

超声波辅助-绿色低共熔溶剂提取茉莉花黄酮的工艺优化

都宏霞¹, 刘宴秀^{1,2}, 严忠杰¹, 胡梓恒¹, 刘高荣¹, 吴晨雨¹

(1. 南京科技职业学院化工与材料学院, 江苏南京 210048) (2. 盐城工学院化学化工学院, 江苏盐城 224051)

摘要: 本文以茉莉花为原料, 通过对比水、乙醇和 8 种低共熔溶剂在内的 10 种溶剂, 以及超声波和微波提取, 旨在探索一种绿色、高效的茉莉花黄酮提取技术。通过单因素试验考察低共熔溶剂的摩尔比、含水量、液料比、超声时间以及超声功率对黄酮得率的影响。在单因素的基础上, 采用响应面法对提取工艺进行优化。研究表明: 茉莉花黄酮最优提取技术为超声波辅助-绿色低共熔溶剂提取; 最佳工艺条件为: 甜菜碱盐酸盐:蔗糖:水=1:1:94.50, 液料比为 149:1 (mL/g), 时间为 20 min, 超声功率为 90 W, 此条件下提取量为 15.24 mg/g, 实验结果与响应面模型预测值接近, 表明模型适用。茉莉花黄酮经此工艺所得的提取量是传统水提的 677%、正交优化超声波提取的 200%, 充分表明超声波辅助-绿色低共熔溶剂提取技术的高效性。研究结果为茉莉花资源的进一步开发利用提供数据支撑。

关键词: 绿色化学; 低共熔溶剂; 茉莉花; 黄酮; 优化

文章编号: 1673-9078(2021)01-199-206

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2021.01.0737

Optimization of Ultrasonic Assisted-Green Deep Eutectic Solvent

Extraction of Flavonoids from Jasmine

DU Hong-xia¹, LIU Yan-xiu^{1,2}, YAN Zhong-jie¹, HU Zi-heng¹, LIU Gao-rong¹, WU Chen-yu¹

(1. School of Chemical Engineering and Materials Science, Nanjing Polytechnic Institute, Nanjing 210048, China)

(2. College of Chemical Engineering, Yancheng Institute of Technology, Yancheng 224051, China)

Abstract: Ten extract solvents including water, ethanol and eight types of deep eutectic solvents with microwave-assisted extraction and ultrasonic -assisted extraction were studied in order to explore a green and efficient technology for extraction of total flavonoids from jasmine. The effects of molar ratio of deep eutectic Solvents, water content, liquid - material ratio, ultrasonic time and ultrasonic power on the yield of flavonoids were investigated by single factor test. Based on single-factor tests, the quadratic regression parasitism model was established for obtain the optimal extraction conditions of flavonoids from Jasmine through the response surface methodology. It was found that the optimal extract process was ultrasonic assisted-green deep eutectic solvent, and extraction conditions were betaine hydrochloride/sucrose/H₂O (1:1:94.50), liquid-material ratio 149:1 mL/g, time 20 min, ultrasonic power 90 W, the maximum yield of total flavonoids reached 15.24 mg/g, which is 677% of water extraction and 200% of orthogonal design-ultrasonic extraction. Response surface methodology was proved to be applicable for optimization of ultrasonic assisted-green deep eutectic solvent extraction of total flavonoids from Jasmine. Data support was provided for the further development and utilization of Jasmine resources.

Key words: green chemistry; deep eutectic solvent; Jasmine; flavonoids; optimization

引文格式:

都宏霞,刘宴秀,严忠杰,等.超声波辅助-绿色低共熔溶剂提取茉莉花黄酮的工艺优化[J].现代食品科技,2021,37(1): 199-206

DU Hong-xia, LIU Yan-xiu, YAN Zhong-jie, et al. Optimization of ultrasonic assisted-green deep eutectic solvent extraction of flavonoids from jasmine [J]. Modern Food Science and Technology, 2021, 37(1): 199-206

收稿日期: 2020-08-05

基金项目: 江苏省高校优秀科技创新团队 (2017-31); 南京科技职业学院科研课题 (NHKY-2020-05)

作者简介: 都宏霞 (1981-), 女, 博士, 副教授, 研究方向: 天然产物提取及水处理

绿色化学一直是化学领域的研究热点, 低共熔溶剂 (Deep Eutectic Solvents, DESs) 是继离子液体 (Ionic liquids, ILs) 之后由 Abbott 等人 2003 年首次合成的一类绿色新型溶剂^[1], 一般是选取 2~3 种绿色无毒的原料作为氢键受体和氢键供体, 通过较强的分子间氢

键作用而制得的低共熔混合物。低共熔溶剂既拥有与离子液体同样优秀的理化性质,又更好地克服了离子液体合成复杂、耗能高、成本高等缺点,且具有成本低、易制备、易存放、可回收、安全无毒、生物可降解、环境友好等其他有机溶剂无法比拟的优点,已逐渐受到广泛关注^[2,3]。目前 DESs 已经逐步代替有机溶剂和离子液体应用于天然植物提取和分离方面,具有巨大潜力^[4-6]。

茉莉花,属木犀科素馨属,花瓣如雪,花香清雅,《本草纲目》中早有记载,在我国广泛种植,是一种药食同源的植物,具有很高的观赏性和实用性,深受人们喜爱。研究表明,茉莉花中含有多糖、黄酮、挥发油等多种活性成分,具有清虚火、祛寒积、治疗疮毒、祛除坏疽、肿瘤等活性功效,作为主要成分的茉莉花黄酮(flavonoids of Jasmine, FOJ)具有良好的抗氧化、抗炎、抗菌、抗癌、调节免疫力等作用^[7-11]。目前,对于黄酮类物质的提取溶剂主要是水或甲醇、乙醇、乙酸乙酯等传统的有机溶剂^[12-15],为了克服有机溶剂的污染,探索一种新型绿色、高效的茉莉花黄酮提取技术非常必要。

本文设计并制备 8 种 DESs,首次用于茉莉花黄酮的提取,系统比较多种提取技术,并结合响应面法研究 FOJ 的最佳提取工艺,旨在提供一个更加绿色、高效、经济、环保的 FOJ 新型提取方法,更好地促进茉莉花资源的深度开发,为绿色化学的发展和天然产物的研究提供数据支撑。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

茉莉花,北京同仁堂药店;芦丁标准样品,北京恒元启天化工技术研究所;氯化胆碱,Aladdin 公司;乙醇、醋酸钾、丙二醇、1,3-丁二醇、1,2-戊二醇、蔗糖、三氯化铝、山梨醇、甜菜碱盐酸盐、无水甜菜碱均为分析纯。

1.2 仪器与设备

ME204E-02 型电子天平,梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司;FS-250N 型超声波提取仪,上海生析超声仪器有限公司;7600 型紫外分光光度计,上海菁华科学仪器制造有限公司;TDL-50B 型低速台式离心机,上海安亭科学仪器厂。

1.3 方法

1.3.1 标准曲线的建立

以芦丁作为标准对照品,通过测量其在紫外分光光度计的吸光度,建立芦丁标准曲线,测定 FOJ 的含量。

准确称取芦丁标准品 5.0 mg,用浓度为 50%的乙醇定容至 25.0 mL。准确称取芦丁标准品(0.2 mg/mL)0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 于 6 只比色管中,分别用 5.0 mL 的 50%乙醇,3.0 mL 的 0.1 M AlCl₃ 溶液和 5.0 mL 的 1 M 醋酸钾溶液,摇匀,同法制成空白对照:静置反应 40 min,充分接触混合,并在波长 415 nm 处检测其吸光度值。

1.3.2 DESs 的制备

参考 Abbott 的方法^[16],设计了 8 组 DESs(见表 1),选择氯化胆碱、无水甜菜碱和甜菜碱盐酸盐作为氢键受体,分别与不同的氢键供体按摩尔比 1:1,含水量 50 mol,在 80 °C 水浴条件下加热搅拌,直至溶液澄清,冷却至室温,分别得到 DES1-8 备用。

表 1 不同类型的低共熔溶剂

Table 1 Different types of DESs

组别	低共熔溶剂组分						
	A	B	C	D	E	F	G
DES-1	√			√			
DES-2	√				√		
DES-3	√	√					
DES-4	√		√				
DES-5	√			√		√	
DES-6	√		√			√	
DES-7	√		√				√
DES-8			√		√		

注: A: 氯化胆碱; B: 无水甜菜碱; C: 甜菜碱盐酸盐; D: 山梨醇; E: 蔗糖; F: 1, 3-丁二醇; G: 1, 2-戊二醇。

1.3.3 FOJ 提取量的测定

$$Y/(mg/g) = \frac{cVD}{m}$$

式中: Y 为 FOJ 提取量, mg/g; c 为试样的测定质量浓度, mg/mL; V 为滤液体积, mL; D 为稀释倍数; m 为原料质量, g。

1.3.4 FOJ 提取技术的比较

表 2 提取技术条件表

Table 2 Factors of extraction technology

提取技术	液料比/(mL/g)	提取时间	其他条件
WA	20:1	8 h	温度: 55 °C
ET	20:1	8 h	乙醇体积分数: 70%
MA	20:1	30 s	功率: 640 W
UA	20:1	30 s	功率: 150 W
UA-DESs	20:1	15 min	摩尔比: 1:1:50

精确称取茉莉花粉 20 g, 通过水提 (Water Extraction, WA)、醇提 (Ethanol Extraction, ET)^[17,18]、低共熔溶剂提取 (Deep eutectic solvents Extraction, DESs)、微波提取^[19,20]、(Microwave Extraction, MA)、超声波提取 (Ultrasonic Extraction, UA)^[21,22]技术来提取 FOJ, 提取条件见表 2, 将提取液抽滤, 以转速 4000 r/min 的速度进行离心 10 min, 将离心后溶液静置, 取上层清液, 过 0.45 μm 滤膜, 对 D101 大孔树脂进行预处理后, 上样, 待吸附平衡后, 用去离子水、质量浓度为 30%、50%、70%、90% 的乙醇溶液洗脱, 每个浓度均洗脱 3 柱体积 (BV), 流速为 1 BV/h, 收集 90% 乙醇浓度的洗脱液, 于 45 $^{\circ}\text{C}$ 旋转蒸发进行浓缩后, 再用 50% 的乙醇溶液进行稀释得到 FOJ, 根据上述方法测其吸光度, 计算得出 FOJ 含量。

1.3.5 UA-DES-8 提取 FOJ 的单因素实验

1.3.5.1 摩尔比对 FOJ 提取量的影响

在液料比 40:1, 含水量 50 mol, 超声时间 15 min, 超声功率 120 W 的条件下, 取甜菜碱盐酸盐与蔗糖的摩尔比为 2:1、1:1、1:2、1:3、1:4 作为变量, 研究摩尔比对 FOJ 提取量的影响。

1.3.5.2 液料比对 FOJ 提取量的影响

在超声时间 15 min, 超声功率 120 W, 甜菜碱盐酸盐:蔗糖:水=1:1:50 的条件下, 分别取液料比 40:1、60:1、80:1、100:1、120:1、140:1、160:1, 研究液料比对 FOJ 提取量的影响。

1.3.5.3 超声时间对 FOJ 提取量的影响

在超声功率 120 W, 甜菜碱盐酸盐:蔗糖:水=1:1:50, 液料比 140:1 的条件下, 分别取超声时间 5、10、20、30、40 min, 比较超声时间对 FOJ 提取量的影响。

1.3.5.4 超声功率对 FOJ 提取量的影响

在超声时间 20 min, 甜菜碱盐酸盐:蔗糖:水=1:1:50, 液料比 140:1 的条件下, 分别取超声功率 7.5、30、60、90、120、150 W, 比较超声功率对 FOJ 提取量的影响。

1.3.5.5 含水量对 FOJ 提取量的影响

在液料比 140:1, 超声时间 20 min, 超声功率 60 W 的条件下, 取甜菜碱盐酸盐、蔗糖与水的摩尔比为 1:1:40、1:1:60、1:1:80、1:1:100、1:1:120 作为变量, 研究含水量对 FOJ 提取量的影响。

1.3.6 响应面法优化 FOJ 最优提取工艺条件

使用 Design-Expert.V 8.0.6 软件中 Box-Behnken 组合设计来确定实验最优工艺^[23-25], 在单因素实验基础上, 选择液料比、超声功率、含水量为 3 因素, 每个因素选择三个对 FOJ 影响较大的水平, 进行 3 因素

3 水平的响应面试验, 并以提取量作为响应值, 各因素的水平分别采取 -1、0、1 作为编码, 如表 3。

表 3 响应面试验分析因素水平表

Table 3 Factors and levels of response surface methodology

因素	编码	水平		
		-1	0	+1
液料比/(mL/g)	A	120:1	140:1	160:1
超声功率/W	B	30	60	90
含水量/mol	C	60	80	100

1.4 数据处理

使用 Origin 8 和 Design-Expert.V 8.0.6 进行数据处理、图表制作及数据分析。

2 结果与分析

2.1 芦丁标准曲线的结果分析

经测定分析, 得回归方程为 $Y=32.87X+0.14$, 其系数 $R^2=0.9998$, 在 0~0.08 mg/mL 范围内线性关系良好。

2.2 FOJ 提取技术比较分析

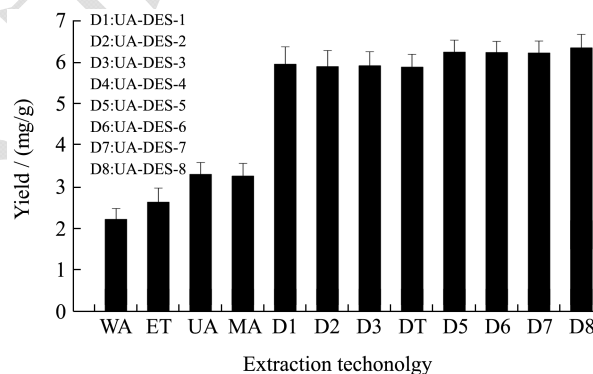


图 1 FOJ 提取技术的比较

Fig.1 Comparison of different technology for extraction of FOJ

通过 WA、ET、UA、MA 技术和 8 种 DESs 提取 FOJ, 数据表明: 超声波辅助提取效果优于微波提取; DESs 溶剂提取效果远高于传统的水提和醇提, FOJ 提取量比水提和醇提分别提高了 3.67~4.13 mg/g 和 3.26~3.72 mg/g。这是因为 DESs 中含有大量容易与黄酮形成氢键的羟基和氨基, 可以增加黄酮在 DESs 中的溶解度, 同时在超声波辅助的作用下, 可以更快速的溢出, 促进 FOJ 提取量增加。其中 DES-8, 即以甜菜碱盐酸盐和蔗糖所合成的 DES 效果最好, 茉莉花黄酮提取量为 6.38 mg/g, 结果见图 1。因此, 本研究以 UA-DES-8 为提取技术, 进一步研究 FOJ 提取的最佳工艺条件。

2.3 单因素实验

2.3.1 DES-8 摩尔比对 FOJ 提取量的影响

结果如图 2 所示: 甜菜碱盐酸盐和蔗糖的摩尔比从 2:1 到 1:4, FOJ 提取量呈先升后降的趋势, 主要原因是 DES-8 体系中甜菜碱盐酸盐的极性相对较低, 而糖基的极性相对较高, 当摩尔比为 1:1 时, DES-8 溶液的极性刚好达到最佳的效果。之后随着蔗糖比例的增加, 体系极性增加的同时粘度也随之增加, FOJ 在体系中, 扩散速度减小, 导致提取量逐渐下降。所以当甜菜碱盐酸盐和蔗糖的摩尔比为 1:1 时, FOJ 提取量最高, 为 6.38 mg/g。

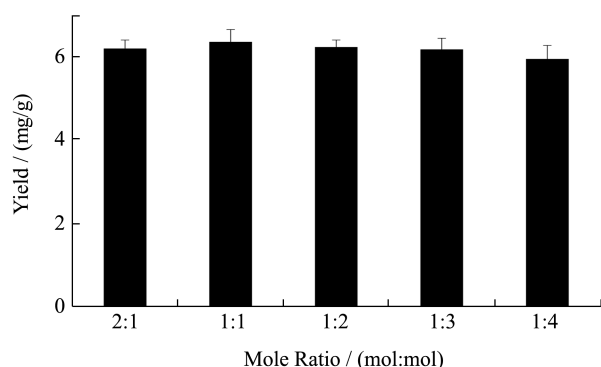


图 2 摩尔比对 FOJ 提取量的影响

Fig.2 Effect of molar ratio on extraction yield of FOJ

2.3.2 液料比对 FOJ 提取量的影响

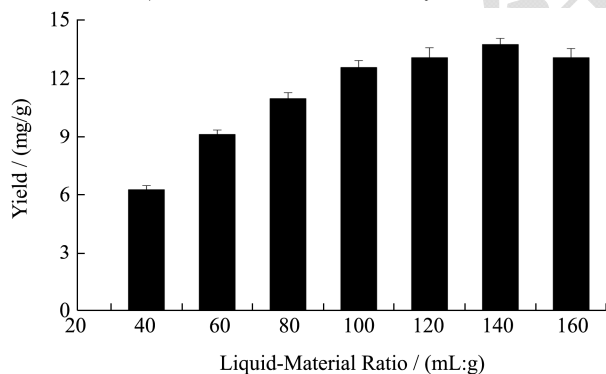


图 3 液料比对 FOJ 提取量的影响

Fig.3 Effect of liquid-material ratio on extraction yield of FOJ

结果如图 3 所示: 当液料比低于 140:1 时, 液料比和 FOJ 提取量呈正相关, 提取量最高达到 13.71 mg/g; 当液料比继续增大时提取量下降, 因为液料比的增加可以使体系的溶解度升高, 促进茉莉花细胞破壁, 使内容物溢出率增加, 但当溶解度大到一定程度时, 可能会发生饱和的现象, 导致部分黄酮无法溶解, 进而影响提取效果。因此, 最佳液料比为 140:1。

2.3.3 超声时间对 FOJ 提取量的影响

结果如图 4 所示: 在 5~20 min 时 FOJ 提取量呈上升趋势, 但在 20~40 min 时反而呈下降趋势, 这是

因为时间越长, 超声波产生的能量就越大, 在溶液中所形成的空化效应就越强, 对茉莉花细胞壁的破坏程度就越强, 提取量就越高。但是, 随着超声波作用时间的延长, 提取量反而降低, 主要是由于随着提取时间的增加, 温度也逐渐增加, 体系同时处于超声辐射和热效应的作用之下, 可能会产生双重降解^[26,27], 因此 20 min 之后提取量降低。结果表明最佳超声时间是 20 min, 比文献报道^[8]的最优工艺的超声时间少 25 min, 此时提取量为 14.23 mg/g。

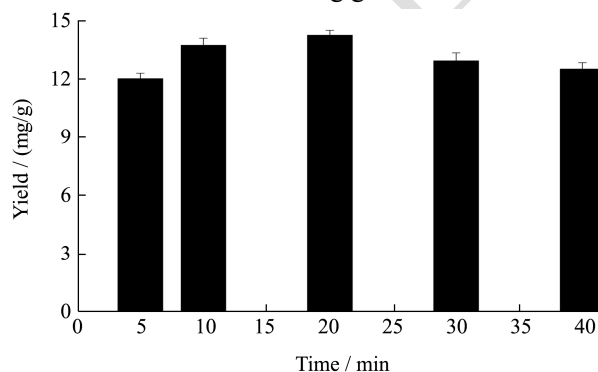


图 4 超声时间对 FOJ 提取量的影响

Fig.4 Effect of extraction time on extraction yield of FOJ

2.3.4 超声功率对 FOJ 提取量的影响

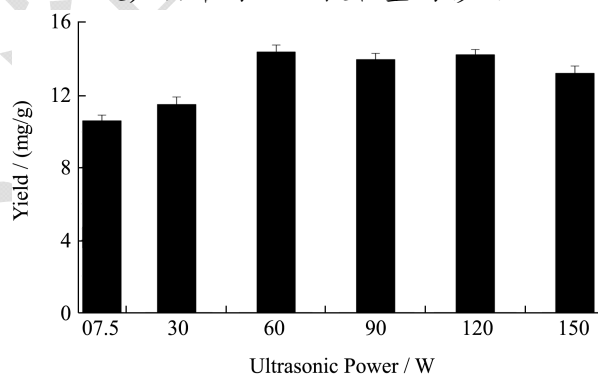


图 5 超声功率对 FOJ 提取量的影响

Fig.5 Effect of ultrasonic power on extraction yield of FOJ

结果如图 5 所示: FOJ 的提取量先升后降, 影响趋势与文献报道一致^[28], 在超声功率为 7.5~60 W 之间一直增加, 从 60 W 之后趋于平稳后略有降低。因为随着超声波功率的增加, 空化效应也更加剧烈, 分子的运动速度和加速度都会增加, 分子扩散就越快, 超声波对细胞壁的破碎作用越强, 黄酮物质溢出率越多。但当超声功率大到一定程度时, 会发生“饱和效应”^[26], 导致提取量降低。因此最佳超声功率为 60 W, 此时 FOJ 提取量为 14.34 mg/g。

2.3.5 含水量对 FOJ 提取量的影响

结果如图 6 所示, FOJ 的提取量随着含水量的增加先增后降, 在含水量为 80 mol 时达到最大, 为 15.13 mg/g。主要原因是水可以降低提取溶剂的粘度, 并且

调节极性，从而在超声波的辅助作用下，促进溶剂的扩散，有效的提升茉莉花细胞破壁的能力，增加 FOJ 的提取量。而含水量增加到 80 mol 之后，体系的粘度开始降低，极性开始增加，会导致分子间氢键的断裂、超分子结构的丢失，最终导致提取量的下降^[29,30]。

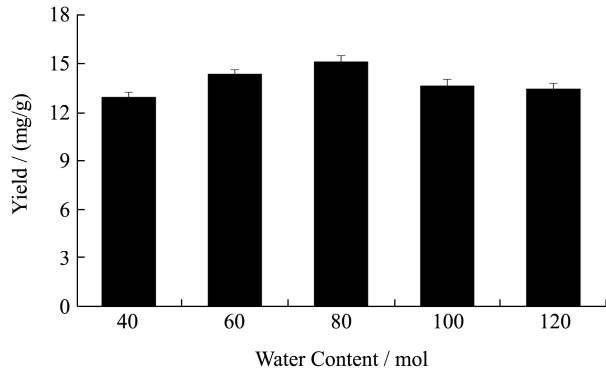


图 6 含水量对 FOJ 提取量的影响

Fig.6 Effect of water content on extraction yield of FOJ

2.4 响应面试验结果与优化分析

2.4.1 响应模型的建立与分析

基于单因素试验结果，选取液料比(A)、超声功率(B)和含水量(C)三个主要因素为自变量，以 FOJ 提取量为响应值(Y)，采用 Design-expert 软件按照 Box-Behnken 实验设计了 15 组实验，12 组为析因点实验，3 组为重复零点实验，进行交叉设计实验，结果见表 4，方差与误差统计分析见表 5。

利用 Design-Expert 软件对实验数据进行分析，得到二次多项回归方程：

$$Y=15.17+0.19A+0.85B+0.30C-0.15AB+1.06AC+0.44BC-0.91A^2-0.40B^2-0.83C^2$$

其中 Y 为提取量，A、B 和 C 分别为对应液料比、超声功率和含水量的编码。由表 5 的数据可知：模型

的 p 值为 0.0002，模型极显著 ($p<0.01$)；失拟项 p 值为 0.2859，结果不显著 ($p>0.05$)，表明拟合状况良好。方程决定系数 $R^2=0.9890$ ，CV 为 1.41% $<10\%$ ，能真实的反映本模型，可用此模型分析响应面的变化。信噪比 (Adeq Precision) 为 20.22 大于 4，表示模型合理^[31]。由方差 F 值可知，各因素对提取量影响为：B (超声功率) $>$ C (含水量) $>$ A (液料比)。由表 5 还可知，因素中 B、C、AC、BC、 A^2 、 C^2 的影响极显著 ($p<0.01$)，因素 A、 B^2 的影响显著 ($p<0.05$)，而 AB 的影响不显著，该方程可适用。

表 4 响应面分析实验设计与结果

Table 4 Design and results of the response surface methodology

(RSM) and box-behnken				
试验号	因素			提取量/(mg/g)
	A 液料比/(mL/g)	B 超声功率/W	C 含水量/mol	
1	-1	0	-1	4.65
2	-1	0	1	4.68
3	1	1	0	15.73
4	0	1	-1	11.39
5	-1	-1	0	4.72
6	-1	1	0	4.73
7	0	0	0	12.74
8	0	1	1	12.86
9	1	0	1	13.67
10	1	-1	0	11.76
11	0	0	0	12.39
12	0	0	0	12.01
13	0	-1	-1	10.27
14	0	-1	1	11.02
15	1	0	-1	12.07

表 5 提取率响应面拟合回归方程的方差分析结果

Table 5 ANOVA results of extraction rate response surface fitting regression equation

方差来源	平方和	自由度	方差	F 值	p	显著性
回归模型	17.61	9	1.96	50.17	0.0002	**
A	0.29	1	0.29	7.41	0.0417	*
B	5.78	1	5.78	148.24	<0.0001	**
C	0.70	1	0.70	17.86	0.0083	**
AB	0.087	1	0.087	2.23	0.1954	
AC	4.47	1	4.47	114.73	0.0001	**
BC	0.78	1	0.78	20.09	0.0065	**
A ²	3.05	1	3.05	78.20	0.0003	**
B ²	0.59	1	0.59	15.06	0.0116	*
C ²	2.57	1	2.57	65.83	0.0005	**

转下页

接上页					
残差	0.19	5	0.039		
失拟项	0.16	3	0.052	2.65	0.2859
纯误差	0.039	2	0.020		
合计	17.80	14			

注：*：差异显著， $p < 0.05$ ；**：差异极显著， $p < 0.01$ ； $R^2 = 0.9890$ ， $Adj R^2 = 0.9693$ ， $Pre R^2 = 0.8551$ 。

2.4.2 响应面交互作用分析与优化

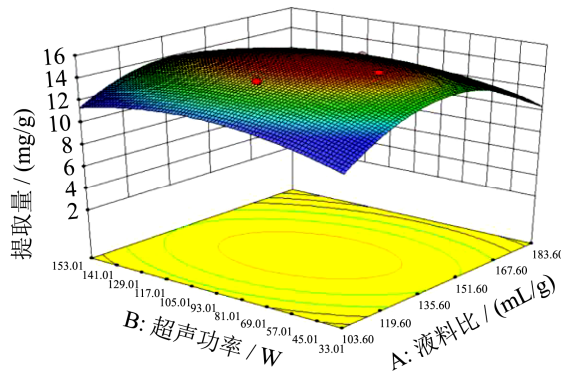


图7 液料比和超声功率交互作用对提取量的影响

Fig.7 Response surface of $Y=f(A, B)$

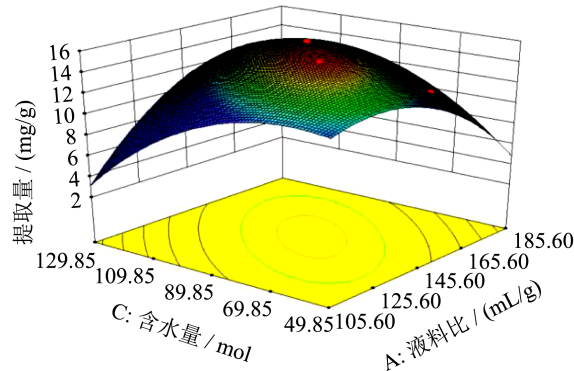


图8 含水量与液料比交互作用对提取量的影响

Fig.8 Response surface of $Y=f(A, C)$

各因素间交互作用得到响应面曲线图。图7~图9分别显示超声功率、料液比、含水量的交互作用对FOJ提取量的影响结果。曲线走势越陡，表明该因素影响越显著；曲线走势越平滑，则表明该因素影响较小^[32]。图7中，随着超声功率的增加，FOJ提取量逐渐上升，在90 W时达到最大，之后趋于平缓；图8中，随着液料比的增加，影响十分显著，FOJ提取量呈先上升后下降的趋势，在液料比为149:1 (mL/g)时出现最大值；图9中，随着含水量的增加，FOJ提取量呈现先升后降的趋势，影响显著，含水量在94 mol时达到最高点。这是因为超声功率越大，空化效应越剧烈，分子运动速度越快，黄酮物质溢出越多，但当超声功率大于90 W时，发生“饱和效应”，影响黄酮溢出。而适当的水可以增加体系的黏度、调节体系极性，利于黄酮物质溢出，但过量的水会使体系黏度变低、极性变高，导致氢键断裂，使提取量降低。

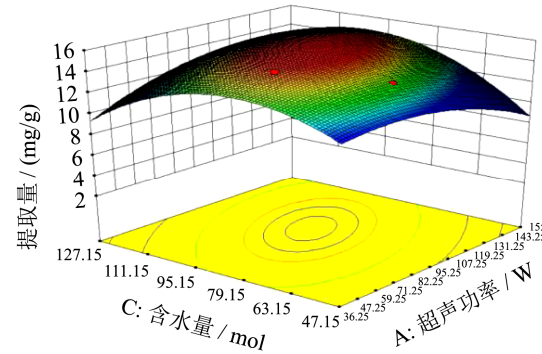


图9 含水量与超声功率交互作用对提取量的影响

Fig.9 Response surface of $Y=f(B, C)$

根据Design-Expert软件得出在液料比、超声功率和含水量交互作用影响下，最优提取工艺为：液料比为148.91:1 (mL/g)，超声功率为90 W，含水量为94.50 mol，在此条件下模型预测的提取率为15.90 mg/g。结合实验室具体情况，修正提取条件为液料比149:1 (mL/g)，超声波功率90 W，含水量94.50 mol，摩尔比1:1，超声时间20 min，所得FOJ提取量为15.24 mg/g，与预测值相差0.66 mg/g，说明模型与实际数据拟合较好，证实所得模型的有效性，同时证实响应面对UA-DES-8提取FOJ的参数优化具有较强的可行性和应用性。

3 结论

本文建立了一种绿色、高效、经济、环保的茉莉花黄酮新型提取方法。通过比对水、乙醇和8种DESs在内的10种溶剂，以及超声波和微波提取对FOJ提取量的影响，证实DESs的效果都优于水和乙醇，超声波提取的效果优于微波，且发现甜菜碱盐酸盐作为氢键受体的提取效果要优于目前普遍使用的氯化胆碱。因此，选用甜菜碱盐酸盐和蔗糖所构成的DES体系。结合单因素实验、响应面优化实验和实验室条件，证实FOJ提取最佳条件是：甜菜碱盐酸盐：蔗糖：水=1:1:94.50，液料比149:1 (mL/g)，超声波功率90 W，超声时间20 min，在此条件下，FOJ的提取量为15.24 mg/g，与模型预测结果相差0.66 mg/g，证实模型的有效性和可行性；FOJ提取量比传统的水提提高了12.99 mg/g，相当于水提的677%，比文献报道的通过正交优化超声波提取提高了7.64 mg/g，相当于其200%^[8]，

充分说明 UA-DESS 技术可高效提取茉莉花黄酮。本文为天然植物活性成分绿色提取提供了一定的数据支撑,同时为进一步开发茉莉花资源提供了一种新思路。

参考文献

- [1] Abbott A P, Capper G, Davies D L, et al. Novel solvent properties of choline chloride/urea mixtures [J]. Chemical Communications, 2003, 9(1): 70-71
- [2] Bajkacz S, Adamek J. Evaluation of new natural deep eutectic solvents for the extraction of isoflavones from soy products [J]. Talanta, 2017, 168(6): 3299-3335
- [3] Zhang Q H, Vigier K D, Royer S, et al. Deep eutectic solvents: syntheses, properties and applications [J]. Chemical Society Reviews, 2012, 41(21): 7108-7146
- [4] Yin X S, Zhong Z F, Chen G L, et al. Ultra-rapid, enhanced and eco-friendly extraction of four main flavonoids from the seeds of *Oroxylum indicum* by deep eutectic solvents combined with tissue-smashing extraction [J]. Food Chemistry, 2020, 319: 1-10
- [5] Li A, Chen M C, Zhang J, et al. Effective extraction of flavonoids from *Lycium barbarum* L. fruits by deep eutectic solvents-based ultrasound-assisted extraction [J]. Talanta, 2019, 23(1): 16-22
- [6] Chandran D, Khalid M, Walvekar R, et al. Deep eutectic solvents for extraction-desulphurization: a review [J]. Journal of Molecular Liquids, 2019, 275: 312-322
- [7] 张秀红,孙静超,李琪.响应面法优化茉莉花茶多糖提取工艺[J].基因组学与应用生物学,2010,29(3):603-608
ZHANG Xiu-hong, SUN Jing-chao, LI Qi. Optimization of the tea polysaccharides extraction technology by response surface analysis [J]. Genomics and Applied Biology, 2010, 29(3): 603-608
- [8] 林玲,王冰萍.正交设计优化茉莉花总黄酮超声提取工艺[J].海峡药学,2015,27(9):32-34
LIN Ling, WANG Bing-ping. Optimal extraction technology of total flavonoids in jasmine by orthogonal design [J]. Strait Pharmaceutical Journal, 2015, 27(9): 32-34
- [9] 张杨波,林海燕,李适,等.响应面法优化超临界 CO₂ 萃取茉莉花蕾精油及抗氧化活性的研究[J].天然产物研究与开发, 2019,31(7):1220-1229
ZHANG Yang-bo, LIN Hai-yan, LI Shi, et al. Optimization of supercritical CO₂ fluid extraction of essential oil from jasmine buds by response surface methodology and effect of antioxidant activity [J]. Natural Product Research and Development, 2019, 31(7): 1220-1229
- [10] Sommano S, Kerdongmee P, Chompoo M, et al. Fabrication and characteristics of phase control microwave power for jasmine volatile oil extraction [J]. Journal of Essential Oil Research, 2015, 27(4): 316-323
- [11] 李慧,蒋丹丹,Dos Santos Morgan,等.紫茉莉花提取物促进胶原蛋白功能化的功效研究[J].日用化学工业,2019,49(8): 526-530
LI Hui, JIANG Dan-dan, Dos Santos Morgan, et al. Efficacy evaluation of *Mirabilis jalapa* flower extract on promoting collagen functionalization [J]. China Surfactant Detergent & Cosmetics, 2019, 49(8): 526-530
- [12] 周文红,郭咪咪,毕艳红,等.大豆豆脐中异黄酮的提取工艺优化[J].现代食品科技,2020,36(2):218-223
ZHOU Wen-hong, GUO Mi-mi, BI Yan-hong, et al. Optimization of extraction technology of isoflavones from soybean umbilicus [J]. Modern Food Science and Technology, 2020, 36(2): 218-223
- [13] Wang G, Cui Q, Yin L J, et al. Negative pressure cavitation based ultrasound-assisted extraction of main flavonoids from *Flos Sophorae immaturus* and evaluation of its extraction kinetics [J]. Separation and Purification Technology, 2020, 244: 1-12
- [14] 王彦兵,王晓媛,肖兵,等.小粒咖啡果皮总黄酮提取工艺优化及其体外抗氧化活性分析[J].南方农业学报,2020,51(2): 385-393
WANG Yan-bing, WANG Xiao-yuan, XIAO Bing, et al. Optimization of extracting total flavonoids from *Coffea arabica* peel and its antioxidant activity *in vitro* [J]. Journal of Southern Agriculture, 2020, 51(2): 385-393
- [15] 段宙位,何艾,陈婷,等.忧通草茎中黄酮类化合物的提取工艺优化及比较[J].食品科技,2020,45(2):237-243
DUAN Zhou-wei, HE Ai, CHEN Ting, et al. Extraction and antioxidant activity of flavanoid from *Clinacanthus nutans* stem [J]. Food Science and Technology, 2020, 45(2): 237-243
- [16] Crawford D E, Wright L A, James S L, et al. Efficient continuous synthesis of high purity deep eutectic solvents by twin screw extrusion [J]. Chemical Communications, 2016, 52(22): 4215-4218
- [17] Hamed Y S, Abidin M, Akhtar H M S, et al. Extraction, purification by macrospores resin and *in vitro* antioxidant activity of flavonoids from *Moringa oliefera* leaves [J]. South African Journal of Botany, 2019, 124: 270-279
- [18] 高丹丹,郭鹏辉,祁高展,等.响应面法优化薄荷全草总黄酮的提取工艺[J].食品工业科技,2015,36(2):299-303,322
GAO Dan-dan, GUO Peng-hui, QI Gao-zhan, et al.

- Optimization of extraction technology of total flavonoids from *Mentha haplocalyx* by response surface methodology [J]. Science and Technology of Food Industry, 2015, 36(2): 299-303, 322
- [19] Niu Q, Gao Y M, Liu P H. Optimization of microwave-assisted extraction, antioxidant capacity, and characterization of total flavonoids from the leaves of *Alpinia oxyphylla* Miq. [J]. Preparative Biochemistry & Biotechnology, 2019, 50(1): 82-90
- [20] 贾学静,李乐,丁春邦,等.响应面法优化微波辅助提取成熟叶老鹳茶总黄酮及其抗氧化研究[J].林产化学与工业,2014, 34(3):85-91
- JIA Xue-jing, LI Le, DING Chun-bang, et al. Optimization of microwave-assisted extraction of total flavonoids from matured leaf hawk tea by response surface methodology and its antioxidant activity [J]. Chemistry and Industry of Forest Products, 2014, 34(3): 85-91
- [21] Pham D C, Nguyen H C, Nguyen T H L, et al. Optimization of ultrasound-assisted extraction of flavonoids from *Celastrus hindsii* leaves using response surface methodology and evaluation of their antioxidant and antitumor activities [J]. BioMed Research International, 2020, 2020: 1-9
- [22] 温馨,田甜,沈悦,等.超声波辅助提取变叶海棠中总黄酮工艺优化及抗氧化活性研究[J].天然产物研究与开发,2016, 28(3):452-456,461
- WEN Xin, TIAN Tian, SHEN Yue, et al. Optimization of ultrasonic-assisted extraction and antioxidant activity of flavonoids from *Malus toringoides* [J]. Natural Product Research and Development, 2016, 28(3): 452-456, 461
- [23] Yin X S, Zhang X Q, Li D Q. Simultaneous optimization of ultrasound-assisted extraction of antioxidants and tyrosinase inhibitory activities of *Semen oroxyli* flavonoids using response surface methodology [J]. Journal of Food Measurement and Characterization, 2020, 14(2): 694-707
- [24] Chen S S, Zeng Z, Hu N, et al. Simultaneous optimization of the ultrasound-assisted extraction for phenolic compounds content and antioxidant activity of *Lycium ruthenicum* Murr. fruit using response surface methodology [J]. Food Chemistry, 2018, 242: 1-5
- [25] 罗磊,张冰洁,朱文学,等.响应面法优化超声辅助提取金银花叶黄酮工艺及其抗氧化活性[J].食品科学,2016,37 (6):13-19
- LUO Lei, ZHANG Bing-jie, ZHU Wen-xue, et al. Ultrasonic-assisted extraction and antioxidation of flavonoids from *Lonicera japonica* Thunb. leaves: process optimization by response surface methodology and antioxidant activity evaluation [J]. Food Science, 2016, 37(6): 13-19
- [26] Contamine R F, Milhelm A M, Berlan J, et al. Power measurement in sonochemistry [J]. Ultrasonics Sonochemistry, 1995, 2(1): S43-S47
- [27] 王波,张晓艳,黄攀,等.响应面法优化马齿苋黄酮超声波提取工艺[J].江苏农业学报,2018,34(1):166-171
- WANG Bo, ZHANG Xiao-yan, HUANG Pan, et al. Optimization of ultrasonic wave extraction of flavonoid from *Portulaca oleracea* L. by response surface methodology [J]. Jiangsu Journal of Agricultural Sciences, 2018, 34(1): 166-171
- [28] 蔡邦宏,涂先科,莫乔斐,等.超声波辅助萃取柠檬皮渣中的总黄酮[J].化学研究与应用,2018,30(5):684-688
- CAI Bang-hong, TU Xian-ke, MO Qiao-fei, et al. Ultrasonic-assisted extraction of flavonoids from lemon peel [J]. Chemical of Research and Application, 2018, 30(5): 684-688
- [29] 陈冉,李德慧,阮桂发,等.基于绿色低共熔溶剂法高效提取鸡骨草中的黄酮和皂苷[J].天然产物研究与开发,2019,31 (9):1632-1640
- CHEN Ran, LI De-hui, RUAN Gui-fa, et al. Green and efficient extraction of flavonoids and saponins from *Abrus cantoniensis* Hance by deep eutectic solvents [J]. Natural Product Research and Development, 2019, 31(9): 1632-1640
- [30] Dai Y T, Witkamp G J, Verpoorte R, et al. Tailoring properties of natural deep eutectic solvents with water to facilitate their applications [J]. Food Chemistry, 2015, 187(15): 14-19
- [31] Zhong L J, Liu Y, Xiong B, et al. Optimization of ultrasound-assisted extraction of total flavonoids from *Dendranthema indicum* var. *aromaticum* by response surface methodology [J]. Journal of Analytical Methods in Chemistry, 2019, 2019: 1-10
- [32] 磨正遵,商飞飞,潘中田,等.响应面法优化超声波辅助提取广西大果山楂叶黄酮工艺[J].南方农业学报,2018,49(5): 986-992
- MO Zheng-zun, SHANG Fei-fei, PAN Zhong-tian, et al. Optimization of ultrasonic-assisted extraction of flavonoids from Guangxi big fruit hawthorn leaves by response surface methodology [J]. Journal of Southern Agriculture, 2018, 49(5): 986-992