

响应曲面优化花生壳中木犀草素的提取工艺研究

丁佳, 曾珊, 潘浪胜*, 喻锋, 吴志民, 李勇飞, 刘跃进

(湘潭大学化工学院, 湖南湘潭 411105)

摘要:花生壳中木犀草素主要采用有机溶剂热回流提取, 该方法提取率低且污染环境。为解决这一问题, 提出了一种离子液体微波辅助提取花生壳中的木犀草素的新方法。以离子液体为提取溶剂, 与微波技术相结合辅助提取花生壳中木犀草素, 并用单因素实验和响应曲面设计对花生壳中木犀草素的提取工艺进行优化。结果表明, 14.60 mL 1.0 mol/L 的 [C₁₀mim]Br 溶液在提取温度为 85℃ 和提取时间为 12 min 的条件下对 1.0 g 的花生壳进行提取, 得到的木犀草素的实际提取率为 80.11%, 与响应曲面法拟合所得到的预测值 82.43% 符合良好。表明采用离子液体作提取溶剂, 在微波辅助的条件下对花生壳中的木犀草素进行提取具有快速高效、环境友好等特点, 为提取其他植物中的生物活性成分的研究提供新的思路。

关键词:响应曲面; 离子液体; 微波; 木犀草素

中图分类号: TQ041

文献标志码: A

文章编号: 0253-4320(2017)08-0121-06

DOI: 10.16606/j.cnki.issn 0253-4320.2017.08.028

Optimization of extraction technology of luteolin from peanut shells by response surface methodology

DING Jia, ZENG Shan, PAN Lang-sheng*, YU Feng, WU Zhi-min, LI Yong-fei, LIU Yue-jin

(Department of Chemical Engineering, Xiangtan University, Xiangtan 411005, China)

Abstract: The traditional extraction of luteolin from peanut shell mainly employs heat reflux extraction of organic solvent, which represents low extraction yield and heavy pollution. In order to solve the problems, a novel method of extracting luteolin from peanut shells is developed, which using ionic liquid as extractant, associated by microwave technology. The extraction conditions are optimized by response surface methodology and single factor experimental way. The results show the optimal conditions as follows: 14.60 mL of 1.0 mol·L⁻¹ [C₁₀mim]Br solution is used to extract luteolin from 1.0 g of peanut shells powder under the extraction temperature of 85℃ and extraction time of 12 min, thus the actual extraction yield of luteolin is 80.11% that is well correlated with the predicted values 82.43% by response surface methodology. The results indicate that the method using microwave-assisted ionic liquids to extract luteolin from peanut shells features fast, efficiency and environmental friendliness, which supplies a new idea for extracting bio active ingredients from other plants.

Key words: response surface methodology; ionic liquids; microwave; luteolin

花生是我国广泛种植的农作物, 每年约有数百万吨花生壳产生, 而这些花生壳资源利用率极低, 大多数被用来当作燃料和废弃物, 造成了极大地资源浪费。有研究报道^[1], 花生壳中含有具有药理活性的黄酮类化合物如木犀草素、圣草酚等, 其中木犀草素为主要的黄酮物质, 具有抗菌^[2]、抗炎^[3]、祛痰^[4]、抗病毒^[5]、降血压^[6]和降低血脂^[7]等作用。因此, 如何高效地提取花生壳中的木犀草素显得尤为重要。

花生壳中木犀草素的传统提取方法是有机溶剂回流提取法^[8-10], 然而该方法采用的甲醇、丙酮等有机溶剂属于易燃、易挥发、有毒的物质, 会造成环境污染, 因此, 选择一种绿色安全的提取溶剂势在必

行。离子液体是一种由阳离子和阴离子构成的无电中心分子, 在室温下呈液体状态的有机物^[11], 由于其具有绿色安全、热稳定性好、便于重复利用等优点, 被广泛应用于液-液萃取^[12]、固相微萃取^[13]、液相微萃取^[14]和其他两相萃取中^[15]。一些文献报道了离子液体与微波提取技术结合的提取方法^[16-17], 该方法能够快速、高效地提取目标产物, 具有十分广阔的应用前景。

笔者采用一种快速、高效和环境友好的基于离子液体微波辅助提取花生壳中提取木犀草素的方法, 并通过单因素实验和响应曲面设计考察了离子液体的种类、离子液体浓度、微波功率、液固比和提取时间对木犀草素提取率的影响。

收稿日期: 2017-01-17

基金项目: 湘潭大学大学生创新基金(2014xtxj35)

作者简介: 丁佳(1991-), 男, 硕士生, 主要从事天然黄酮类化合物的提取分离研究, 994775827@qq.com; 潘浪胜(1972-), 男, 博士, 副教授, 研究方向为天然黄酮类化合物的提取分离, 功能材料的制备等, 通讯联系人, panls97@126.com。

1 实验部分

1.1 材料与仪器

材料:花生壳,中国湖南生产;木犀草素,纯度为 98%,陕西慧科植物开发有限公司生产;离子液体,纯度为 99%,上海成捷化学有限公司生产;其他分析纯试剂均由国药集团化学试剂有限公司生产。

仪器和设备:WBFY-205 微波反应器,巩义市予华仪器有限责任公司生产;Agilent 1260 安捷伦液相色谱仪。

1.2 试验方法

1.2.1 木犀草素的测定

利用安捷伦 1260 Infinity 液相色谱仪对提取物中木犀草素的含量进行分析(安捷伦科技有限公司生产),Diamondsil C18 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm, Dikma 科技有限公司生产)。其中,流动相设定为甲醇-0.5%磷酸水溶液(体积比为 70:30),流速为 1 mL/min,柱温为 25℃,检测波长为 348 nm。根据标准品木犀草素浓度(x)与峰面积(y)的关系可以得到其标准曲线为: $y = 13\ 923x - 217.08$ ($R^2 = 0.9994$)。

1.2.2 离子液体微波辅助提取

将花生壳粉碎,过 40 目筛,收集。称取 1.000 g 花生壳粉末,置于圆底烧瓶中,再加入一定体积的离子液体水溶液,在微波反应器中反应。提取结束后,过滤,取适量提取液进行 HPLC 分析,并将剩余的提取液进行回收。在选定离子液体后,对提取时间(1~30 min)、离子液体的浓度(0.25~1.50 mol/L)、提取温度(35~90℃)和液固比(5~17.5:1 mL/g)进行单因素优化。而优化后的离子液体浓度、微波功率和提取时间通过响应曲面法进行进一步优化。并计算木犀草素的提取率:

$$y = [(C_L \times V_L) / m_s] / M_L \times 100$$

式中: y 为木犀草素的提取率,%; C_L 为提取液中木犀草素的质量浓度,mg/mL; V_L 为花生壳的提取液的体积,mL; m_s 为参与提取的花生壳样品的质量,g; M_L 为花生壳样品中木犀草素的质量分数,所选用的花生壳中木犀草素的质量分数为 0.306 2%。

2 结果与讨论

2.1 离子液体种类对木犀草素提取率的影响

用 0.5 mol/L 的 $[C_2mim]Br$ 、 $[C_4mim]Br$ 、 $[C_8mim]Br$ 、 $[C_{10}mim]Br$ 、 $[C_4mim]Cl$ 、 $[C_4mim]BF_4$ 六种离子液体溶液作提取溶剂,在提取温度为

60℃,液固比为 10:1 mL/g 和提取时间为 8 min 的条件下,考察不同种类的离子液体对木犀草素提取率的影响,结果如表 1 所示。

表 1 离子液体种类对木犀草素提取率的影响

离子液体种类	$[C_2mim]Br$	$[C_4mim]Br$	$[C_8mim]Br$
木犀草素提取率/%	0.97	6.88	27.79
离子液体种类	$[C_{10}mim]Br$	$[C_4mim]Cl$	$[C_4mim]BF_4$
木犀草素提取率/%	31.66	1.46	1.26

由表 1 可以看出, $[C_{10}mim]Br$ 具有最好的提取效果。因为从阴离子方面,3 种阳离子为 $[C_4mim]^+$ 的不同阴离子由于氢键碱性的不同,与木犀草素的酚羟基发生相互作用的能力强弱也有所不同^[18],在这 3 种离子液体中, Br^- 与木犀草素的酚羟基的相互作用强一些,特别是氢键、极性、 $\pi-\pi$ 、 $\pi-n$ 和离子/电荷-电荷作用,这就加大了木犀草素在离子液体水溶液中的溶解度,从而提高了提取率;从阳离子方面,4 种阴离子为 Br^- 的不同烷基链长的离子液体,由于 $[C_{10}mim]^+$ 具有较长的碳链,离子液体与木犀草素之间的范德华力较其他离子液体要强很多^[19],对木犀草素的强溶解能力也更好;此外,离子液体是由有机阳离子和无机或有机阴离子组成的极性物质^[20],能够有效地吸收微波能量,最终使得溶剂和样品迅速升温,加快反应,碳链越长,极性越强,这几个原因都能极大地提高花生壳中木犀草素的提取效率。因此,在本实验中选择 $[C_{10}mim]Br$ 。

2.2 提取时间对木犀草素提取率的影响

在 $[C_{10}mim]Br$ 的浓度为 0.5 mol/L,提取温度为 60℃ 和液固比 10:1 mL/g 时,提取时间对样品中木犀草素提取率的影响如图 1 所示。

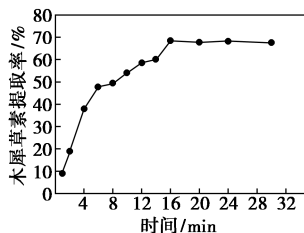


图 1 提取时间对木犀草素提取率的影响

木犀草素的提取过程中存在由内部扩散传质所控制的动力学过程。由图 1 可以看出,当提取时间小于 16 min 时,木犀草素的提取率随着提取时间的增大而增大;但当提取时间大于 16 min 后,木犀草素的提取率随着提取时间的增加基本无变化,样品中易被提取到的木犀草素基本提取完全,因此综合

考虑,选择 16 min 作为最佳的提取时间。

2.3 $[C_{10}mim]Br$ 浓度对木犀草素提取率的影响

在提取温度为 60℃,提取时间为 16 min 和液固比为 10:1 mL/g 的情况下, $[C_{10}mim]Br$ 浓度对木犀草素提取率的影响如图 2 所示。

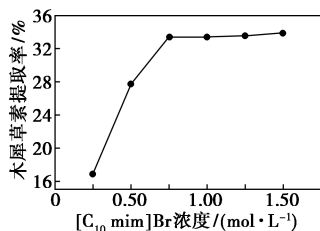


图 2 $[C_{10}mim]Br$ 浓度对木犀草素提取率的影响

从图 2 中可以看出,当 $[C_{10}mim]Br$ 浓度从 0.125 mol/L 增加到 0.75 mol/L 时,木犀草素的提取率从 8.53% 提高到 33.35%;但当 $[C_{10}mim]Br$ 浓度大于 0.75 mol/L 时,木犀草素提取率随着浓度的增加而基本保持不变。这是由于在低浓度范围内离子液体的溶解能力和提取能力随着浓度的增加而增大,对微波吸收和微波转换能力也在加强;但当 $[C_{10}mim]Br$ 的浓度达到一定值时,样品中易提取的木犀草素基本已被提取出来,增加 $[C_{10}mim]Br$ 的浓度难以提取出样品中难以被提取的木犀草素;此外,在样品基质和溶剂的提取体系中,木犀草素从花生壳中溶解出来以及其在离子液体中的扩散都存在这一定的动力学和热力学平衡过程。综合考虑木犀草素的提取效果,选择 0.75 mol/L 作为 $[C_{10}mim]Br$ 溶液的最佳提取浓度。

2.4 提取温度对木犀草素提取率的影响

在提取时间为 16 min, $[C_{10}mim]Br$ 浓度为 0.75 mol/L 和液固比 10:1 mL/g 的情况下,提取温度对木犀草素提取率的影响如图 3 所示。

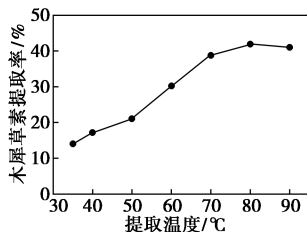


图 3 提取温度对木犀草素提取率的影响

从图 3 中可以看出,当提取温度从 35℃ 到 80℃ 时,木犀草素的提取率随着温度的升高而上升;但在 80℃ 之后,提取率反而有所下降。这是由于温度较低时,升温可以降低离子液体的黏度和提高扩散速率,使离子液体溶液能够将样品中的木犀草素提取

出来;但当提取温度达到 90℃ 时,木犀草素的提取率变化不大。因此综合考虑,选择 80℃ 作为微波辅助提取的最佳温度。

2.5 液固比对木犀草素提取率的影响

在提取时间为 16 min, $[C_{10}mim]Br$ 的浓度为 0.75 mol/L 和提取温度为 80℃ 时,液固比对提取率的影响如图 4 所示。

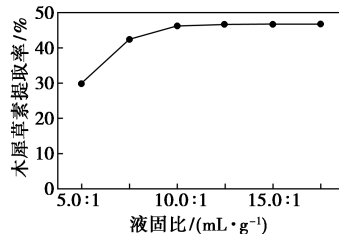


图 4 液固比对木犀草素提取率的影响

从图 4 中可以看出,当液固比小于 10:1 mL/g 时,木犀草素的提取率随液固比的增大而增大;当液固比大于 10:1 mL/g 时,木犀草素的提取率基本上无变化。这是由于当花生壳的量和离子液体的浓度不变时,提取溶剂体积的增加使得花生壳与 $[C_{10}mim]Br$ 接触越充分,因而提取率增大;而当花生壳样品一定时,即使增大提取体积的溶剂也难以将花生壳中不易提取出的木犀草素提取出来。因此,选择液固比为 10:1 mL/g 为最佳液固比。

2.6 基于 $[C_{10}mim]Br$ 的响应曲面优化

2.6.1 响应曲面设计

采用 Design-Expert V. 8.0.5b 中的中心组合设计 CCD 模块对 $[C_{10}mim]Br$ 浓度 (X_1)、提取温度 (X_2)、液固比 (X_3) 和提取时间 (X_4) 进行了四因素五水平的响应曲面分析,其响应面分析方案及实验结果如表 2 所示。

表 2 响应面分析方案及实验结果

序号	$[C_{10}mim]Br$ 的浓度 X_1 / (mol·L ⁻¹)	提取温度 X_2 / °C	液固比 X_3 / (mL·g ⁻¹)	提取时间 X_4 / min	木犀草素提取率 Y / %
1	0.75	80	10:1	16	56.97
2	0.50	85	12.5:1	12	49.35
3	1.00	85	7.5:1	20	58.69
4	0.50	75	12.5:1	12	45.12
5	0.75	70	10:1	16	43.65
6	0.75	90	10:1	16	67.33
7	0.75	80	10:1	16	58.25
8	0.75	80	15:1	16	58.48
9	0.50	75	7.5:1	12	30.39
10	0.50	85	12.5:1	20	61.14

续表

序号	[C ₁₀ mim]Br 的浓度 X ₁ / (mol·L ⁻¹)	提取温度 X ₂ / °C	液固比 X ₃ / (mL·g ⁻¹)	提取时间 X ₄ / min	木犀草素提取率 Y / %
11	0.75	80	10:1	16	54.98
12	1.00	85	12.5:1	20	76.99
13	0.75	80	10:1	16	55.67
14	1.00	75	12.5:1	12	46.79
15	0.50	75	12.5:1	20	44.79
16	1.25	80	10:1	16	64.14
17	1.00	75	12.5:1	20	48.67
18	1.00	75	12.5:1	20	62.16
19	0.50	85	7.5:1	20	43.33
20	0.75	80	10:1	16	65.95
21	0.50	85	7.5:1	12	42.92
22	0.75	80	10:1	16	68.31
23	1.00	85	7.5:1	12	61.99
24	1.00	75	7.5:1	12	53.79
25	0.75	80	10:1	24	70.74
26	0.50	75	7.5:1	20	47.38
27	0.75	80	10:1	8	60.58
28	0.75	80	5:1	16	20.89
29	1.00	85	12.5:1	12	83.19
30	0.25	80	10:1	16	53.37

表 3 回归模型方差分析

方差来源	平方和	自由度	均方	F	p>F	
Model	4881.00	14	348.64	181.78	<0.0001	显著
X ₁	1006.09	1	1006.09	524.58	<0.0001	
X ₂	961.02	1	961.02	501.08	<0.0001	
X ₃	1313.50	1	1313.50	684.86	<0.0001	
X ₄	130.34	1	130.34	67.96	<0.0001	
X ₁ X ₂	158.70	1	158.70	82.75	<0.0001	
X ₁ X ₃	11.58	1	11.58	6.04	0.0267	
X ₁ X ₄	42.61	1	42.61	22.22	0.0003	
X ₂ X ₃	95.60	1	95.60	49.85	<0.0001	
X ₂ X ₄	81.95	1	81.95	42.73	<0.0001	
X ₃ X ₄	0.17	1	0.17	0.089	0.7699	
X ₁ ²	0.59	1	0.59	0.31	0.5876	
X ₂ ²	32.46	1	32.46	16.92	0.0009	
X ₃ ²	919.22	1	919.22	479.29	<0.0001	
X ₄ ²	58.04	1	58.04	30.26	<0.0001	
剩余	28.77	15	1.92			
失拟	20.16	10	2.02	1.17	0.4570	不显著
纯误差	8.61	5	1.72			
总和	4909.77	29				

2.6.2 方差分析

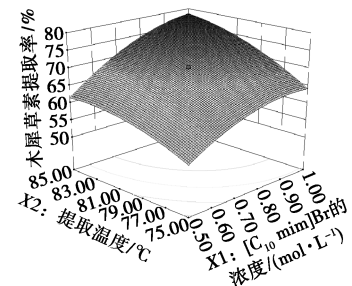
以木犀草素的提取率 Y 为响应值, [C₁₀mim] Br 浓度(X₁)、提取温度(X₂)、液固比(X₃)和提取时间(X₄)为因素,以 Design-Expert V. 8. 0. 5b 中的 CCD 对表 2 中的实验结果进行回归分析和方差分析。由表 2 可知,木犀草素的提取率从 20. 89% 提高到了 83. 19%。

响应曲面二次模型的方差分析结果如表 3 所示。从表 3 中可以看出,该回归模型的 F 值为 181. 78, p<0. 000 1, 表明该回归模型具有显著性。另外,方差分析得到失拟的 F 值为 1. 17, p 值为 0. 457 0>0. 05, 表明该模拟得到的拟合方程拟合性良好。模型预测的 R 值为 0. 973 8, 与实际调整后的 R 值 0. 988 7 基本一致, 说明该模型具有较高地可信度。由表 3 可以看出, X₁、X₂、X₃、X₁X₂、X₁X₃、X₁X₄、X₂X₃、X₂X₄、X₂²、X₃² 和 X₄² 均具有显著性, 其他因素不显著。对表 2 中的实验数据进行了回归拟合, 得到的实际变量的二阶回归方程为:

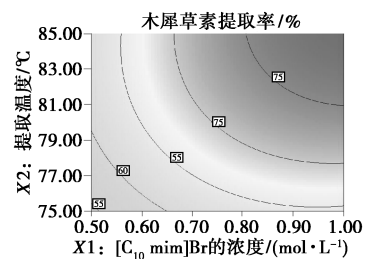
$$Y = -76.51 - 52.06X_1 + 1.85X_2 + 1.61X_3 + 3.38X_4 + 1.26X_1X_2 + 0.68X_1X_3 - 1.63X_1X_4 + 0.05X_2X_3 - 0.06X_2X_4 + 0.005X_3X_4 - 2.35X_1^2 - 0.01X_2^2 - 0.23X_3^2 + 0.091X_4^2$$

2.6.3 优化

响应曲面图和等高线图 中的 4 个独立变量对木犀草素提取率的响应情况以及任意两两因素之间的相互作用情况分析如图 5~图 10 所示。

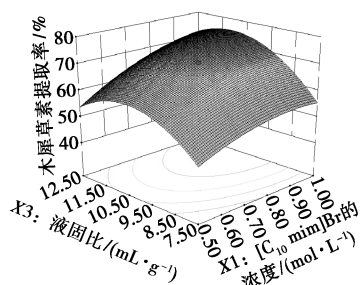


(a) 响应曲面图

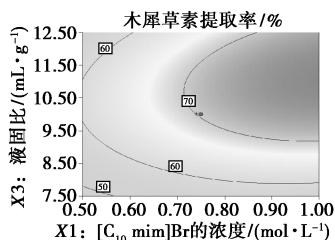


(b) 等高线图

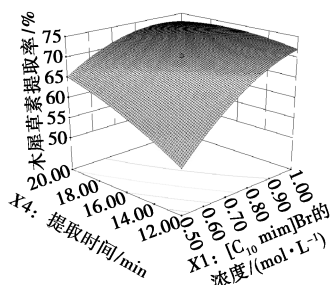
图 5 [C₁₀mim] Br 的浓度和提取温度对木犀草素提取率的响应曲面图和对应的等高线图



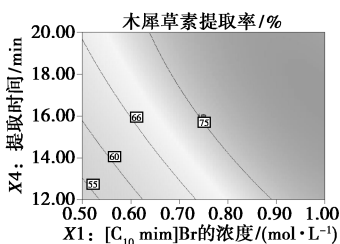
(a) 响应曲面图



(b) 等高线图

图6 [C₁₀mim]Br 的浓度和液固比对木犀草素提取率的响应曲面图和对应的等高线图

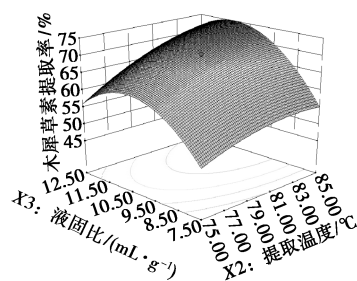
(a) 响应曲面图



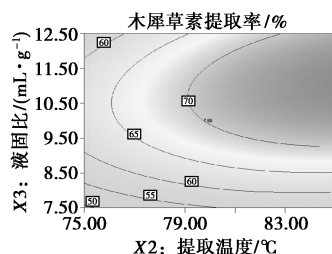
(b) 等高线图

图7 [C₁₀mim]Br 的浓度和提取时间对木犀草素提取率的响应曲面图和对应的等高线图

所有的响应曲面图均为开口向下的凸面,并在考察区域范围有中心点,表明在该范围内存在最大的木犀草素提取率的响应;而与响应曲面图对应的等高线的形状则能够反映各因素之间交互作用的大小,从图中可以看出,[C₁₀mim]Br 的浓度、提取温度和液固比对木犀草素的提取率影响显著。比较图5~图10可以看出,[C₁₀mim]Br 的浓度和液固比、提取温度和液固比、液固比和提取时间之间的相互影响比其他的更明显。对拟合的回归方程求导后得到离子液体微波辅助提取花生壳中木犀草素有最

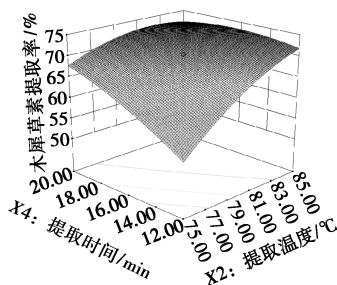


(a) 响应曲面图

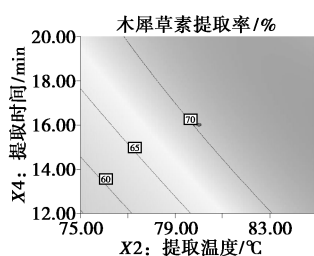


(b) 等高线图

图8 提取温度和液固比对木犀草素提取率的响应曲面图和对应的等高线图



(a) 响应曲面图



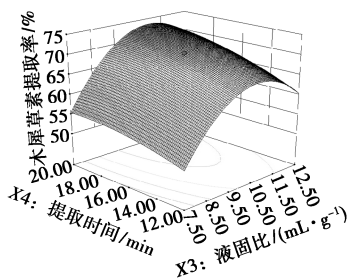
(b) 等高线图

图9 提取温度和提取时间对木犀草素提取率的响应曲面图和对应的等高线图

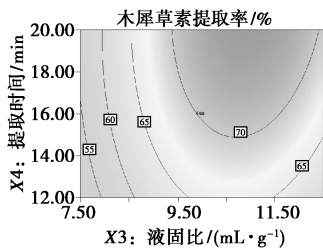
佳的提取条件为:[C₁₀mim]Br 的浓度为 1.00 mol/L,提取温度为 85℃,液固比为 14.58:1 mL/g 和提取时间为 12.00 min,在此条件下,花生壳中木犀草素的提取率为 82.43%。

2.6.4 验证实验

对上述响应曲面优化所得实验条件进行验证,即 14.50 mL 1.00 mol/L 的[C₁₀mim]Br 溶液在提取温度 85℃的条件下对 1.000 g 花生壳进行微波提取 12 min 后,得到花生壳中木犀草素提取率最高可达



(a) 响应曲面图



(b) 等高线图

图 10 液固比和提取时间对木犀草素提取率的响应曲面图和对应的等高线图

80.11%，与模型预测值 82.43% 相差不大。由此可见，基于离子液体微波辅助提取工艺参数的响应面法优化具有可行性。

3 结论

采用离子液体微波辅助提取花生壳中木犀草素提取工艺，以单因素实验和响应曲面实验对离子液体种类、离子液体浓度、提取温度、液固比和提取时间进行优化，其最佳提取工艺条件是： $[C_{10}mim]Br$ 溶液的浓度为 1.00 mol/L，提取温度为 85℃，液固比为 14.60:1 mL/g 和微波提取 12 min，在此条件下得到的木犀草素提取率为 80.11%，与 Design Expert V 8.0.5. b 软件模拟的预测值 82.43% 基本一致，采用响应面法优化该提取工艺具有可行性，表明离子液体作为绿色的提取溶剂对植物中的黄酮类化合物的提取是可行的。

参考文献

[1] Daigle D, Conkerton E, Sanders T, *et al.* Peanut hull flavonoids: Their relationship with peanut maturity[J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 1988, 36(6): 1179-1181.

[2] 林卓慧. 木犀草素抗菌活性研究[J]. *检验医学与临床*, 2009, 12: 1022-1025.

[3] 刘圆, 李园园, 冯婷婷, 等. 木犀草素镇痛抗炎作用的实验研究[J]. *齐齐哈尔医学院学报*, 2010, 15: 2368-2370.

[4] 赵健荣, 郭美仙, 刘晓波. 花生壳醇提取物镇咳、祛痰及平喘作用研究[J]. *中国民族民间医药*, 2014, 10: 11-12.

[5] 何丽娜, 何素冰, 杨军. 木犀草素体外抗柯萨奇 B-3 病毒的作用

[J]. *中国现代应用药学*, 2000, 5: 362-365.

[6] 吕立华, 吕林华, 张玉碧. 木犀草素对自发性高血压大鼠心肌组织的保护作用及 NF- κ B 表达的影响[J]. *时珍国医国药*, 2011, 7: 1645-1647.

[7] 闫庆峰, 杨达宽, 黄云超, 等. 木犀草素对高脂血症大鼠血脂的影响[J]. *昆明医学院学报*, 2007, 1: 23-26.

[8] Duh P D, Yeh D B, Yen G C. Extraction and identification of an antioxidative component from peanut hulls [J]. *Journal of the American Oil Chemists Society*, 1992, 69(8): 814-818.

[9] Yen G C, Duh P D. Antioxidative properties of methanolic extracts from peanut hulls[J]. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 1993, 70(4): 383-386.

[10] 汪海峰, 曹锡忠, 杨慧萍, 等. 花生壳甲醇提取物中木犀草素的分离与鉴定研究[J]. *中国粮油学报*, 1997, 3: 50-54.

[11] 蒋平平, 李晓婷, 冷炎, 等. 离子液体制备及其化工应用进展[J]. *化工进展*, 2014, 11: 2815-2828.

[12] Jiao T, Li C, Zhuang X, *et al.* The new liquid-liquid extraction method for separation of phenolic compounds from coal tar[J]. *Chemical Engineering Journal*, 2015, 266: 148-155.

[13] Cai M Q, Wei X Q, Du C H, *et al.* Novel amphiphilic polymeric ionic liquid-solid phase micro-extraction membrane for the preconcentration of aniline as degradation product of azo dye orange G under sonication by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Journal of Chromatography A*, 2014, 1349: 24-29.

[14] Ge D, Lee H K. Ionic liquid based dispersive liquid-liquid microextraction coupled with micro-solid phase extraction of antidepressant drugs from environmental water samples[J]. *Journal of Chromatography A*, 2013, 1317: 217-222.

[15] Pratiwi AI, Yokouchi T, Matsumoto M, *et al.* Extraction of succinic acid by aqueous two-phase system using alcohols/salts and ionic liquids/salts [J]. *Separation and Purification Technology*, 2015, 155: 127-132.

[16] 曹红, 段海燕, 李春, 等. 离子液体超声-微波协同提取洋葱精油[J]. *化工学报*, 2012, 3: 826-833.

[17] Bonny S, Paquin L, Carrie D, *et al.* Ionic liquids based microwave-assisted extraction of lichen compounds with quantitative spectrophotometry analysis [J]. *Analytica Chimica Acta*, 2011, 707(1/2): 69-75.

[18] Yang Q, Xing H, Su B, *et al.* The essential role of hydrogen-bonding interaction in the extractive separation of phenolic compounds by ionic liquid [J]. *AIChE Journal*, 2013, 59(5): 1657-1667.

[19] Huddleston J G, Visser A E, Reichert W M, *et al.* Characterization and comparison of hydrophilic and hydrophobic room temperature ionic liquids incorporating the imidazolium cation [J]. *Green Chemistry*, 2001, 3(4): 156-164.

[20] Wakai C, Oleinikova A, Ott M, *et al.* How polar are ionic liquids? Determination of the static dielectric constant of an imidazolium-based ionic liquid by microwave dielectric spectroscopy [J]. *The Journal of Physical Chemistry B*, 2005, 109(36): 17028-17030.

[21] Mai N L, Ahn K, Koo Y M. Methods for recovery of ionic liquids—a review [J]. *Process Biochemistry*, 2014, 49(5): 872-881. ■