,而且具有良好的溶解性和较低的沸点(78.37 °C)^[28]。在微波场作用下,乙醇分子能够迅速吸收微波能量,实现高效加热。这种特性不仅加速了细胞壁的破裂,还利用乙醇在细胞内外形成的浓度梯度,显著提高目标成分向溶剂中的扩散效率^[29-30]。此外,MAE还能显著减少溶剂用量、降低能耗,与传统溶剂浸提方法相比,提取效率可提高30%以上^[31-32]。

在滁菊资源开发过程中,微波辅助提取技术的应用不仅能够高效提取滁菊中的活性成分,如总黄酮、多酚和挥发性物质,还能有效克服传统提取方法的高能耗、高成本问题。此外,该技术还可以充分利用滁菊资源中的未开发部分,如残次滁菊或其他次品资源,将其转化为高附加值产品,从而进一步拓宽滁菊的应用领域,提升其整体经济价值。本研究在此背景下,系统比较微波辅助提取、超声辅助提取及热回流提取3种提取工艺对滁菊浸膏得率及活性成分含量的影响,以明确微波辅助提取的技术优势。同时,探讨微波辅助提取的关键参数对提取效率的影响,并采用响应面法对工艺进行优化。本研究结果将为滁菊资源的高效开发及次品资源的综合利用提供科学依据,为滁菊产业的可持续发展和产业化应用提供理论支持和实践指导。

1 材料与amp;方法

1.1 材料与试剂

1.1.1 试验材料 残次新鲜滁菊由滁州市农户提

供,主要指不适合制作茶的滁菊“残次品”,这些花朵因多种因素未达到标准质量,包括以下几种情况:由于先天生长环境的影响(如水分、土壤养分不足,或光照不足),导致花朵生长不完全或质量较差;在种植过程中,可能受到病虫害的影响,导致花瓣受损或花色异常;采摘过程中,因人为操作不当而被碰伤、挤压或破碎,造成滁菊形态或完整性受损。采用热风干燥工艺进行干燥处理,具体操作步骤为:将平铺一层滁菊的料盘置于鼓风干燥箱中,干燥温度为 60 ℃,持续干燥直至样品的含水率降至约 10%。样品完成干燥后,粉碎,过 60 目筛后,密封保存,待后续使用。

1.1.2 试剂 无水乙醇、甲醇购自天津市致远化学试剂有限公司,氢氧化钠购自上海麦克林生化科技股份有限公司,福林酚试剂、碳酸钠、苯酚、盐酸、硝酸铝、亚硝酸钠购自国药集团化学试剂有限公司,茚三酮购自赛卡姆北京科学仪器有限公司。以上均为分析纯。氨基酸混标购自赛卡姆北京科学仪器有限公司,芸香苷标准品、没食子酸标准品购自上海星科生物科技有限公司。

1.1.3 设备 旋转蒸发仪(型号:LC-RE-201D),上海力辰邦西仪器有限公司产品;多功能粉碎机(型号:FW80),天津泰斯特仪器有限公司产品;格兰氏微波炉(型号:P70D20TL-D4),广东格兰氏微波生活电器有限公司产品;数显恒温水浴锅(型号:SYG-4S),常州朗越仪器制造有限公司产品;紫外可见分光光度计(型号:MC02260001),北京普析通用仪器有限责任公司产品;电子天平(型号:MTS5000D,0.000 1 g),深圳市美孚电子有限公司产品;气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)(型号:Agilent 5977B GC-8890),美国安捷伦公司产品;固相微萃取手动进样手柄、100 μm 聚二甲基硅氧烷(PDMS)固相微萃取针头,美国 Supelco 公司产品;全自动氨基酸分析仪(型号:S433D),德国 SYKAM(赛卡姆)公司产品。

1.2 试验方法

1.2.1 滁菊浸膏制备方法 称取一定量的滁菊粉末,按照 1:30(质量体积比)的料液比加入 70% 的乙醇,摇匀后在一定的条件下进行提取。提取结束后,冷却至室温,过滤除去固体残渣,滤液采用真空旋转蒸发仪真空浓缩,浓缩至浸膏呈黏稠状且恒重(连续 2 次称量重量差 < 0.5%) 后得到滁菊浸膏,置于棕色瓶中 4 ℃ 冷藏保存。

1.2.2 不同浸提方式对滁菊浸膏品质的影响 为确保试验设计的科学性与可比性,本研究在对比不同提取方法时统一采用固定料液比(1:30,质量体积比)与乙醇含量(70%)。该设置能够有效排除溶剂浓度及溶剂与固液比对提取效果的影响,从而使提取方法之间的比较更加专注于提取工艺本身的差异。在有机溶剂选择方面,乙醇因其环境友好性及安全性被优先采用,且已有研究结果证实,60%~85% 的乙醇含量对植物活性成分具有最优提取效率^[33-34],故本研究选定 70% 作为基础溶剂含量。提取温度参数方面,65~70 ℃ 的提取温度已在多种植物的提取研究中被证明能够在不破坏生物活性成分的前提下有效提取目标物质,因此选定 65 ℃ 作为浸提温度。与此同时,所选的微波功率、超声功率和提取时间等条件均是在预试验中通过单因素试验优化确定的最佳工艺参数,确保试验具备可重复性和可操作性。具体如下:

热回流提取(HRE):精确称取一定量的滁菊粉末,按照料液比 1:30(质量体积比),加入体积分数为 70% 的乙醇溶液,充分混匀。将混合液置于 65 ℃ 条件下进行热回流提取 2 h。

微波辅助提取(MAE):精确称取一定量的滁菊粉末,按照料液比 1:30(质量体积比),加入体积分数为 70% 的乙醇溶液,充分混匀。将混合物置于微波提取仪中,在 300 W 功率、65 ℃ 的条件下提取 15 min。

超声辅助提取(UAE):精确称取一定量的滁菊粉末,按照料液比 1:30(质量体积比),加入体积分数为 70% 的乙醇溶液,充分混匀。在超声功率 200 W、超声温度 65 ℃、超声时间 35 min 的条件下进行超声提取。

1.2.3 响应面法微波辅助制备滁菊浸膏工艺优化

1.2.3.1 单因素试验 乙醇体积分数对滁菊浸膏总黄酮含量影响的测定:将乙醇体积分数设置为 50%、60%、70%、80%、90%,微波提取 15 min,固液比为 1:30(质量体积比),旋转蒸发转速为 60 r/min,温度为 65 ℃,考察乙醇体积分数对滁菊浸膏总黄酮含量(浸膏用 70% 乙醇定容至相同体积混匀后检测,以下均是)的影响。

微波提取时间对滁菊浸膏总黄酮含量影响的测定:乙醇体积分数为 70%,固液比为 1:30(质量体积比),旋转蒸发转速为 60 r/min,温度为 65 ℃,将

微波提取时间设置为 5 min、10 min、15 min、20 min 和 25 min,考察不同微波提取时间对滁菊浸膏中总黄酮含量的影响。

固液比对滁菊浸膏总黄酮含量影响的测定:乙醇体积分数为 70%,微波提取时间为 15 min,旋转蒸发转速为 60 r/min,温度为 65 ℃,将固液比(质量体积比)分别设定为 1:20、1:30、1:40、1:50、1:60,考察固液比对滁菊浸膏总黄酮含量的影响。

旋转蒸发转速对滁菊浸膏总黄酮含量影响的测定:乙醇体积分数为 70%,微波提取时间为 15 min,固液比为 1:30(质量体积比),旋转蒸发温度为 65 ℃,设定旋转蒸发转速为 40 r/min、50 r/min、60 r/min、70 r/min、80 r/min,考察旋转蒸发转速对滁

菊浸膏总黄酮含量的影响。

旋转蒸发温度对滁菊浸膏总黄酮含量影响的测定:乙醇体积分数为 70%,微波提取时间为 15 min,固液比为 1:30(质量体积比),旋转蒸发转速为 60 r/min,设定旋转蒸发温度为 40 ℃、50 ℃、60 ℃、70 ℃、80 ℃,考察旋转蒸发温度对滁菊浸膏总黄酮含量的影响。

1.2.3.2 Box-Behnken 响应面试验 在单因素试验的基础上,对滁菊浸膏提取工艺进行响应曲面优化,根据 Box-Behnken 响应面试验设计原理,以滁菊浸膏总黄酮含量为响应值,优化乙醇体积分数(A)、微波提取时间(B)、固液比(C)、旋转蒸发转速(D)、旋转蒸发温度(E),每个因素取 3 个水平,试验设计见表 1。

表 1 响应面试验因素及水平设置

Table 1 Experimental factors and levels for response surface methodology

水平	因素				
	乙醇体积分数(A) (%)	微波提取时间(B) (min)	固液比(C) (质量体积比)	旋转蒸发转速(D) (r/min)	旋转蒸发温度(E) (℃)
-1	70	10	1:30	50	50
0	80	15	1:40	60	60
+1	90	20	1:50	70	70

1.3 指标检测方法

1.3.1 滁菊浸膏得率 滁菊浸膏得率计算公式如下:

$$\text{得率} = \frac{m_1}{m_2} \times 100\%$$

式中, m_1 为滁菊浸膏的质量(g), m_2 为滁菊粉末的质量(g)。

1.3.2 滁菊浸膏总黄酮含量的测定方法 参照《出口食品中总黄酮的测定》(SN/T 4592-2016),采用亚硝酸钠-硝酸铝-氢氧化钠比色法,以芸香苷为标准品,采用紫外-可见分光光度法进行定量分析。

1.3.3 滁菊浸膏总多酚含量的测定方法 参照《植物提取物及其制品中总多酚含量的测定 分光光度法》(T/AHFIA 005-2018),采用福林-酚比色法进行测定。

1.3.4 滁菊浸膏挥发性成分的检测方法 称取 1.000 g 滁菊浸膏样品,置于顶空瓶中,使用锡箔纸密封瓶口。将样品在 70 ℃ 的条件下预平衡 10 min,随后在 70 ℃ 水浴条件下进行顶空固相微萃取(SPME)。将萃取头插入顶空瓶中,吸附挥发性成

分 35 min。萃取完成后,立即将萃取头插入气相色谱仪的进样口(进样口温度设定为 250 ℃),解析 5 min。

色谱条件:进样模式为不分流进样,初始温度设置为 50 ℃,以 10 ℃/min 的速率升温至 130 ℃,并保持 2 min;随后以 2 ℃/min 的速率升温至 190 ℃;最后以 15 ℃/min 的速率升温至 250 ℃,并保持 2 min。进样口温度设为 250 ℃,采用高纯度氦气(99.999%)作为载气,流速为 1 mL/min。

质谱条件:电离方式为电子轰击(EI),电子轰击能量为 70 eV;离子源温度设置为 230 ℃;四极杆温度为 150 ℃;接口温度设为 250 ℃;检测范围设为 30~350 amu;使用 99.999% 高纯度氦气作为载气,流速为 1 mL/min;进样口温度设为 250 ℃。

挥发性风味化合物分析:将分离出的化合物的质谱数据与计算机检索标准谱图库进行对比,确认挥发性物质的组成;采用峰面积归一法确定挥发性风味物质的相对含量。

1.3.5 游离氨基酸的测定方法 称取 1.000 g 滁菊浸膏样品,加入 20 mL 厌氧管中;在厌氧管中精确加

入 20 mL 6 mol/L 盐酸以及新蒸馏的苯酚 3~4 滴,放入冷冻剂中,冷冻 5 min;将厌氧管接到真空泵的抽气管上,抽真空,同时充入高纯氮气,重复 3 次,在充氮气的状态下将厌氧管螺丝盖拧紧;将已封口的厌氧管放入 110 °C 的恒温真空干燥箱中 22 h,冷却;打开厌氧管,使用超纯水多次冲洗厌氧管,将水解液全部转移到 50 mL 容量瓶中,定容;吸取 1 mL 滤液于 5 mL 容量瓶内,放入 0 °C 真空干燥器中干燥,残留物用 1~2 mL 超纯水溶解,重复 2 次,至没有任何液体;加入 1 mL、pH 2.2 的磷酸盐缓冲溶液溶解样品,使用塞卡姆 S433D 全自动氨基酸分析仪测定样品中游离氨基酸的种类和含量。

1.4 数据处理

所有试验均进行 3 次重复,所有数据利用 Microsoft Excel 进行归纳整理,数据采用平均值±标准差的形式表示;采用 IBM SPSS Statistics 26.0 软件进行单因素方差分析(One-way ANOVA),不同平均值之间利用最小显著差异(LSD)法进行差异显著性检验。采用软件 Design-Expert 12.0 通过 Box-Behnken 模型进行响应面试验设计以及建立响应面回归方程,结果利用最小二乘法进行二次多项式回归统计分析。

2 结果与分析

2.1 不同浸提方式对滁菊浸膏得率的影响

表 2 展示了 3 种浸提方法(UAE、MAE 和 HRE)对滁菊浸膏得率及外观特征的影响。MAE 方法提取的滁菊浸膏得率最高(43.99%),显著高于 UAE 方法(39.11%)($P<0.05$),HRE 方法提取的滁菊浸膏得率为 41.67%,与 MAE 方法无显著差异,显著高于 UAE 方法($P<0.05$)。尽管浸膏得率存在显著差异,但 3 种方法所得提取物的外观特征一致,均为深褐色黏稠的半固体,表明提取方式对浸膏的物理外观无显著影响。

表 2 不同浸提方式对滁菊浸膏得率的影响

Table 2 Effect of different extraction methods on the yield of Chuzhou chrysanthemum extract

浸提方式	浸膏得率(%)	外观特征
UAE	39.11±0.25b	深褐色黏稠半固体
MAE	43.99±0.41a	深褐色黏稠半固体
HRE	41.67±0.46a	深褐色黏稠半固体

UAE:超声辅助提取;MAE:微波辅助提取;HRE 热回流提取。同一列数据后不同字母表示不同浸提方式滁菊浸膏得率间存在显著差异($P<0.05$)。

2.2 不同浸提方式对滁菊浸膏总黄酮和总多酚含量的影响

表 3 显示了不同浸提方法对滁菊浸膏中总多酚和总黄酮含量的影响。MAE 方法浸提的滁菊浸膏中总多酚和总黄酮含量均最高,均显著高于 HRE 方法。UAE 方法浸提的总多酚和总黄酮含量次之,均显著高于 HRE 方法。综合来看,MAE 方法显著提升了滁菊中多酚和黄酮类活性成分的提取效率,表明其在保留生物活性成分和实现高效提取方面具有明显优势。

表 3 不同浸提方式对滁菊浸膏总黄酮与总酚含量的影响

Table 3 Effect of different extraction methods on total flavonoid and total polyphenol contents in Chuzhou chrysanthemum extracts

浸提方式	总多酚含量(%)	总黄酮含量(%)
UAE	9.64±0.34a	6.68±0.15a
MAE	9.80±0.53a	7.17±0.65a
HRE	9.20±0.30b	6.34±0.44b

UAE:超声辅助提取;MAE:微波辅助提取;HRE 热回流提取。总黄酮含量和总多酚含量表示提取物中黄酮类化合物和多酚类化合物的重量占化合物总重量的百分比;同一列数据后不同小写字母表示不同浸提方式滁菊浸膏总多酚和总黄酮含量存在显著差异($P<0.05$)。

2.3 不同浸提方式对滁菊浸膏挥发性化合物成分组成的影响

表 4 展示了不同浸提方法(HRE、MAE 和 UAE)对滁菊浸膏挥发性成分组成的影响。结果(表 4)表明,不同浸提方式显著影响了挥发性化合物的种类和含量($P<0.05$)。共检测出 73 种挥发性物质,其中微波浸提(MAE)方法检测获得的挥发性物质种类最多,共 65 种;热回流浸提(HRE)方法次之,为 60 种;超声浸提(UAE)方法检测出的挥发性物质种类最少,仅为 40 种。3 种浸提方式共有的挥发性物质有 32 种,主要包括邻甲基苯乙酮、反式- α -佛手柑烯、4-亚甲基-1-甲基-2-(2-甲基-1-丙烯-1-基)-1-乙基环庚烷、 α -姜黄烯、单环倍半萜烯、姜黄醇、 β -贝壳杉烯、香柑醇、(1R)-6,6,9-三甲基-2-亚甲基环十-4,8-二烯-1-酮、冰片酯、(-)-石竹烯醇、14-羟基茶叶烯、环氧异戊二烯、(Z)-松果菊烯水合物、龙脑虎酯、反式长链烷烃醇、(+)-喇叭烯、(1S,8 α)-十氢-1,4 β -二甲基-7 β -异丙烯-1-萘酚、 α -香附酮、4-(6-甲基庚-5-烯-2-基)环己-2-烯-1-酮、左美诺醇、反式-Z- α -环氧双苯甲酸酯、阿格三醇、 α -紫苏酮、石竹-4(14),8(15)-二烯-5-醇、氧化石墨烯-(II)、(1R,4E,8E)-6,6,9-三甲基-2-亚甲基-4,8-环

戊二烯-1-醇、8,14-氧化二氢苯、白菖烯等。这些共有成分是滁菊浸膏核心的挥发性化合物组成。

此外,不同浸提方式制备的滁菊浸膏还具有其独特的挥发性物质。超声浸提(UAE)方法特别提取到的滁菊浸膏中挥发性物质共有2种,分别为氧化芳香双烯-(2)和5-甲酰甲基-6-羟基-3,3-二甲基-6-乙烯基双环[3.2.0]庚烷-2-酮;热回流浸提(HRE)方法特别提取到的滁菊浸膏中的挥发性物质有3种,分别为1-甲基-3-异丙基苯、甲基环己烯酮和10,10-二氯双环[6.2.0]癸烷-9-酮;微波浸提(MAE)方法特别提取到

的滁菊浸膏中挥发性物质最多,共有8种,包括顺式- α -山萘醇、4-庚基苯甲酸甲酯、(+)-长叶烯和(+)-1,7-二表- α -雪松烯等。其中,(+)-长叶烯具有清新且提神的香气,具有提神醒脑、清新空气的功能,在香薰、香水等产品中具有潜在的应用价值。

综合分析,微波浸提(MAE)方法在挥发性物质的种类和含量提取方面表现最佳,热回流浸提(HRE)方法次之,而超声浸提(UAE)方法在提取挥发性物质的种类和效率上相对较低。这些结果为滁菊浸膏的挥发性成分提取工艺优化提供了重要参考依据。

表4 不同浸提方式对滁菊浸膏挥发性成分的影响

Table 4 Effect of different extraction methods on the volatile components of Chuzhou chrysanthemum extracts

分类	序号	挥发性化合物	CAS号	相对含量(%)		
				HRE	MAE	UAE
烯烃	1	(E)-赤松萜烯水合物	145512-84-1	-	0.72±0.10a	0.54±0.02b
	2	反式石竹烯	87-44-5	0.77±0.11a	0.66±0.10a	-
	3	萜品油烯	586-62-9	0.60±0.04a	0.57±0.04a	-
	4	反式- α -佛手柑烯	13474-59-4	0.67±0.02a	0.84±0.17ab	0.54±0.02c
	5	β -榄香烯	515-13-9	0.56±0.02a	0.72±0.21a	-
	6	β -丙二烯	43219-80-3	-	0.54±0.01a	-
	7	(+)-长叶烯	475-20-7	-	0.59±0.01a	-
	8	(+)-1,7-二表- α -雪松烯	50894-66-1	-	0.68±0.01a	-
	9	反式- β -金合欢烯	18794-84-8	-	3.23±1.62a	0.72±0.07b
	10	α -萜烯	3853-83-6	0.78±0.10a	0.79±0.04a	-
	11	氧化石竹烯	1139-30-6	1.06±0.37a	0.96±0.23a	-
	12	硒-4,11-二烯	103827-22-1	-	1.08±0.29a	0.80±0.14a
	13	α -姜黄烯	644-30-4	2.25±0.51b	6.76±3.22a	1.22±0.29b
	14	(+)- β -硒烯	17066-67-0	5.52±2.05a	-	2.07±0.59b
	15	单环倍半萜烯	495-60-3	0.99±0.23a	2.08±0.47c	1.62±0.44ab
	16	(-)- β -杜仲烯	28976-67-2	0.72±0.02b	0.91±0.12a	-
	17	γ -顺式-马茶烃	53111-25-4	-	0.62±0.07a	-
	18	α -泛酸烯	56633-28-4	0.56±0.03a	0.65±0.11a	-
	19	β -贝壳杉烯	20307-83-9	3.36±0.73b	9.78±4.89a	1.48±0.22b
	20	14-羟基茶叶烯	50277-33-3	1.82±0.34ab	2.36±1.05a	0.72±0.03
	21	环氧异戊二烯	1000159-36-6	0.68±0.09b	0.97±0.15a	0.60±0.03a
	22	氧化芳香双烯-(2)	1000151-98-6	-	-	0.85±0.18a
	23	(+)-喇叭烯	21747-46-6	1.07±0.28b	1.27±0.23a	0.87±0.14b
	24	氧化石墨烯-(II)	1000159-36-7	0.58±0.06b	0.87±0.13a	0.73±0.09ab
	25	红没药烯	1000151-48-9	0.55±0.00b	0.79±0.16a	-
	26	氧化异戊二烯-(1)	1000156-12-8	0.71±0.18a	4.72±2.46a	-
	27	白菖烯	1000151-46-0	0.69±0.13a	1.85±1.11a	1.36±0.01a
酮类	1	甲基环己烯酮	1193-18-6	0.95±0.09a	-	-
	2	10,10-二氯双环[6.2.0]癸烷-9-酮	22374-13-6	0.64±0.10a	-	-
	3	邻甲基苯乙酮	577-16-2	0.80±0.11a	0.69±0.06ab	0.60±0.05b
	4	5-甲酰甲基-6-羟基-3,3-二甲基-6-乙烯基双环[3.2.0]庚烷-2-酮	1000156-78-3	-	-	0.59±0.03a
	5	(1R)-6,6,9-三甲基-2-亚甲基环十-4,8-二烯-1-酮	19888-00-7	1.14±0.23a	0.78±0.11b	0.81±0.12ab
	6	α -紫苏酮	473-08-5	1.89±0.06b	3.33±0.50a	1.62±0.35b
	7	α -香附酮	473-08-5	1.11±0.11b	2.13±0.38a	0.98±0.18c
	8	4-(6-甲基庚-5-烯-2-基)环己-2-烯-1-酮	1723-80-4	1.51±0.07b	3.04±0.58a	1.12±0.24b

续表4 Continued4

分类	序号	挥发性化合物	CAS 号	相对含量 (%)		
				HRE	MAE	UAE
醇类	1	顺式- α -山萘醇	19903-72-1	-	0.56±0.01a	-
	2	伯格莫烯醇	88034-74-6	0.79±0.01a	0.70±0.07b	-
	3	β -蒿甲醇	38142-56-2	-	0.70±0.01a	-
	4	姜黄醇	38142-57-3	0.85±0.09a	0.97±0.15a	0.80±0.17a
	5	香柑醇	486-60-2	1.30±0.17a	0.99±0.06b	0.84±0.07b
	6	香叶醇	1113-21-9	0.65±0.00b	1.06±0.25a	-
	7	(-)-石竹烯醇	77171-55-2	1.25±0.08ab	1.53±0.49a	0.72±0.09b
	8	反式长链烷烃醇	1000159-36-5	0.89±0.23a	0.91±0.09a	0.62±0.04a
	9	左美诺醇	23089-26-1	1.14±0.05b	1.90±0.19a	0.72±0.05c
	10	阿格三醇	38022-97-8	0.60±0.01a	0.61±0.05a	0.57±0.04a
	11	石竹-4(14), 8(15)-二烯-5-醇	19431-80-2	0.65±0.08b	1.09±0.17a	0.72±0.11b
	12	4(15), 5, 10(14)-大根香叶三烯-1-醇	81968-62-9	0.54±0.01b	0.59±0.04a	-
	13	顺式-(Z)- α -双萘环醇	1000131-71-2	0.79±0.09b	0.94±0.08a	-
	14	2-亚甲基-6, 8, 8-三甲基三环[5.2.2.0(1,6)]十一烷-3-醇	1000159-37-6	0.71±0.11a	1.25±0.54a	0.94±0.30a
	15	苯, 1, 4, 9-癸三烯醇	13393-63-0	1.29±0.05b	3.57±0.70a	-
	16	(Z)- β -姜黄烯-12-醇	698365-10-5	0.63±0.06a	0.66±0.07a	-
醛类	1	4-异丙基苯甲醛	122-03-2	0.65±0.03a	0.56±0.02b	-
	2	麝香石竹烯醛	470-41-7	0.56±0.01b	0.64±0.06a	-
酸类	1	壬酸	112-05-0	0.73±0.15a	0.64±0.06a	-
	2	癸酸	334-48-5	0.75±0.03a	-	0.57±0.03b
酯类	1	4-庚基苯甲酸甲酯	6892-80-4	-	0.53±0.00a	-
	2	(-)- α -二羧基苯甲酸酯	23089-26-1	0.56±0.01b	0.81±0.14c	-
	3	冰片酯	85758-37-8	0.97±0.07ab	1.55±0.49b	0.71±0.09b
	4	龙脑虎酯	101223-92-1	1.22±0.29b	2.43±0.64a	0.98±0.13b
	5	反式-Z- α -环氧双苯甲酸酯	1000131-71-1	0.73±0.02a	0.76±0.12a	0.62±0.10a
	6	乌维素 C, 二乙酸酯	1000501-90-0	0.73±0.03a	0.86±0.12a	-
其他	1	1-甲基-3-异丙基苯	535-77-3	0.59±0.03a	-	-
	2	芝麻酚	41432-70-6	0.60±0.02a	0.68±0.12a	-
	3	4-亚甲基-1-甲基-2-(2-甲基-1-丙烯-1-基)-1-乙基环庚烷	1010159-38-5	0.93±0.04a	0.95±0.23a	0.61±0.03b
	4	反式奎宁水合物	145512-84-1	1.01±0.16a	0.71±0.11b	-
	5	反式柚皮素水合物	1000374-17-7	-	0.54±0.01a	-
	6	(Z)-松果菊烯水合物	58319-05-4	1.02±0.20a	1.02±0.26a	0.69±0.21a
	7	5,5-二甲基-4-(3-甲基-1,3-丁二烯基)-氧杂螺[2.5]辛烷	1000195-92-1	1.26±0.22a	-	0.97±0.38a
	8	(1S, 8 α)-十氢-1,4 α β -二甲基-7 β -异丙烯-1-萘酚	5945-72-2	16.23±0.74b	28.54±4.12a	11.07±3.51b
	9	2(1H)萘酮, 3,5,6,7,8,8 α -六氢-4,8 α -二甲基-6-(1-甲基乙烯基)	1000188-72-8	0.71±0.02b	1.05±0.13a	0.71±0.02b
	10	(1R, 4E, 8E)-6,6,9-三甲基-2-亚甲基-4,8-环戊二烯-1-醇	19888-00-7	0.78±0.09b	0.99±0.12a	0.75±0.08b
	11	4,6,6-三甲基-2-(3-甲基丁-1,3-二烯基)-3-氧杂三环[5.1.0.0(2,4)]辛烷	70038-20-9	0.68±0.04b	0.91±0.15a	0.73±0.08ab
	12	8,14-氧化二萘苯	18319-31-8	0.74±0.15b	2.70±0.93a	0.89±0.18b

-表示未检测到该成分。CAS 号: 化学物质登记号; UAE: 超声辅助提取; MAE: 微波辅助提取; HRE 热回流提取。同一行数据后不同小写字母表示不同浸提方式提取的滁菊浸膏化合物含量存在显著差异 ($P < 0.05$)。

2.4 不同浸提方式对滁菊浸膏氨基酸含量的影响

表 5 展示了不同浸提方式 (UAE、MAE 和 HRE) 制备的滁菊浸膏中氨基酸的含量及组成情况。结果 (表 5) 表明, 氨基酸提取总量 (T) 以 MAE 方法提取的最高 (3.491 mg/g), 但与 MAE 方法和 UAE 方法之间差异不显著; 必需氨基酸提取总量 (E) 以 HRE 方法最高 (0.611 mg/g), 显著高于

MAE, 而非必需氨基酸提取总量 (N) 同样以 HRE 方法最高 (2.814 mg/g), 但与 MAE 和 UAE 之间差异不显著。具体来看, HRE 方法在必需氨基酸 (苏氨酸) 和非必需氨基酸 (丝氨酸、谷氨酸、丙氨酸、组氨酸、脯氨酸和精氨酸) 的提取效率上表现最佳; MAE 方法对甘氨酸的提取量显著高于其他方法; UAE 方法的提取效率相对较低, 但部分氨基酸 (如缬氨酸

和异亮氨酸等)的提取量与其他方法接近。综合来看,HRE方法在氨基酸提取的全面性和效率上表现最佳,适合对滁菊功能性成分的全面开发;MAE方法适合用于提高甘氨酸的提取效率,而UAE方法则可用于特定成分的提取优化。这些结果为滁菊功能成分提取工艺的优化提供了重要依据。

通过对滁菊浸膏的不同浸提方式进行比较分析发现,微波辅助浸提(MAE)方法在浸膏得率、活性成分(总黄酮和总多酚)含量及挥发性物质种类方面均表现出显著优势。因此,本研究采用响应面法对微波辅助制备滁菊浸膏的关键工艺条件进行优化,以期在提高浸膏得率的同时,最大化保留活性成分,为滁菊资源的深度开发和利用提供理论支持和技术依据。

表 5 不同浸提方式对滁菊浸膏氨基酸含量和组成的影响

Table 5 Effect of different extraction methods on amino acid content and composition of Chuzhou chrysanthemum extracts

类别	不同浸提方法的氨基酸含量(mg/g)		
	UAE	MAE	HRE
天冬氨酸(Asp)	0.140±0b	0.155±0.008a	0.159±0.011a
* 苏氨酸(Thr)	0.321±0b	0.272±0c	0.345±0.010a
丝氨酸(Ser)	0.353±0a	0.345±0.007a	0.377±0.013b
谷氨酸(Glu)	0.341±0b	0.343±0b	0.396±0.012a
甘氨酸(Gly)	0.012±0b	0.353±0a	0.015±0b
丙氨酸(Ala)	0.043±0b	0.039±0b	0.052±0.007a
胱氨酸(Cys)	0.032±0.008a	0.0401±0a	0.022±0.012a
* 缬氨酸(Val)	0.136±0.037a	0.094±0.032a	0.107±0.014a
* 蛋氨酸(Met)	0.006±0.006a	0.007±0a	0.005±0a
* 异亮氨酸(Ile)	0.053±0.010a	0.047±0.012a	0.067±0.033a
* 亮氨酸(Leu)	0.025±0.008a	0.033±0.012a	0.040±0.035a
酪氨酸(Tyr)	0.011±0a	0.010±0.001a	0.016±0a
苯丙氨酸(Phe)	0.065±0.012a	0.085±0.036a	0.063±0a
组氨酸(His)	0.221±0b	0.216±0c	0.226±0a
* 赖氨酸(Lys)	0.057±0.037a	0.043±0.032a	0.048±0.034a
脯氨酸(Pro)	1.236±0.041b	1.133±0.102b	1.269±0.020a
精氨酸(Arg)	0.189±0c	0.200±0b	0.213±0a
T	3.240±0.081a	3.491±0.312a	3.426±0.113a
E	0.597±0.068ab	0.497±0.019b	0.611±0.062a
N	2.642±0.016a	2.669±0.287a	2.814±0.052a

*代表必需氨基酸,T为氨基酸总量,E为必需氨基酸总量,N为非必需氨基酸总量。UAE:超声辅助提取;MAE:微波辅助提取;HRE:热回流提取。同一行数据后不同小写字母表示不同浸提方式滁菊浸膏氨基酸含量存在显著差异($P<0.05$)。

2.5 响应面法微波辅助制备滁菊浸膏工艺优化结果分析

2.5.1 乙醇体积分数对滁菊浸膏总黄酮含量的影响

乙醇体积分数对滁菊浸膏总黄酮含量的影响如图1所示。从图1可以看出,随着乙醇体积分数的增加,滁菊浸膏总黄酮含量呈现出先升高后降低的趋势。当乙醇体积分数为80%时,滁菊浸膏总黄酮含量达到最大值,而随着乙醇体积分数的进一步增加,总黄酮含量减少。张春燕等^[35]采用超声辅助乙醇技术提取黑树莓中总黄酮,发现当提取体系中乙醇浓度过高时,会抑制黄酮溶出,导致提取率下降。这是因为黄酮类化合物的溶解度在高极性或低极性溶剂中均表现不佳,而适中的乙醇和水的比例能够提供最佳的溶解环境。Wang等^[36]也指出,过高的乙醇浓度会抑制极性活性化合物(如黄酮和多酚)的提取。综合来看,适中的乙醇体积分数既能保证较高的提取效率,又能最大程度地保持活性成分的完整性。

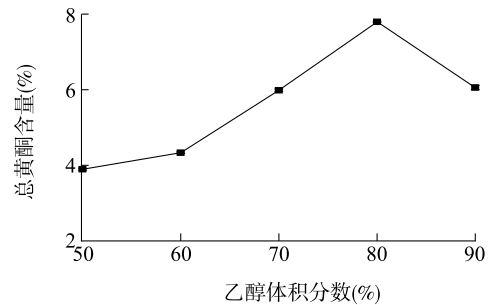


图 1 乙醇体积分数对滁菊浸膏总黄酮含量的影响

Fig.1 Effect of ethanol volume fraction on total flavonoid content in Chuzhou chrysanthemum extracts

2.5.2 微波辅助提取时间对滁菊浸膏总黄酮含量的影响

微波辅助提取时间对滁菊浸膏总黄酮含量的影响如图2所示。由图2可以看出,滁菊浸膏总黄酮含量随微波提取时间的增加呈现先升高后下降的趋势。在微波提取时间为15 min时,总黄酮含量达到最大值。然而,当提取时间超过15 min时,总黄酮含量逐渐减少。这可能是由于提取时间过长引起黄酮结构的降解或活性成分被破坏^[37-38]。

2.5.3 固液比对滁菊浸膏总黄酮含量的影响

图3显示了固液比对滁菊浸膏总黄酮含量的影响,随固液比从1:20增大至1:40,总黄酮含量逐渐升高,并在1:40时达到峰值,之后随着固液比进一步增大至1:60,总黄酮含量逐渐下降。固液比较低时,

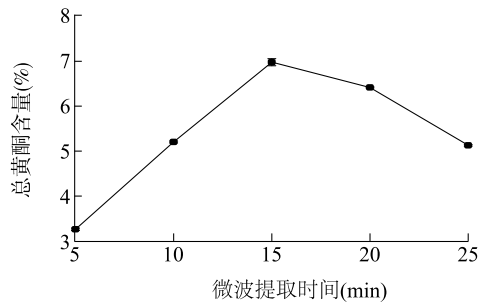


图2 微波提取时间对滁菊浸膏总黄酮含量的影响

Fig.2 Effect of microwave extraction time on total flavonoid content in Chuzhou chrysanthemum extracts

溶剂量不足,溶解黄酮类物质的能力有限,因此总黄酮含量较低。固液比为1:40时,溶剂与固体的比例达到平衡状态,黄酮类物质提取效率最高。固液比较高时,溶剂过量稀释了目标成分,同时可能降低了溶液的提取动力,从而导致总黄酮含量下降^[39]。

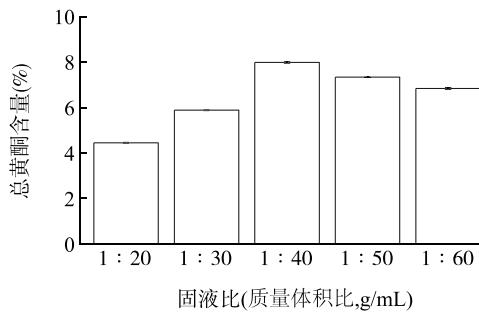


图3 固液比对滁菊浸膏总黄酮含量的影响

Fig.3 Effect of solid-liquid ratio on total flavonoid content in Chuzhou chrysanthemum extracts

2.5.4 旋转蒸发转速对滁菊浸膏总黄酮含量的影响 旋转蒸发转速对滁菊浸膏总黄酮含量的影响如图4所示。由图4可知,随着旋转蒸发转速的增加滁菊浸膏总黄酮含量呈现先升高后降低的趋势。当蒸发转速达到60 r/min时,滁菊浸膏总黄酮含量达到最高值。随着转速进一步增加,滁菊浸膏总黄酮含量减少。相关研究表明,适当的转速可以使样品在瓶壁上形成一层薄膜,增加溶剂与加热面的接触面积,从而提高蒸发速率^[40-41]。然而,转速过快可能会导致样品飞溅,增加溶剂损失,影响试验效果;同时部分高沸点的黄酮类物质因无法适应快速的蒸发条件,未能完全浓缩,随之被带出系统,从而导致总黄酮含量减少^[42]。

2.5.5 旋转蒸发温度对滁菊浸膏总黄酮含量的影响 旋转蒸发温度对滁菊浸膏总黄酮含量的影响见图

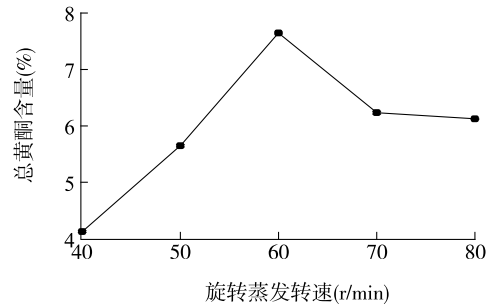


图4 旋转蒸发转速对滁菊浸膏总黄酮含量的影响

Fig.4 Effect of rotary evaporation speed on total flavonoid content in Chuzhou chrysanthemum extracts

5。滁菊浸膏总黄酮含量随旋转蒸发温度的升高呈现先升后降的趋势,在60℃时达到最高值。低温阶段(40~60℃),较低的蒸发速率限制了黄酮类物质的释放效率,总黄酮含量较低;随着温度升高至60℃,溶剂蒸发加快,同时黄酮类物质得以充分浓缩,总黄酮含量逐渐上升。当温度超过60℃后,样品蒸发速度加快,但溶剂的溶解度降低,同时部分热敏性黄酮类物质可能发生降解或挥发损失,导致黄酮类物质未能完全浓缩,总黄酮含量逐渐下降^[43-44]。

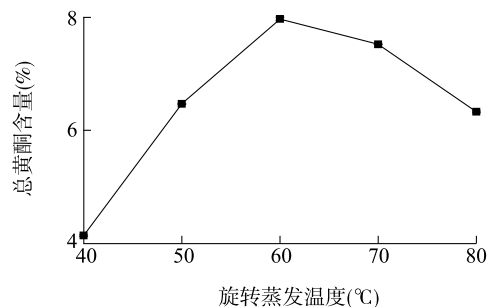


图5 旋转蒸发温度对滁菊浸膏总黄酮含量的影响

Fig.5 Effect of rotary evaporation temperature on total flavonoid content in Chuzhou chrysanthemum extracts

2.5.6 响应面优化试验结果

2.5.6.1 响应面试验结果 根据响应面试验方案进行微波辅助提取滁菊浸膏的试验,其结果列于表6。利用Design-Expert 12.0软件对表6中的滁菊浸膏总黄酮含量进行多元回归拟合分析,以滁菊浸膏总黄酮含量(Y)为响应值,得到的回归方程如下:

$$Y = 8.15 + 0.84A + 0.35B + 0.70C + 0.64D + 0.77E - 0.43AB + 0.16AC + 0.23AD + 0.28AE - 0.55BC - 0.63BD - 0.66BE + 0.12CD - 0.49CE - 0.010DE - 1.12A^2 - 1.01B^2 - 0.54C^2 - 0.45D^2 - 0.30E^2$$

式中,*A*:乙醇体积分数;*B*:微波提取时间;*C*:固液比;*D*:旋转蒸发转速;*E*:旋转蒸发温度。

表 6 Box-Behnken 试验设计及结果

Table 6 Box-Behnken experimental design and results

试验号	<i>A</i> (%)	<i>B</i> (min)	<i>C</i> (g/mL)	<i>D</i> (r/min)	<i>E</i> (°C)	总黄酮含量 (%)
1	80	10	1:30	60	60	4.91
2	80	20	1:40	70	60	6.69
3	80	15	1:40	70	50	7.48
4	90	15	1:40	60	70	8.31
5	90	15	1:40	60	50	6.54
6	80	20	1:30	60	60	6.49
7	80	15	1:30	50	60	5.92
8	70	15	1:40	60	70	6.34
9	80	10	1:40	60	70	7.74
10	80	15	1:50	60	70	8.17
11	90	10	1:40	60	60	6.87
12	80	15	1:50	70	60	8.80
13	80	15	1:50	50	60	7.21
14	80	15	1:50	60	50	7.39
15	80	20	1:40	60	70	7.94
16	80	10	1:40	50	60	5.43
17	70	15	1:40	70	60	6.02
18	70	20	1:40	60	60	5.91
19	80	20	1:40	50	60	6.95
20	90	20	1:40	60	60	6.51
21	80	15	1:30	60	70	7.92
22	70	15	1:50	60	60	5.97
23	80	15	1:30	60	50	5.18
24	70	10	1:40	60	60	4.53
25	80	15	1:30	70	60	7.04
26	90	15	1:40	50	60	6.48
27	80	15	1:40	50	50	5.79
28	70	15	1:40	50	60	5.40
29	80	15	1:40	60	60	8.26
30	90	15	1:40	70	60	8.04
31	80	15	1:40	50	70	7.30
32	90	15	1:50	60	60	8.55
33	80	20	1:50	60	60	6.97
34	80	15	1:40	60	60	8.04
35	80	10	1:50	60	60	7.58
36	90	15	1:30	60	60	6.99
37	80	10	1:40	60	50	4.71
38	80	10	1:40	70	60	7.70
39	80	15	1:40	70	70	8.95
40	70	15	1:30	60	60	5.05
41	70	15	1:40	60	50	5.70
42	80	20	1:40	60	50	7.55

A:乙醇体积分数;*B*:微波提取时间;*C*:固液比;*D*:旋转蒸发转速;*E*:旋转蒸发温度。

回归模型的方差分析结果如表 7 所示。以总黄酮含量为响应值时,模型的 $P < 0.000 1$,说明回归方程拟合度较好,具有统计学意义。模型失拟项的 $P > 0.050 0(0.343 4)$,表明模型的失拟性不显著,未知因素对试验结果的干扰较小。模型的决定系数(R^2)= 0.957 2($>0.900 0$),表明该模型能够很好地反映实际情况。此外,研究中选择的一次项 *A*(乙醇体积分数)、*B*(微波提取时间)、*C*(固液比)、*D*(旋转蒸发转速)和 *E*(旋转蒸发温度)的 P 值均小于 0.01,说明这 5 个因素对滁菊浸膏总黄酮含量的影响极显著。交互项中,*AB* 项对响应值的影响显著,而 *BC*、*BD*、*BE*、*CE* 项对响应值的影响极显著。根据 F 值的大小(F 值越大,影响越显著),可以得出各因素对滁菊浸膏总黄酮提取影响的强弱顺序为:*A*(乙醇体积分数) $>E$ (旋转蒸发温度) $>C$ (固液比) $>D$ (旋转蒸发转速) $>B$ (微波提取时间)。

表 7 回归模型的方差分析结果

Table 7 Variance analysis results of the regression model

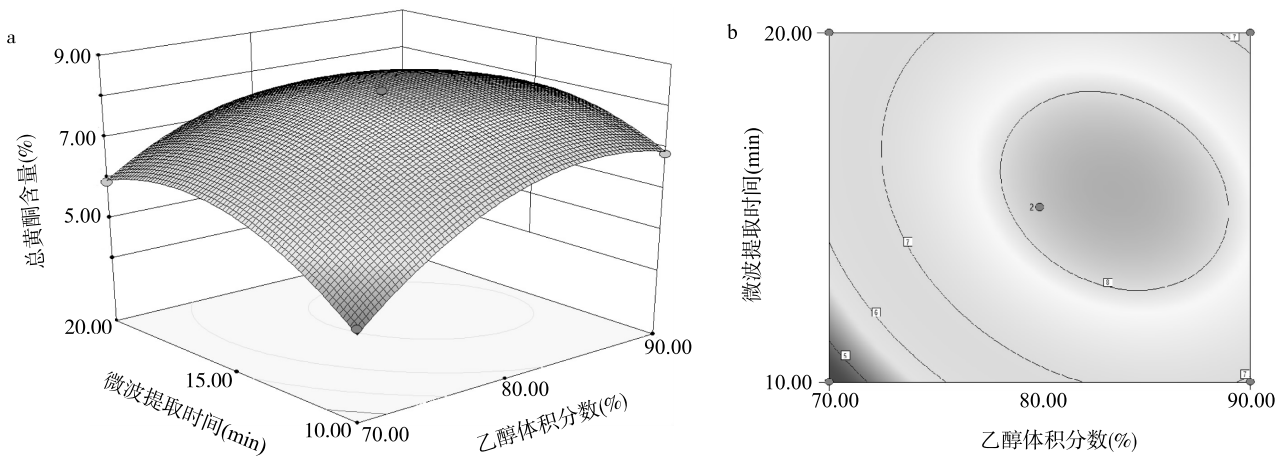
方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	53.66	20	2.68	23.470	$< 0.000 1$	**
<i>A</i>	11.17	1	11.17	97.740	$< 0.000 1$	**
<i>B</i>	1.92	1	1.92	16.780	0.000 5	**
<i>C</i>	7.76	1	7.76	67.850	$< 0.000 1$	**
<i>D</i>	6.55	1	6.55	57.330	$< 0.000 1$	**
<i>E</i>	9.50	1	9.50	83.120	$< 0.000 1$	**
<i>AB</i>	0.76	1	0.76	6.620	0.017 7	*
<i>AC</i>	0.10	1	0.10	0.900	0.354 7	
<i>AD</i>	0.22	1	0.22	1.930	0.179 0	
<i>AE</i>	0.32	1	0.32	2.790	0.109 5	
<i>BC</i>	1.20	1	1.20	10.490	0.003 9	**
<i>BD</i>	1.60	1	1.60	14.000	0.001 2	**
<i>BE</i>	1.74	1	1.74	15.240	0.000 8	**
<i>CD</i>	0.06	1	0.06	0.480	0.494 6	
<i>CE</i>	0.96	1	0.96	8.400	0.008 6	**
<i>DE</i>	0	1	0	0.004	0.953 4	
A^2	6.34	1	6.34	55.490	$< 0.000 1$	**
B^2	5.20	1	5.20	45.500	$< 0.000 1$	**
C^2	1.49	1	1.49	13.030	0.001 6	**
D^2	1.04	1	1.04	9.130	0.006 5	**
E^2	0.47	1	0.47	4.080	0.056 4	
残差	2.40	21	0.11			
失拟项	2.38	20	0.12	0.696	0.343 4	
纯误差	0.02	1	0.02			
总离差	56.06	41				

A:乙醇体积分数;*B*:微波提取时间;*C*:固液比;*D*:旋转蒸发转速;*E*:旋转蒸发温度。 ** 表示差异极显著($P < 0.01$); * 表示差异显著($P < 0.05$)。

综上所述,模型不仅具有良好的拟合度和统计学意义,而且能够明确各因素对总黄酮提取的显著性和影响强度,为工艺优化提供了可靠依据。

2.5.6.2 响应面分析 图6~图10展示了不同因素两两交互作用对滁菊浸膏总黄酮含量的影响。在其他变量固定的条件下,响应面曲面的弯曲程度以及等高线的形状反映了交互作用的显著性。曲面弯曲越明显、等高线越呈狭长椭圆形,表明两因素的交互作用越显著。从图6可以看出,乙醇体积分数与微波提取时间交互作用显著,响应面表现出明显的弯曲特征,且等高线呈狭长椭圆形,说明这2个因素的交互作用对总黄酮含量具有较强的影响。此外,对

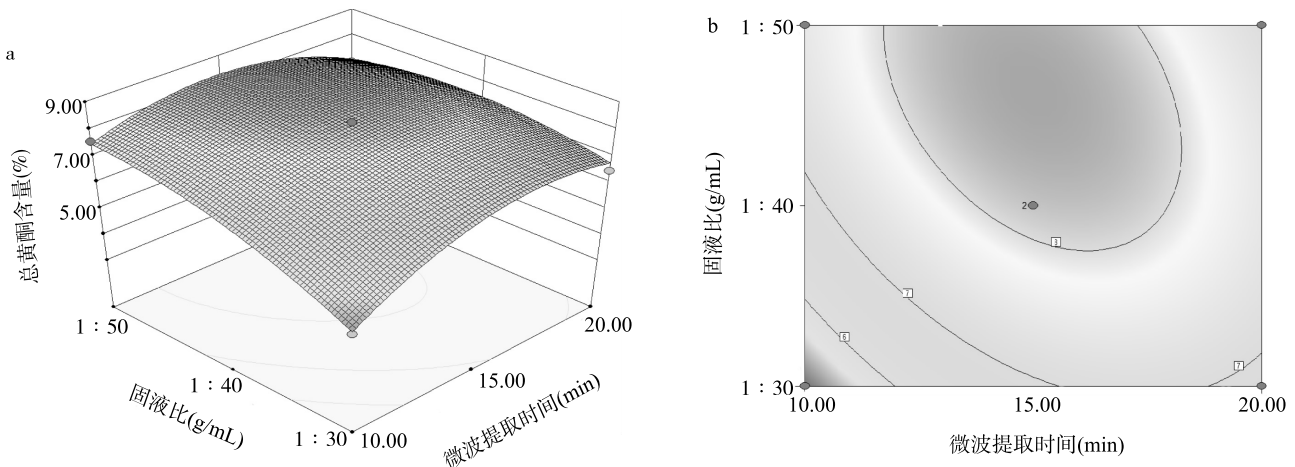
比分析图7、图8、图9的曲面和等高线发现,微波提取时间分别与固液比、旋转蒸发转速和旋转蒸发温度的交互作用同样显著,其响应面弯曲程度更加明显,等高线的狭长特性也进一步证明了交互作用的重要性。结果表明,乙醇体积分数、微波提取时间、固液比、旋转蒸发转速和旋转蒸发温度不仅单独显著影响总黄酮含量,还通过交互作用进一步影响试验结果。特别是图6和图10中交互项的显著性表明,优化滁菊浸膏总黄酮提取工艺时,应重点考虑乙醇体积分数与微波提取时间、固液比与旋转蒸发温度的搭配。



a: 曲面图; b: 等高线图。

图6 乙醇体积分数与微波提取时间对滁菊浸膏总黄酮含量的交互影响

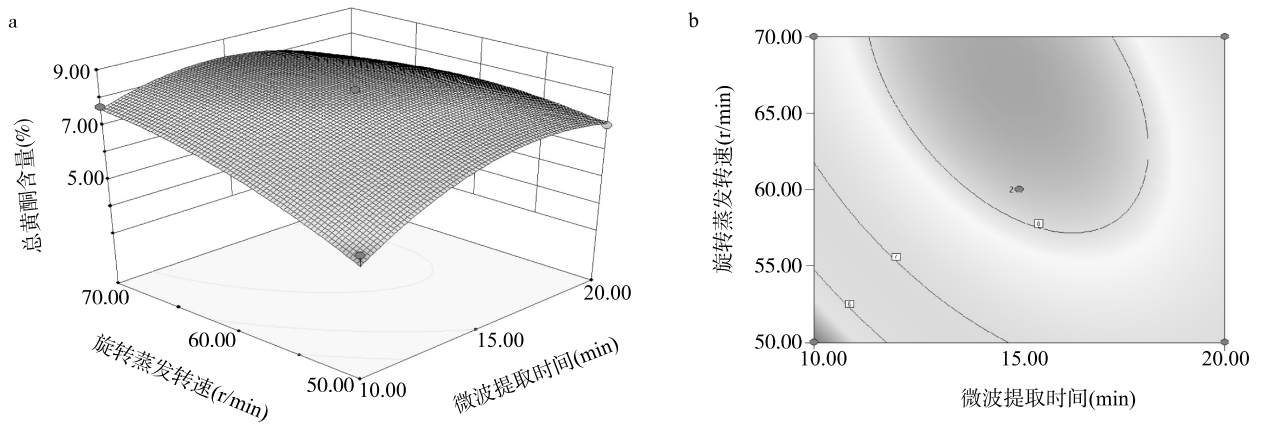
Fig.6 Interaction effects of ethanol volume fraction and microwave extraction time on total flavonoid content of Chuzhou chrysanthemum extracts



a: 曲面图; b: 等高线图。

图7 微波提取时间与固液比对滁菊浸膏总黄酮含量的交互影响

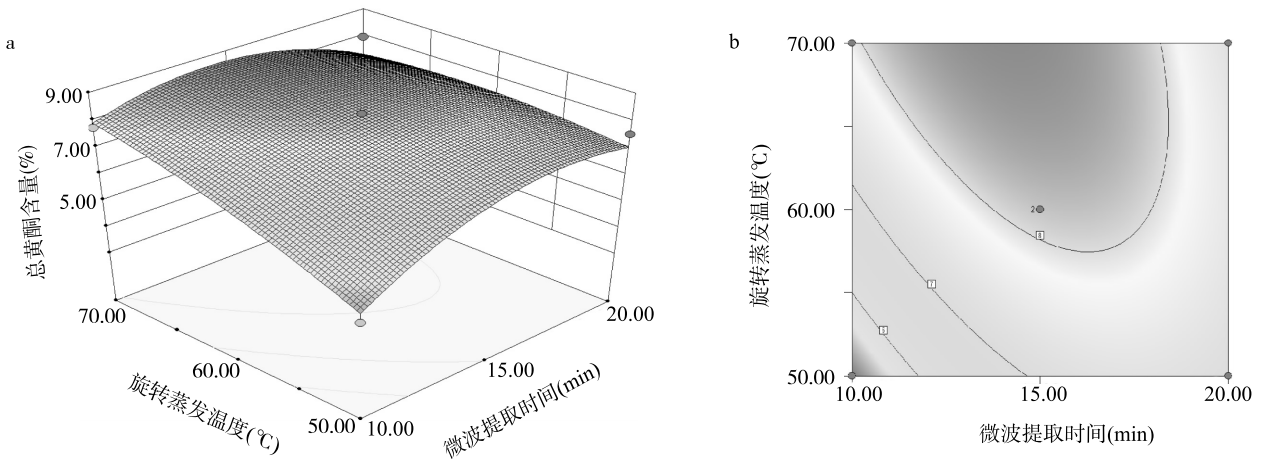
Fig.7 Interaction effects of microwave extraction time and solid-liquid ratio on total flavonoid content of Chuzhou chrysanthemum extracts



a: 曲面图; b: 等高线图。

图 8 微波提取时间与旋转蒸发转速对滁菊浸膏总黄酮含量的交互影响

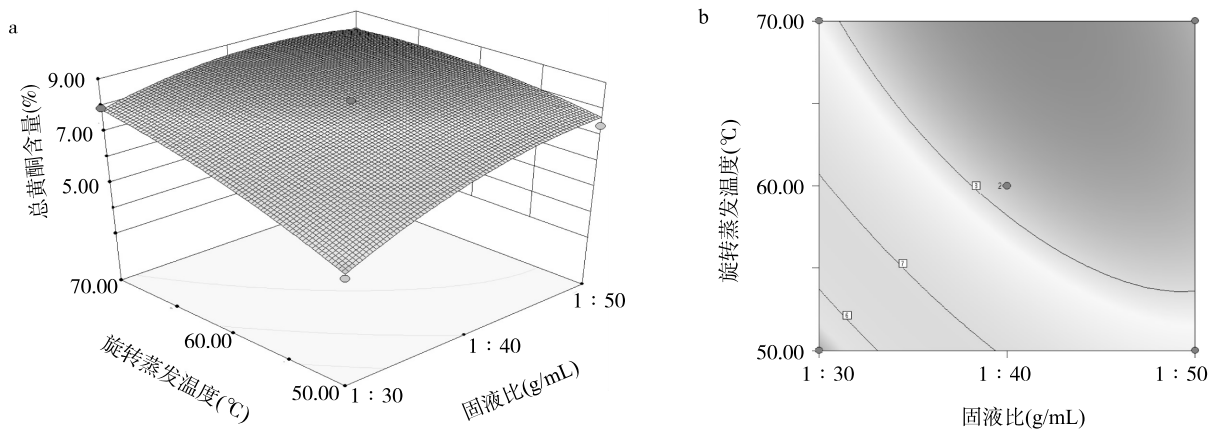
Fig.8 Interaction effects of microwave extraction time and rotary evaporation speed on total flavonoid content of Chuzhou chrysanthemum extracts



a: 曲面图; b: 等高线图。

图 9 微波提取时间与旋转蒸发温度对滁菊浸膏总黄酮含量的交互影响

Fig.9 Interaction effects of microwave extraction time and rotary evaporation temperature on total flavonoid content of Chuzhou chrysanthemum extracts



a: 曲面图; b: 等高线图。

图 10 固液比与旋转蒸发温度对滁菊浸膏总黄酮含量的交互影响

Fig.10 Interaction effects of solid-liquid ratio and rotary evaporation temperature on total flavonoid content of Chuzhou chrysanthemum extracts

2.5.6.3 验证试验 响应面分析结果显示,滁菊浸膏提取的最佳工艺条件为:乙醇体积分数 83.43%、微波提取时间 13.66 min、固液比 1:46.66(质量体积比)、旋转蒸发转速 65.82 r/min、旋转蒸发温度 63.13 °C。在此条件下,模型预测的滁菊浸膏总黄酮含量为 9.14%。考虑到实验室实际条件、滁菊浸膏的品质要求以及试验的安全性和可操作性,将工艺条件调整为:乙醇体积分数 85%、微波提取时间 15 min、固液比 1:45(质量体积比)、旋转蒸发转速 65 r/min、旋转蒸发温度 65 °C。在调整后的条件下,进行 3 次平行试验,滁菊浸膏总黄酮含量分别为 8.66%、8.78%、8.72%,平均值为 8.72%,达到模型预测值的 95.40%。这一结果表明,所构建的模型具有良好的模拟性和预测性,能够有效指导实际工艺的优化。

3 结论

本研究通过对滁菊浸膏的 3 种提取方法(热回流辅助提取法、微波辅助溶剂提取法和超声辅助溶剂提取法)进行系统比较,发现微波辅助提取法(MAE)在浸膏得率(43.99%)、总黄酮含量(7.17%)和总多酚含量(9.80%)方面均表现出显著优势。挥发性成分分析结果显示,MAE 提取的挥发性物质种类最多,达 65 种,其中包括长叶烯等高附加值化合物,展现了良好的应用潜力。在氨基酸组成方面,尽管热回流辅助提取法(HRE)在必需氨基酸提取效率上稍占优势,但与 MAE 方法在氨基酸总量的提取率上无显著差异,且对部分特定氨基酸(如甘氨酸)的提取效率优于其他方法。因此,综合考虑浸膏得率、活性成分含量及挥发性物质种类等因素,MAE 方法成为最优选择,并被用于进一步的响应面优化试验。

基于响应面优化结果,确定了最佳微波辅助提取工艺条件:乙醇体积分数 85%、微波提取时间 15 min、固液比 1:45、旋转蒸发转速 65 r/min、温度 65 °C。在该条件下,滁菊浸膏的总黄酮含量达到 8.72%。综合分析结果表明,MAE 方法结合优化参数,可实现滁菊浸膏的高效提取与功能成分的最大化保留,为滁菊资源的高值化利用提供重要的理论依据和技术支持。

参考文献:

[1] 鲍雨婷,孙 玥,李雪玲,等. 滁菊粉对面团特性和面包风味及

其抗氧化活性的影响[J]. 食品科学,2023,44(4):107-114.

- [2] 贾雨朦,陈芹芹,毕金峰,等. 滁菊的功能成分及其体外抗氧化活性[J]. 食品科学,2019,40(23):66-72.
- [3] 何晓伟,张 余. 滁菊挥发油成分分析及其应用研究进展[J]. 中国食品添加剂,2019,30(9):182-186.
- [4] 詹 歌,孙梦媛,李 军,等. 不同产地 5 种菊花氨基酸组成分析及营养价值评价[J]. 安徽农业大学学报,2019,46(6):908-914.
- [5] 詹 歌,孙艳辉,严佳慧,等. 干燥方式对滁菊抗氧化、抑菌活性和挥发性风味物质的影响[J]. 食品与机械,2018,34(11):193-199.
- [6] ZHAN G, LONG M, SHAN K, et al. Antioxidant effect of *Chrysanthemum morifolium* (chuju) extract on H₂O₂-treated L-O₂ cells as revealed by LC/MS-based metabolic profiling[J]. Antioxidants, 2022,11(6):1068.
- [7] 赵梦琦,王洪东,施高程,等. 滁菊总黄酮对高胆固醇血症的改善作用及机制[J]. 食品工业科技,2024,45(23):111-120.
- [8] 韩天祥,刘文卓,徐佳铭,等. 滁菊多糖结构特性及其免疫活性研究[J]. 食品安全质量检测学报,2024,15(3):320-328.
- [9] 张 易,谢小花,陈 静,等. 苦瓜、滁菊、花红复合饮料的研制[J]. 湖南文理学院学报(自然科学版),2022,34(2):73-77.
- [10] 张微微,俞 瑾,张 余,等. 滁菊葛根复合配制酒研制及模糊数学评价[J]. 赤峰学院学报(自然科学版),2020,36(11):28-31.
- [11] 董艺凝,李 煜,黄开军,等. 富含黄酮低度滁菊浸泡酒研制及品质分析[J]. 食品与发酵工业,2021,47(2):220-225.
- [12] 周 頔,许小倩,潘东润,等. 发酵型滁菊酱的工艺优化[J]. 食品工业,2020,41(5):111-116.
- [13] 张新河. 滁菊产业发展的制约瓶颈与对策[J]. 基层农技推广,2024,12(3):89-92.
- [14] 张兴贵,方泗杨,陈 蕊,等. 青钱柳醇提浸膏挥发性香气成分及其热裂解产物的 GC-MS 分析研究[J]. 中国药科大学学报,2024,55(4):493-503.
- [15] 廖志超,唐雪芳,李焕正,等. 基于休止角和流动能的桂枝茯苓胶囊浸膏粉离散元仿真参数标定研究[J]. 中草药,2024,55(21):7279-7287.
- [16] 郭田甜,杨本官,张丽萍,等. 响应面试验优化金银花浸膏的真空带式干燥工艺研究[J]. 现代药物与临床,2024,39(10):2521-2526.
- [17] 孙胜南,高海燕,陈志雄,等. 源于同属植物的苏合香浸膏和芸香浸膏的成分分析及应用评价[J]. 轻工科技,2023,39(1):48-52.
- [18] 周 鹏,宋 晨,池仕红,等. 中药提取工艺研究进展[J]. 中兽医医药杂志,2022,41(5):37-43.
- [19] MANDAL S, RAHMAN M L, DAS P, et al. Effect of maceration, ultrasound, and microwave-assisted method of extraction on antioxidant activity and phenolic profile of free, esterified, and bound phenolics of Tulaipanji rice[J]. International Journal of Food Engineering, 2023,19(12):631-640.
- [20] NONGLAIT D L, GOKHALE J S. Review insights on the demand

- for natural pigments and their recovery by emerging microwave-assisted extraction (MAE) [J]. *Food and Bioprocess Technology*, 2024, 17(7):1681-1705.
- [21] 陈明东,韩光泽,郭平生.微波场作用下溶质的化学势与平衡浓度[J].*重庆理工大学学报(自然科学)*,2013,27(8):54-57,84.
- [22] 宫静静,王 娟,沈平嬢.微波辅助萃取技术在不同药用部位的工艺研究[J].*中国中药杂志*,2007(16):1641-1643.
- [23] PAN Y M, HE C H, WANG H S, et al. Antioxidant activity of microwave-assisted extract of *Buddleia officinalis* and its major active component[J]. *Food Chemistry*,2010,121(2):497-502.
- [24] 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.
- [25] 干建松,赵玉萍.微波辅助提取技术(MAE)研究和应用进展[J].*现代食品科技*,2005,21(3):155-158.
- [26] 沈建伟,宋亚杰,王洪伦.昆仑雪菊黄酮类化学成分及其抗炎活性研究[J].*中草药*,2025,56(12):4171-4177.
- [27] 尹志娜.植物多酚分离提取方法和生物功能研究进展[J].*生命科学仪器*,2010,8(3):43-49.
- [28] CAPELLO C, FISCHER U, HUNGERBÜHLER K. What is a green solvent? A comprehensive framework for the environmental assessment of solvents[J]. *Green Chemistry*,2007,9(9):927.
- [29] 李 核,李攻科,张展霞.微波辅助萃取技术的进展[J].*分析化学*,2003,31(10):1261-1268.
- [30] KAUFMANN B, CHRISTEN P. Recent extraction techniques for natural products; microwave-assisted extraction and pressurised solvent extraction [J]. *Phytochemical Analysis*, 2002, 13(2):105-113.
- [31] DESTANDAU E, MICHEL T. Microwave-assisted extraction [M]// *Natural Product Extraction. Principles and Applications*. 2nd ed. Cambridge: The Royal Society of Chemistry, 2022:144-201.
- [32] CHAARI M, AKERMI S, ELHADEF K, et al. Microwave-assisted extraction of bioactive and nutraceuticals [M]// *Bioactive Extraction and Application in Food and Nutraceutical Industries*. New York: Springer US, 2024:79-102.
- [33] RAZAK D L A, JAMALUDDIN A, RASHID N Y A, et al. Comparative evaluation of schizophyllum commune extracts as potential cosmeceutical bio-ingredient [J]. *International Journal of Research in Agricultural Sciences*, 2018, 5(1):37-41.
- [34] 罗慧馨,苏婷婷.响应面法优化沙棘叶中总黄酮提取工艺[J].*食品安全质量检测学报*,2024,15(21):243-251.
- [35] 张春艳,王益蕊,周霏娅,等.黑树莓酚类物质提取工艺优化及抗氧化、抑菌活性研究[J].*天然产物研究与开发*,2025,37(3):491-501.
- [36] WANG L J, WELLER C L. Recent advances in extraction of nutraceuticals from plants [J]. *Trends in Food Science & Technology*, 2006, 17(6):300-312.
- [37] CHAABAN H, IOANNOU I, CHEBIL L, et al. Effect of heat processing on thermal stability and antioxidant activity of six flavonoids [J]. *Journal of Food Processing and Preservation*, 2017, 41(5):e13203.
- [38] 李蜀眉,傅忠实,孙墨溪,等.不同提取条件对黄酮类化合物稳定性的影响[J].*内蒙古农业大学学报(自然科学版)*,2010,31(2):292-294.
- [39] 郭丽梅,王盼盼,杨 蒙,等.油松花粉黄酮的提取及黄酮酒的制备[J].*天津科技大学学报*,2013,28(4):10-13.
- [40] 贺小华,唐 平,李 佳,等.薄膜蒸发器内流体流动特性的数值模拟[J].*过程工程学报*,2005,5(4):357-363.
- [41] 汪 蕊,贺小华.薄膜蒸发器内流体流动模拟[J].*南京工业大学学报(自然科学版)*,2004,26(1):72-77.
- [42] 程新燕.植物中黄酮类化合物的提取工艺及药理活性研究进展[J].*广西医科大学学报*,2016,33(6):1075-1076.
- [43] 吴 振,李 红,王勇德,等.不同热处理温度对蓝莓果汁在冷藏过程中多酚和黄酮含量的影响[J].*食品与发酵工业*,2019,45(17):209-215.
- [44] 向 蓉,何立美,陈文露,等.辣蓼总黄酮提取工艺筛选及优化[J].*中国兽药杂志*,2019,53(2):40-47.

(责任编辑:陈海霞)