

# Orthogonal Experiment of Cinnamaldehyde Extraction by Microwave Method

Junjun Zhang<sup>1,2</sup>, Yuting Bai<sup>1\*</sup>, Kaiyuan Shao<sup>2</sup>, Wenxiang Hu<sup>2,3\*</sup>

<sup>1</sup>School of Pharmacy, Hubei University of Science and Technology, Xianning Hubei

<sup>2</sup>Jingdong Xianghu Microwave Chemistry Union Laboratory, Beijing Excalibur Space Military Academy of Medical Sciences, Beijing

<sup>3</sup>Space Systems Division, Strategic Support Troops, Chinese People's Liberation Army, Beijing  
Email: \*baimin0628@163.com, \*huwx66@163.com

Received: Nov. 17<sup>th</sup>, 2018; accepted: Dec. 7<sup>th</sup>, 2018; published: Dec. 14<sup>th</sup>, 2018

## Abstract

In this paper, cinnamaldehyde was extracted from Cinnamon by microwave abstraction, and the content of cinnamaldehyde in the extract was determined by HPLC. The effects of ethanol concentration, reaction time and microwave power on the extraction were investigated by L<sub>9</sub>(3<sup>3</sup>) orthogonal test at 85°C. The optimum extraction process of cinnamaldehyde from *Cinnamomum cassia* under microwave irradiation was studied. The results showed that microwave irradiation had high efficiency for cinnamaldehyde extraction from *Cinnamomum cassia*. With this method, microwave power is the main factor, then the action time, and finally the concentration of ethanol. The optimum extraction technology is the extraction solvent is 95% ethanol, the microwave time is 40 min and the microwave power is 600 W.

## Keywords

Cinnamon, Cinnamaldehyde, Microwave Extraction, Orthogonal Test, HPLC

# 微波法提取肉桂醛的正交实验

张军军<sup>1,2</sup>, 白育庭<sup>1\*</sup>, 邵开元<sup>2</sup>, 胡文祥<sup>2,3\*</sup>

<sup>1</sup>湖北科技学院药学院, 湖北 咸宁

<sup>2</sup>北京神剑天军医学科学院京东祥鹤微波化学联合实验室, 北京

<sup>3</sup>中国人民解放军战略支援部队航天系统部, 北京

Email: \*baimin0628@163.com, \*huwx66@163.com

\*通讯作者。

## 摘要

本文采用微波提取法从肉桂中提取肉桂醛浸膏，并以HPLC法测定所得到的浸膏中肉桂醛含量。在微波处理保持85℃恒温基础上，通过L<sub>9</sub>(3<sup>3</sup>)正交试验，考察了乙醇浓度、作用时间、和微波功率三个因素对提取效果的影响。优选肉桂醛在微波作用条件下的最佳提取工艺，并考察提取肉桂醛的效果。研究结果表明，微波作用对于从肉桂中提取肉桂醛具有较高的效率。采用这种提取方法，微波功率为主要影响因素，然后是作用时间，最后是乙醇浓度。最佳的提取工艺是提取溶剂为95%乙醇、微波作用时间为40 min、微波功率为600 W。

## 关键词

肉桂，肉桂醛，微波提取，正交试验，HPLC

Copyright © 2018 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## 1. 引言

肉桂醛是国标(GB2076-2011)允许使用的食品香料，同时具有杀菌、消毒和防腐作用，特别是对真菌具有显著效果。此外，肉桂醛在抗溃疡、加强胃、肠道运动方面也具有一定的疗效，并且能够促进脂肪分解、促进脂肪合成和加强胰岛素替换葡萄糖的性能，对防治糖尿病、抗病毒等都具有一定的功效。同时，能够抵抗流感病毒、抑制肿瘤的发生和诱变，以及在抗辐射、扩张血管和降低血压等方面都具有一定的作用[1] [2] [3]。

肉桂醛，可从相关植物中提取，也可用人工合成。不管是植物提取，还是人工合成，所获得的产物都是反式结构，而目前常用的肉桂醛也是反式结构(见图1)。

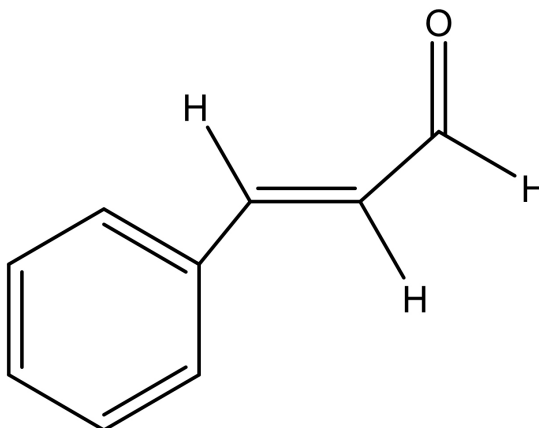


Figure 1. Molecular structure of cinnamaldehyde

图1. 肉桂醛的分子结构

陈鸿等使用索氏提取法提取了 5 种常见樟属植物的精油,发现从樟树、猴樟、大叶桂、阴香及肉桂这 5 种植物中提取肉桂醛,其平均出油率仅有 0.32% [4] [5] [6] [7]。目前植物精油的提取主要采用索氏提取法和超声波提取法,分离则采用水蒸气蒸馏分离法。

在参考文献[8] [9]的基础上,本实验使用 XH-300UL 电脑微波超声波紫外光组合催化合成仪,采用微波提取法从肉桂中分离提取肉桂醛。通过  $L_{16}(3^3)$  正交试验,优选肉桂醛的最佳提取工艺。

## 2. 微波提取肉桂醛实验

### 2.1. 实验材料

北京同仁堂购置的优质肉桂。

### 2.2. 主要实验仪器

XH-300UL 电脑微波超声波紫外光组合催化合成仪(北京祥鹤科技发展有限公司)、电子天平、固体粉碎机及实验玻璃仪器。

### 2.3. 主要化学试剂

95%乙醇、75%乙醇、55%乙醇、甲醇、乙腈、蒸馏水等,所用试剂均为分析纯(AR)。

## 3. 提取方法与结果

### 3.1. 生物材料的处理

取适量的肉桂,用固体粉碎机碾成粉末,分装于自封袋中备用。

### 3.2. 肉桂中肉桂醛提取的正交试验

#### 3.2.1. 实验步骤

本实验考察了提取溶剂乙醇的浓度(A)、反应时间(B)和微波功率(C)三个因素在三个水平上对肉桂中肉桂醛提取效果的影响。具体实验操作为:称取肉桂粉 50 g 于 500 ml 的异形三口瓶中,加入相应浓度的乙醇 200 ml,搅拌均匀后,然后在 XH-300UL 电脑微波超声波紫外光组合催化合成仪中反应,反应结束后,反应混合液过滤,除去滤渣。滤液除溶剂,得浸膏。然后用定量的色谱甲醇溶解,并用高效液相色谱分析(外标法)。

#### 3.2.2. 色谱条件

色谱分析柱:迪马 C18 (250 × 4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈-水,紫外检测波长:291 nm;流速:1 mL/min;柱温为 30℃,采集时间为 20 min。

#### 3.2.3. 标准样品

反式肉桂醛 CAS: 104-55-2,购于:北京北纳创联生物技术研究院。

#### 3.2.4. 标准曲线的制备

精密称取肉桂醛对照品 10 mg,加甲醇 100 ml 定容,制成 0.02 mg/ml 的对照品备用。精密量取对照品溶液 25 ml,用甲醇定容到 50 ml 得 1 号对照品,从 1 号对照品溶液中精密量取 25 ml,甲醇定容到 50 ml 得 2 号对照品;同理得 3、4、5 号对照品溶液。摇匀后分别进样 20 μl,按上述色谱条件,测定,以浓度为横坐 X,峰面积为纵坐标 Y 绘制标准曲线,得线性回归方程  $Y = 0.43007X$ ,相关系数  $R = 0.99668$  (n = 5)。标准曲线如图 2。

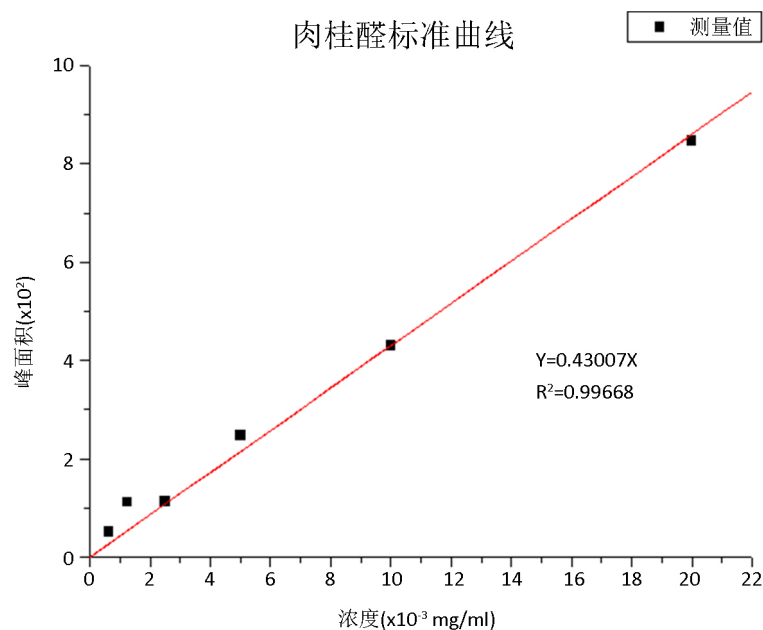


Figure 2. Standard curve of cinnamaldehyde

图 2. 肉桂醛标准曲线

### 3.2.5. 正交试验

按照正交表进行。因素水平表见表 1，正交试验结果表见表 2。

Table 1. Factors level for extraction of cinnamaldehyde from cinnamon

表 1. 肉桂中肉桂醛提取的因素水平表

水平	因素		
	A (%)	B (min)	C
1	95	40	600
2	75	30	450
3	55	20	300

Table 2. Orthogonal test results of cinnamaldehyde extracted from cinnamon

表 2. 肉桂中肉桂醛提取的正交试验结果

正交试验编号	因素			评价指标					
	A	B	C	浸膏重量(g)	浸膏得率(%)	浸膏得分	肉桂醛含量(%)	含量得分	总评分
1	1	1	1	8.62	17.24	27.51	0.3283	70.00	97.51
2	1	2	2	8.55	17.10	27.29	0.1278	27.25	54.54
3	1	3	3	9.01	18.02	28.76	0.0737	15.71	44.47
4	2	1	2	9.29	18.58	29.65	0.1215	25.91	55.56
5	2	2	3	9.4	18.80	30.00	0.0219	4.67	34.67
6	2	3	1	8.33	16.66	26.59	0.1244	26.52	53.11
7	3	1	3	7.06	14.12	22.53	0.1464	31.22	53.75
8	3	2	1	6.71	13.42	21.41	0.2270	48.40	69.82

Continued

9	3	3	2	5.5	11.00	17.55	0.1494	31.86	49.41
K1	65.51	68.94	73.48						
K2	47.78	53.01	53.17						
K3	57.66	48.99	44.30						
R	17.73	19.95	29.18						

注：上表中浸膏得分和含量得分都分别乘上 100。

以乙醇为提取溶剂，从肉桂中提取到的药液，用减压抽滤得到滤液，将滤液用旋转蒸发器回收溶剂，浓缩至适量的药液，倒入干燥至恒重的蒸发皿中，置水浴锅上除掉溶剂后，放冷，称量并记录数据。得到的每份浸膏重占每份原药材总重的百分率即为浸膏得率。公式为：浸膏得率 = (每份浸膏重/每份肉桂粉重) × 100%。

### 3.2.6. 肉桂中提取肉桂醛的评分

在从肉桂中提取肉桂醛的工艺优选中，对正交试验中的 2 个评价指标采用综合评分法进行数据分析。浸膏内除了含有肉桂醛外，还含有其它多种有一定药理作用的化学成分，但以肉桂醛的药效作用研究最为明确可靠。因此本实验设定肉桂的浸膏得率和肉桂醛含量 2 个评价指标，并评估了两个指标对于本文的重要性。拟设定它们的权重系数分别为 0.3 和 0.7。

得分 = [权系数 × 得率(含量)] ÷ 得率(含量)的最大值(上表中浸膏得率最大值 = 18.80%；含量最大值 = 0.3283%)

综合评分 = 浸膏得分 + 含量得分

极差 R 表明：实验影响因素 C > B > A，即：最大影响因素是微波功率，反应时间次之，乙醇浓度影响因素最小。

K 值表明：最优条件是 A1B1C1，即乙醇浓度 95%，反应时间 40 min，微波功率 600 W。

试验结果：由以上正交试验结果表可以得到影响肉桂醛提取得到浸膏和从肉桂中提取得到的肉桂醛含量的综合评分大小的因素间关系为：C > B > A，最优组合为：A1B1C1。由此可知，微波功率对肉桂醛提取评分的大小具有显著影响，其次是提取时间对提取结果的影响较大，提取溶剂乙醇浓度对提取评分的影响较小，用直观分析的方法根据影响的主次因素得出肉桂醛的最佳的提取工艺为：A1B1C1，为正交试验 1 号，即 95%乙醇为提取溶剂、提取时间为 40 min，提取功率为 600 W。

## 4. 讨论

肉桂提取物的浸膏中成分复杂，从高效液相色谱图看，至少有 20 多种成分，除了一些大分子化合物如蛋白质、糖等外，小分子化合物的主要成分是肉桂醛和肉桂酸。肉桂来源不同，其肉桂醛的含量差别较大。本文所采用的是北京同仁堂的肉桂。根据实验分析获得以下结果：

- 1) 本文所用的肉桂含量不低于在 0.3%。
- 2) 微波功率提取肉桂醛是非常有效的方法，且微波功率大小是影响提取产率最大的因素，提取时间次之，而乙醇浓度也有一定的影响但影响因素较小。
- 3) 根据现有实验设计的正交试验结果表明：95%乙醇为溶剂、时间为 40 min、微波功率为 600 W 时，达到最优的提取效果。但由于实验设计的原因，上述所谓最优的效果，仅是目前实验条件下的最优值，可以考虑加宽实验条件，特别是上限值域，如提高微波功率和增加提取时间，以求更加合理的最优实验条件。
- 4) 乙醇浓度和微波功率降低的情况下，杂质含量也随之增加。因此，提取肉桂醛需要保持较高的微波功率和 95%以上的乙醇浓度才能获得较高的肉桂醛得率。

## 参考文献

- [1] 北京师范大学生物系生物化学教研室. 基础生物化学实验[M]. 北京: 高等教育出版社, 1985.
- [2] Anastas, P.T. and Warner, J.C. (1998) *Green Chemistry: Theory and Practice*. Oxford University Press, Oxford.
- [3] 李艳, 戴芸. 综合性化学实验: 从肉桂皮中提取肉桂醛的研究[J]. 咸宁学院学报, 2010, 30(6): 87-88.
- [4] 陈鸿, 梁国平, 沈宏伟. 5种樟属植物叶片精油提取研究[J]. 宁夏农林科技, 2012(4): 79-81.
- [5] 田玉红, 李日南, 邹克兴. 蒸馏时间对肉桂油化学成分及加香效果的影响[J]. 北方园艺, 2011(5): 112-114.
- [6] 黎贵卿, 陆顺忠, 江燕. 不同生长阶段肉桂叶中油细胞的形态及精油成分[J]. 广西林业科学, 2016(1): 85-88.
- [7] 姚杭村, 崔飞鹤, 王娟. 超声波法辅助提取肉桂醛的工艺研究[J]. 食品研究与开发, 2018(10): 56-61.
- [8] 李景恩, 彭贵纯, 郑国栋. 正交试验优化平卧菊三七多糖的提取工艺[J]. 食品研究与开发, 2017, 38(5): 119-122.
- [9] 李碧渊, 吴鑫, 曹岗. 正交实验优选桂枝和肉桂配伍后挥发油的最佳提取工艺[J]. 中国中医药科技, 2015, 22(5): 520-521.

### 知网检索的两种方式:

1. 打开知网页面 <http://kns.cnki.net/kns/brief/result.aspx?dbPrefix=WWJD>  
下拉列表框选择: [ISSN], 输入期刊 ISSN: 2576-1110, 即可查询
2. 打开知网首页 <http://cnki.net/>  
左侧“国际文献总库”进入, 输入文章标题, 即可查询

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: [mc@hanspub.org](mailto:mc@hanspub.org)