

微波萃取实验室设备及其展望

李菊 王志祥* 乐龙 白石 万水昌
(中国药科大学制药工程教研室, 江苏南京 210009)

摘要

微波萃取是一种新型高效的提取分离技术, 可在化工、制药、食品等领域中得到广泛应用。现简要阐述微波萃取技术的基本原理及设备组成, 并着重介绍几种功能各异的微波萃取设备。

关键词

微波萃取; 设备; 现状; 展望

中图分类号: TQ051.8*3

文献标识码: A

文章编号: 1008-455X(2007) 03-0004-04

Equipment for Microwave Extraction Used in Laboratory and Prospects

Li Ju, Wang Zhixiang Le Long, Bai Shi Wan Shuichang
(China Pharmaceutical University Nanjing, 210009)

Abstract: Microwave extraction is a new and high efficient technique for extraction and separation, which is widely applicable in chemical, pharmaceutical and food industrial fields. In this article, the fundamental principles of microwave extraction technique and the equipment required were described, and several microwave extraction equipment with different functions were emphatically introduced.

Keywords: microwave extraction; equipment; current situation; prospect

微波萃取 (microwave-assisted extraction, 简称 MAE) 是指使用适合的溶剂在微波反应器中从天然药用植物、矿物或动物组织中提取各种有效成分的技术和方法。微波萃取作为一种新型高效的提取分离技术, 具有设备简单、适用范围广、萃取效率高、重现性好、污染小、节省时间和试剂等特点。微波萃取可广泛用于中草药^[1-5]和天然产物^[6]的提取, 此外在食品加工^[7-8]、临床^[9]及物质检测^[10]等领域中也可得到广泛应用。本文简要阐述了微波萃取技术的基本原理及设备组成, 着重介绍了几种功能各异的微波萃取设备。

1 微波萃取技术的基本原理及设备组成

1.1 微波萃取技术的基本原理

微波萃取是利用物质吸收微波能力的差异, 使基体物质的某些区域或萃取体系中的某些组分被选

择性加热, 从而使被萃取的物质从基体或体系中分离, 进入到介电常数较小, 吸收微波能力相对较差的萃取剂中。

微波萃取主要是利用微波强烈的热效应。在微波萃取过程中, 高频电磁波穿透萃取媒介, 到达被萃取物料的内部, 微波能迅速转化为热能而使细胞内部温度快速上升, 促使细胞破裂, 有效成分流出。此外, 微波产生的电磁场可加速被萃取组分向萃取溶剂界面扩散的速率。由于微波的频率与分子转动的频率相关, 当微波能作用于分子上时, 可促进分子活性部分(极性部分)更好地接触和反应, 同时迅速生成大量热能, 促使细胞分裂, 使细胞液溢出并扩散至溶剂中。

1.2 微波萃取设备的组成

微波萃取体系根据萃取罐的类型可分为密闭式微波萃取系统和敞开式微波萃取系统。微波萃取设备的主要部件是特殊制造的微波加热装置、萃取容器以及根据不同要求配备的控压控温装置。对于密闭式微波萃取系统, 至少应具有控压装置, 若有控温和挥发性溶剂监测附件则更好^[11]。

收稿日期: 2006-11-20

作者简介: 李菊(1982-), 女, 硕士研究生, 研究方向: 制药分离工程。

*通讯作者: 王志祥(1966-), 男, 中国药科大学教授, 博士, 博士生导师, 主要从事制药工程领域的教学和科研工作。

Tel: 13515121571 E-mail: chinawzx@sohu.com.

2 微波萃取设备

1968年,匈牙利学者 Ganzler^[12]首先提出利用微波进行萃取的方法。随着微波萃取技术在众多领域的广泛应用,其设备也不断得到改进和完善。目前用于微波萃取的微波系统具有较大的差异,从简单的家用电器微波炉和烧杯,或带有回流装置的改造型家用电器微波炉,到专门设计的具有温度、压力控制系统及回流装置的微波萃取系统。

2.1 家用电器微波炉加烧瓶或烧杯

将烧瓶或烧杯放入家用电器微波炉中进行微波萃取,这是初期微波萃取研究中的常用方法,通过调节脉冲间断时间的长短来调节微波的输出能量。这种微波萃取设备的突出优点是设备简单,成本低。其不足之处是萃取条件不容易控制,试剂挥发严重,操作比较繁琐并有发生危险的可能。由于经济原因,目前一些高校和研究院仍在采用这一简单设备进行微波萃取的研究。

2.2 装有回流装置的改造型家用电器微波萃取设备

装有回流装置的改造型家用电器微波萃取设备的萃取方法与常规电炉加热萃取方法基本相同。一般一次可萃取的样品量较大,试剂用量和样品将达到几百或上千克。为解决微波辐射穿透不足的问题,需要增加电磁或者机械搅拌部件。图1为常压下微波回流萃取装置的示意图。搅拌器使被萃取组分受热均匀,冷凝管减少了溶剂的挥发,溶剂的存在有利于吸收微波能,进行内部加热,有利于提高微波萃取的效果。通过对家用电器微波炉的改造,使微波提取的技术得到了改善,微波回流萃取设备也得到了进一步的改进。

2.3 专门的微波萃取设备

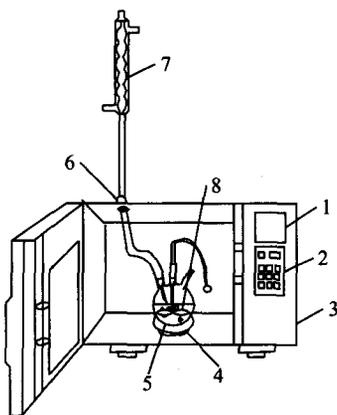


图1 常压下微波回流萃取装置

1—开关 2—控制面板 3—微波炉 4—泵瓶架
5—蒸馏瓶 6—铜管 7—冷凝管 8—搅拌器

近年来,微波萃取技术得到了广泛应用。与传统萃取技术相比,微波萃取仪器比较廉价,且适应面广,较少受被萃取物极性大小的影响。因此,微波萃取设备的改进及发展也越来越得到专业人士的认可和重视。

2.3.1 中药微波萃取装置

冯年生^[13]等设计了如图2所示的中药微波提取装置。该装置主要由浸泡装置、微波加热装置、固-液分离装置、絮凝沉淀装置和循环装置组成。将药材投入贮料罐中,加溶媒(水)浸泡 20~30 min,开启阀门和泵,控制流速,使药材随溶媒流经微波加热装置,同时调节三通阀,使药材溶液循环至贮料罐。根据提取情况可调节微波功率和辐照时间,待提取充分后,关闭微波加热装置,调节三通阀使溶液流经过滤装置过滤后至絮凝沉淀罐中沉淀、分离,得到最终提取液。

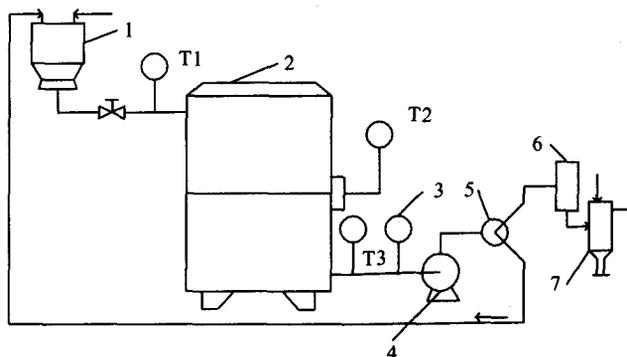


图2 中药微波萃取装置

1—贮料罐 2—微波加热装置 3—流量计 4—泵
5—三通阀 6—过滤装置 7—絮凝沉淀罐

该中药萃取系统设备简单,操作方便,提取效率高,微波泄漏少,并解决了微波萃取的连续性和均匀性问题,特别适合于中药复方包括饮片和颗粒的提取。目前该设备已成功用于中药复方双黄连的提取。

2.3.2 植物有效成分提取微波萃取装置

微波萃取具有萃取速度快、萃取效率高的特点,因此在植物有效成分的提取中具有广泛的应用前景。

由李晟^[14]设计的微波萃取装置是在微波炉腔体中央设置有反应罐,环微波炉外侧设置有散热器。这种罐式微波萃取装置仅适用于间歇生产,无法连续化。基于这种微波萃取装置,郭学益^[15]等设计出一种能够高效连续提取植物中有效成分的微波萃取装置,该装置主要由微波加热器、固液传输装置、散热器组成,其结构如图3所示。

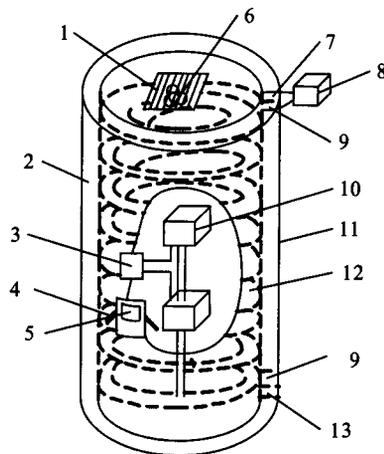


图3 植物有效成分提取微波装置

1—通风散热孔 2—炉体 3—继电器 4—温度计 5—温度数显装置
6—散热风扇 7—进料口 8—泵 9—微波防泄漏装置 10—微波发生器
11—防护罩 12—管道反应器 13—出料口

固液传输装置是设在炉体内靠近腔壁的弯曲环型管道反应器，它由聚四氟乙烯制成。炉体上部为进料口，炉体底部为出料口，固体物料由泵直接输入进料口。炉体腔中间设有若干个微波发生器，由散热风扇和通风散热孔构成的散热器设在微波发生器上端的炉体顶部，在进料口和出料口设有微波防泄漏装置。在弯曲环型管道反应器和炉腔内各设一个温度计，这两个温度计与炉腔内的继电器及炉腔外的温度数显装置组成数显温度控制装置，温度数显装置中的继电器控制微波发生器电源，可有效控制并恒定反应温度范围为 $0\sim 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。炉体外面设有金属防护罩。

使用时物料由泵直接打入弯曲环型管道反应器，然后通过微波反应装置完成萃取过程，萃取后的固液分离在出料后另外进行。物料在管道内的停留时间可通过调整管道长度或进出的速度来实现，产量的控制可通过增减管道反应器的条数或进出的流量来实现。

该设备设计简单，容易操作，整个过程是连续的，并能充分有效地利用微波能量，节约大量资源，可有效地用于工业化生产。该微波萃取装置已成功用于制药、饮料、食品及化工等行业。

2.3.3 循环微波萃取装置

中药提取过程是中药样品分析过程中最耗时的关键环节。因而探索快速简便、重现性好、易自动化的提取方法有着重要意义。孟庆华^[16]等设计了如图4所示的循环微波萃取装置，该装置是将实验室普通微波炉和蠕动泵等设备与PROG-110可编程微

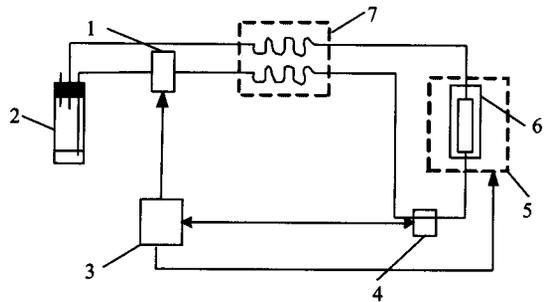


图4 循环微波萃取装置

1—蠕动泵 2—萃取液收集瓶 3—控制器 4—压力传感器
5—微波炉 6—萃取罐 7—水冷却装置

控制器连用，使整个萃取过程自动完成，并确保萃取过程高度可控和重现。该装置的特点是造价低廉，萃取过程快速、简便，适用于实验室分析样品的制备。

2.3.4 无溶剂微波萃取装置

无溶剂微波萃取装置在于给生物物质进行微波辐照而不用萃取溶剂，使该物质的细胞内含物质释放出来。P.门格尔^[17]等发明了如图5所示的无溶剂微波萃取装置，该装置由微波发生器、容器、搅拌器、恒温夹套、加热装置、减压装置、回收装置组成，其中回收装置是对萃取物的水蒸气进行冷冻的装置。

此外，无溶剂微波萃取装置在萃取过程中没有使用溶剂，因而解决了萃取物中溶剂残留的问题。目前该装置已成功用于萃取薄荷的香精油和鼠尾草的香精油。

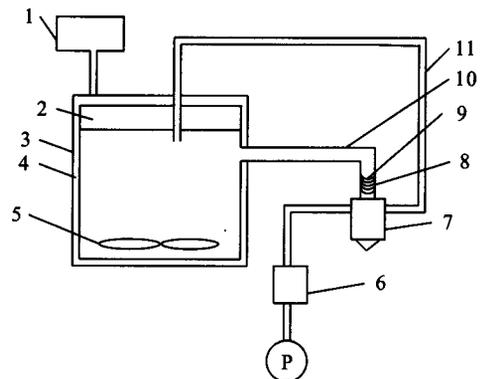


图5 无溶剂微波萃取装置

1—加热装置 2—微波发生器 3—容器 4—夹套 5—搅拌器
6—减压装置 7—倾析器 8—回收萃取产品装置
9—旋绕管 10、11—管道

2.3.5 动态微波萃取装置

动态微波萃取可进一步缩短萃取时间，提高萃取效率，具有索氏提取等提取方法所没有的优点。由Magnus Ericsson^[18]等设计组装了如图6所示的动态微波萃取装置。该装置采用默克公司的655A-12

溶剂输送系统, 伊莱克斯公司的 EMM 2361 微波炉, 欧陆公司的温度设定控制器(控制器上带有瑞典潘创尼克公司生产的 K 热电偶)。检测系统由岛津 RF-535 高效液相色谱仪荧光检测器、熔融二氧化硅限流器和记录仪组成。萃取罐由聚四氟乙烯材料做成, 其内体积为 8 ml, 用来安装用纤维素膜制成的索氏提取管。

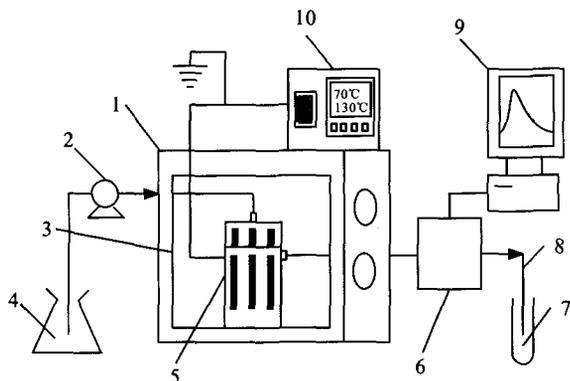


图6 动态微波萃取装置

1—微波炉 2—泵 3—萃取罐 4—溶剂 5—热电偶 6—荧光检测器
7—提取物 8—限流器 9—记录仪 10—温度控制器

工作时, 新鲜溶剂由泵连续输入到萃取罐中, 萃取罐中保持小余压使溶剂保持液体状态。提取过程由检测系统监控, 可对复合物进行选择提取。动态微波萃取装置不仅加快了萃取过程, 而且保证了被分析物的回收率, 在中药有效成分提取与分离方面有较大的发展潜力。

3 结束语

尽管微波萃取装置取得了很大发展, 并日趋完善, 但在实际应用中仍存在一些不足之处。

微波泄漏是微波装置普遍存在的问题, 尽管一些微波萃取装置加入了微波防泄漏装置, 但其普遍性和有效性还有待进一步改进和提高。

微波萃取装置虽因功能不同而异, 但目前大多仍处于实验室研究或中试阶段, 真正能用于工业生产中的甚少, 这在一定程度上阻碍了微波萃取技术在制药工业中的应用。因此研究开发工业规模的微波萃取装置是今后的一个重点。此外, 可将微波技术与其他技术如超声技术有效地结合起来, 以进一步提高微波萃取设备的功能, 也是今后的一个重点

研究方向。

参考文献:

- [1] 李作平, 张嫚丽, 詹文红. 微波萃取在中药有效成分提取中的应用[J]. 时珍国医国药, 2004, 15(1): 55-57.
- [2] 郭振库, 金钦汉, 范国强, 等. 黄芩中黄芩苷微波提取的实验研究[J]. 中草药, 2001, 32(11): 985-987.
- [3] 范志刚, 张玉萍, 孙燕, 等. 微波技术对麻黄中麻黄碱浸出量影响[J]. 中成药, 2000, 22(7): 520-521.
- [4] Pare, Jocelyn J R, Sigouin, et al. Microwave-assisted Natural Products Extraction[P]. US5002784A, 1991.
- [5] 郝金玉, 韩伟, 施超欧, 等. 黄花蒿中青蒿素的微波辅助提取[J]. 中国医药工业杂志, 2002, 33(8): 385-387.
- [6] 石国荣, 饶力群. 微波萃取技术在天然产物活性成分提取中的研究进展[J]. 化学与生物工程, 2003, (6): 4-6.
- [7] Kovacs, A. Microwave-Assisted Extraction of Free Amino Acids from Foods[J]. Food Research and Technology, 1998, 207(1): 26-30.
- [8] 陈猛. 微波法萃取辣椒中辣椒素的研究[J]. 食品科学, 1999, 20(10): 25-27.
- [9] Marlene Franke, Charles L. Winek, H.M. Kingston. Extraction of Selected Drugs from Serum Using Microwave Irradiation[J]. Forensic Science International, 1996, (81): 51-59.
- [10] M. Barriada-Pereira, E. Concha-Graña, M.J. González-Castro, et al. Microwave-assisted Extraction Versus Soxhlet Extraction in the Analysis of 21 Organochlorine Pesticides in Plants[J]. Journal of Chromatography A, 2003, (1008): 115-122.
- [11] 郭振库, 金钦汉. 微波萃取技术[J]. 分析科学学报, 2001, 17(6): 505-509.
- [12] Ganzler K, Szinai I, Salgo A. Effective Sample Preparation Method for Extracting Biologically Active Compounds from Different Matrices by a Microwave Technique[J]. Journal of Chromatography A, 1990, (520): 257-262.
- [13] 冯年生, 范广平, 陶建生, 等. 中药微波提取系统[P]. CN 1389193A, 2003.
- [14] 李晟. 微波萃取装置[P]. CN2628118Y, 2004.
- [15] 郭学益, 刘海涵, 徐刚, 等. 微波萃取装置[P]. CN2822737Y, 2006.
- [16] 孟庆华, 郑维法, 刘永锁, 等. 一种新型循环微波萃取装置及其应用[J]. 分析实验室, 2004, 23(1): 79-81.
- [17] P. 门格尔, B. 莫姆庞. 无溶剂微波萃取天然产品的方法和设备[P]. CN1125461A, 1996.
- [18] Magnus Ericsson, Anders Colmsjö. Dynamic Microwave-Assisted Extraction[J]. Journal of Chromatography A, 2000, (877): 141-151.