

超声波辅助法提取玉竹多糖工艺优化研究

李素红¹, 王昭曦¹, 姜晓坤^{1,2}, 曾英男^{1,2}, 李凤林^{1,2*}

(1. 吉林农业科技学院食品工程学院, 吉林 吉林 132101; 2. 吉林省酿造技术科技创新中心, 吉林 吉林 132101)

摘要:为确定超声波辅助法提取玉竹多糖工艺条件,本研究通过单因素与正交试验设计对其进行优化。试验结果表明,玉竹多糖超声提取最佳工艺条件为液料比25:1(mL:g),超声时间12 min,超声温度55℃,在此条件下玉竹多糖提取率为9.08%。

关键词:超声波辅助;玉竹;多糖;工艺条件;优化

中图分类号:R284.2

文献标识码:A

文章编号:1003-8701(2018)03-0061-04

Ultrasonic-Assisted Extraction of Polysaccharide from *Polygonatum odoratum*

LI Suhong¹, WANG Zhaoxi¹, JIANG Xiaokun^{1,2}, ZENG Yingnan^{1,2}, LI Fenglin^{1,2*}

(1. Jilin Agricultural Science and Technology College, Jilin 132101; 2. Brewing Technology Innovation Center of Jilin Province, Jilin 132101, China)

Abstract:The objective of this study was to establish the conditions of ultrasonic assisted extraction of polysaccharides from *Polygonatum odoratum*. The optimum conditions were obtained by using single factor experiments and orthogonal experiment. The results showed that the optimum conditions of ultrasonic assisted extraction of polysaccharides from *Polygonatum odoratum* were as followings: liquid-solid ratio of 25:1, ultrasonic time of 12 min, and ultrasonic temperature of 55°C, while extraction yield of polysaccharides from *Polygonatum odoratum* was 9.08%.

Key words:Ultrasonic-assisted method; *Polygonatum odoratum*; Polysaccharides; Processing conditions; Optimization

玉竹(*Polygonatum odoratum* (Mill.) Druce), 别名葳参、黄芝、地节等。是百合科黄精属多年生草本植物,属药膳两用植物,以根茎入药,是我国常见的上品药材。《神农本草经》称其为萎蕤,列为上品,其味甘性微寒,质润,归经入肺,具有生津润燥,清热化痰,养血生肌,补益五脏,补中益气等功效^[1]。玉竹广泛分于我国各地,按其驯化程度可分为野生玉竹和栽培玉竹。分布在东北地区及内蒙古、河北等地的野生玉竹称为关玉竹,其根茎部分为细长,质地较硬。主产于江苏、安徽一带的野生品种称为江北玉竹;主产于湖南邵东、邵阳、耒阳等地的栽培品种称为湘玉竹;产于江苏海门南通等地区的栽培品种称为海门玉竹;

主产于广东连县等地的栽培品种称为西玉竹^[2]。现代化学成分分析证实,玉竹中含有多糖、果聚糖、生物碱、甾体、皂苷、黄酮类、挥发油等多种活性成分^[3]。药理学研究指出,玉竹及其提取物具有抗衰老、抗氧化、抗肿瘤、降血脂、降血糖,增强机体免疫功能、改善心血管疾病等药理作用^[4-6]。多糖是玉竹的一种主要活性成分,发挥着重要的生理功能^[7-8]。多糖的提取是其应用最重要的一步,如何简便、快捷、高效地提取多糖已成为当前研究的热点之一。目前,植物多糖的提取方法主要有水提法、超声波辅助法、微波辅助法、酶法、超滤膜法等,以上方法均有各自的优缺点。近年来,超声波辅助法越来越多地被用于植物多糖的提取,其操作简便、速度快、多糖提出率高、且很少破坏多糖的结构与活性^[9]。本研究采用超声波辅助法提取玉竹多糖,通过试验设计优化其提取工艺条件,以期对玉竹多糖的进一步开发利用提供技术借鉴。

收稿日期:2018-01-24

基金项目:吉林农业科技学院大学生科技创新项目(吉农院合字【2017】2017082号)

作者简介:李素红(1998-),女,在读本科,主要从事食品营养与应用研究。

通讯作者:李凤林,男,博士,教授,E-mail:568169115@qq.com

1 材料与方 法

1.1 材料与设备

1.1.1 原料与试剂

三年生玉竹,由本校基地提供;葡萄糖标准品购自大连美仑生物技术有限公司。

1.1.2 设备

KO5200B 超声波清洗器购自昆山舒美公司, I3 紫外可见分光光度计购自济南海能公司, RE-52CS 旋转蒸发器购自上海亚荣生化仪器厂, FDV 超细粉碎机购自常州市鹏栋干燥设备有限公司, BSA323S 电子分析天平购自德国赛多利斯公司。

1.2 方 法

1.2.1 玉竹多糖的超声波提取

将玉竹切片、烘箱烘干至恒重,然后用粉碎机破碎,过筛(60目)备用。称取样品粉末,加入蒸馏水,选择一定的超声时间、液料比、超声功率等因素在超声波清洗器中提取。提取完成后,过滤提取液,滤液用旋转蒸发器浓缩到合适的体积,然后以4:1(v/v)的比例加入95%乙醇沉淀(4℃, 24 h)、离心,由此产生的沉淀用75%乙醇反复洗涤2次,真空干燥获得粗多糖(Polysaccharide from *Polygonatum odoratum* (Mill.) Druce, PPD)。

1.2.2 玉竹多糖的测定

按参考文献[10]的方法,采用苯酚-硫酸法测定多糖含量,多糖提取率(E)按下述公式推算:

$$E(\%) = \frac{m}{M} \times 100\%$$

式中, E -玉竹多糖提取率(%); m -样品中多糖的含量(mg); M -玉竹样品质量(mg)。

1.2.3 试验设计

在超声功率(400W)固定条件下,分别设计不同试验因素(料液比、超声时间、超声温度)对玉竹多糖提取率的影响,在此基础上,采用正交试验优化提取工艺。

2 结果与分析

2.1 葡萄糖标准曲线及回归方程

采用苯酚-硫酸法,以葡萄糖为标准品,制得葡萄糖标准曲线(图1),回归方程为 $y=7.5211x-0.0069$, $R^2=0.9973$ 。

2.2 不同液料比对玉竹多糖提取率的影响

称取5.0 g干燥玉竹粉末,在其他提取及测定因素固定条件下(超声时间12 min,超声温度60℃,490 nm处测吸光度),分别按10:1、15:1、20:1、25:

1、30:1的液料比(mL:g)进行提取(图2)。由图2可以看出,随着液料比的增加,多糖提取率呈逐渐增加趋势,但在液料比超过25:1后,提取率增加缓慢。这可能是由于前期随着液料比的增加,萃取过程中两相浓度差增大,传质速率增大,溶剂中多糖含量不断增加。当液料比增大到一定程度时,虽然活性组分在两相中的浓度差仍然存在,但传质能力没有增加^[11],所以玉竹多糖提取率并没有增加多少。另外,当液料比过大时,杂质的洗脱量也会相应增加。因此,综合考虑选择液料比为25:1。

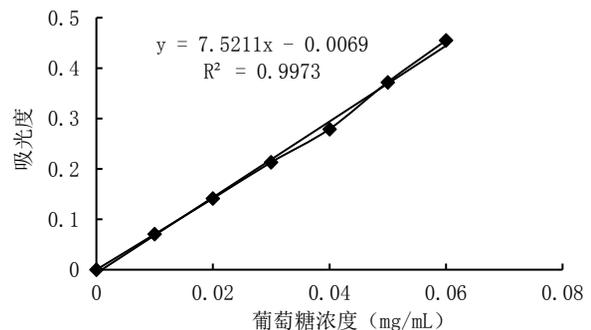


图1 葡萄糖标准曲线

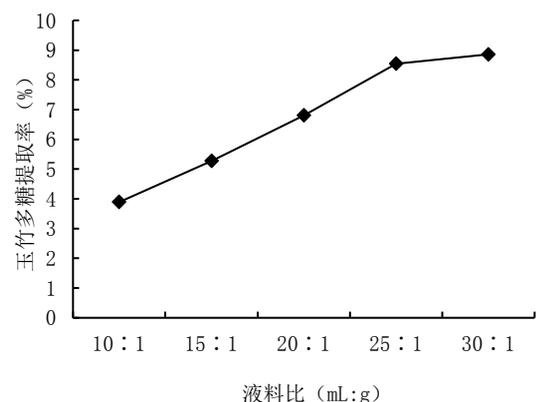


图2 不同液料比对玉竹多糖提取率的影响

2.3 不同超声时间对玉竹多糖提取率的影响

称取5.0 g干燥玉竹粉末,在其他提取及测定因素固定条件下(液料比20:1,超声温度60℃,490 nm处测吸光度),分别按4、8、12、16、20 min的超声时间进行提取(图3)。从图3中可以看出,随着超声波时间的延长,多糖提取率呈先上升后下降的趋势,12 min时达到最大值。分析其原因,可能是由于前期极性分子在超声波的作用下高频振荡,导致在细胞内外的通透性发生变化,促进多糖释放^[12];然而,如果超声处理时间太长,会造成多糖结构发生破坏,降低多糖提取率。因此,12 min超声时间是较适合的。

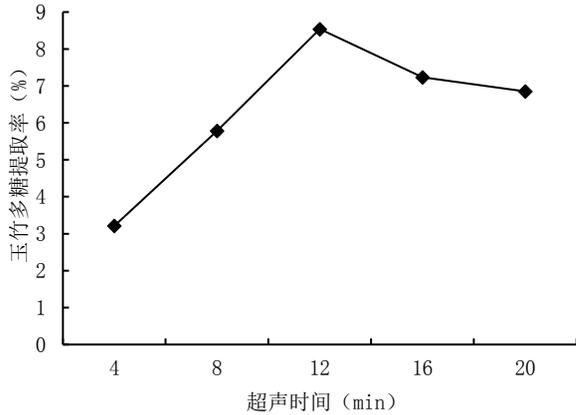


图3 不同超声时间对玉竹多糖提取率的影响

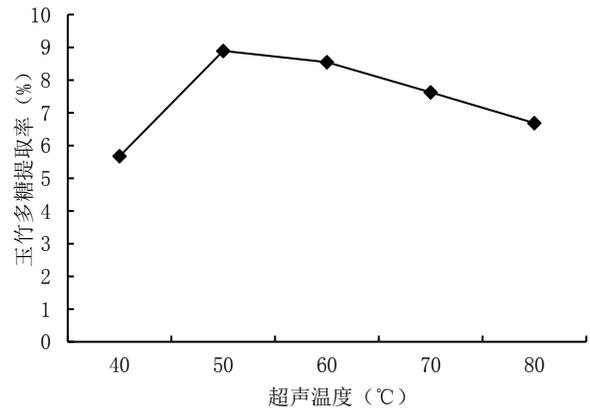


图4 不同超声温度对玉竹粗多糖提取率的影响

2.4 不同超声温度对玉竹多糖提取率的影响

称取 5.0 g 干燥玉竹粉末,在其他提取及测定因素固定条件下(液料比 20:1,超声时间 12 min, 490 nm 处测吸光度),分别按 40、50、60、70、80°C 的超声温度进行提取(图 4)。从图 4 中可以看出,随着温度的升高,玉竹多糖提取率呈先上升后下降的趋势;温度为 50°C 时达到最大值。分析其原因,可能是由于后期超声温度达到较高值时能与超声波的机械作用产生协同效应,进而破坏多糖的某些结构而降低提取率^[13]。因此,综合考虑选择超声温度为 50°C。

2.5 正交试验优化超声法提取玉竹多糖工艺

在单因素试验的基础上,选液料比(A)、超声时间(B)、超声温度(C)3个因素作为可考察因素进行正交试验,试验设计见表 1,结果见表 2。

表 1 超声法提取玉竹多糖正交试验设计表

因素	A 液料比(mL:g)	B 超声时间(min)	C 超声温度(°C)
1	22:1	10	45
2	25:1	12	50
3	28:1	14	55

表 2 超声法提取玉竹多糖正交试验结果

处理	A 液料比(mL:g)	B 超声时间(min)	C 超声温度(°C)	多糖提取率(%)
1	1	1	1	7.51
2	1	2	2	7.89
3	1	3	3	8.15
4	2	1	2	8.53
5	2	2	3	9.12
6	2	3	1	8.06
7	3	1	3	8.76
8	3	2	1	8.21
9	3	3	2	8.64
X ₁	7.850	8.267	7.927	
X ₂	8.570	8.407	8.353	
X ₃	8.537	8.283	8.677	
R	0.720	0.140	0.750	

由表 2 可以看出,影响玉竹多糖提取率的主次因素依次为 C>A>B,即超声温度影响最大,其次为液料比,而超声时间影响最小。理论上玉竹多糖最佳提取工艺为 A₂B₂C₃,即液料比 25:1,超声时间 12 min,超声温度 55°C,按此组合进行验证试验,获得玉竹多糖提取率为 9.08%,所以可认为此条件为最佳工艺条件。

3 结 论

试验结果表明,超声波辅助法提取玉竹多糖优化工艺参数为:液料比 25:1,超声时间 12 min,超声温度 55°C,此时玉竹多糖提取率为 9.08%。超声波辅助法提取玉竹多糖操作简便、提取率高、具有工业化应用前景。

参考文献:

- [1] 刘塔斯,杨先国,龚力民,等.药食两用中药玉竹的研究进展[J].中南药学,2008(2):216-219.
- [2] 田启建,刘 举.玉竹的栽培与加工技术[J].贵州农业科学,2005(5):96-97.
- [3] Hong Bai, Wei Li, Huanxin Zhao, et al. Isolation and structural elucidation of novel cholestane glycosides and spirostane saponins from *Polygonatum odoratum*[J]. Steroids, 2014, 80 (2): 7-14.
- [4] 王 艳,胡一鸿,陈秋志,等.玉竹糖蛋白分离纯化及其体外抗氧化能力[J].食品科学,2015,36(2):52-56.
- [5] 单 颖,潘兴瑜,姜 东,等.玉竹多糖抗衰老的实验观察[J].中国临床康复,2006(3):79-81.
- [6] Lei Wu, Tao Liu, Yan Xiao, et al. *Polygonatum odoratum* lectin induces apoptosis and autophagy by regulation of microRNA-1290 and microRNA-15a-3p in human lung adenocarcinoma A549 cells [J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2016, 85: 217-226.
- [7] 刘玉凤,李 霞,许丽丽,等.玉竹多糖含量测定及其生物活性研究[J].时珍国医国药,2015,26(11):2589-2591.
- [8] 张立新,庞 维,付京晶,等.玉竹对STZ诱导的1型糖尿病小鼠的降糖作用[J].中药药理与临床,2012,28(2):107-110.
- [9] 何金环,李凤玲.超声波辅助水浴法提取聚合草多糖的工艺研究[J].黑龙江畜牧兽医,2014(8):176-178.
- [10] 王 超,张曜武.苯酚-硫酸法的改进发展[J].天津化工,2011,25(6):16-18.
- [11] 高振鹏,袁亚宏,岳田利,等.超声波辅助提取双孢菇多糖的研究[J].西北农林科技大学学报(自然科学版),2012,40(7):215-220.
- [12] 魏 然,陈义伦,邹 辉,等.超声波提取条件对圆铃大枣多糖提取率的影响[J].食品与发酵工业,2013,39(11):253-257.
- [13] 孟利娜,许 静,南 楠,等.正交试验优化超声法提取北苍术多糖的工艺研究[J].现代药物与临床,2012,27(5):457-460.

(责任编辑:王 昱)