

周桃英,陈年友,陈中建,等. 超声波-微波协同法提取黄精多糖工艺研究[J]. 江苏农业科学,2013,41(6):231-233.

# 超声波-微波协同法提取黄精多糖工艺研究

周桃英<sup>1</sup>, 陈年友<sup>1,2</sup>, 陈中建<sup>3</sup>, 翟建武<sup>4</sup>, 喻春桂<sup>5</sup>

(1. 黄冈职业技术学院,湖北黄冈 438002; 2. 黄冈师范学院,湖北黄冈 438000; 3. 黄冈市农业广播电视学校,湖北黄冈 438000; 4. 湖北省罗田县农业局,湖北罗田 438600; 5. 湖北省黄冈市农产品质量安全检测中心; 湖北黄冈 438000)

**摘要:**采用超声-微波协同法提取黄精多糖,通过单因素试验及正交试验优化其提取工艺。结果表明,超声-微波协同法提取黄精多糖的最佳工艺条件为超声功率 50 W、超声频率 40 kHz、料液比为 1 g : 32 mL、微波功率 300 W、提取时间为 80 s;此时黄精多糖提取率实际值为 11.19%。

**关键词:**超声-微波协同法;黄精多糖;工艺优化;正交试验

**中图分类号:** R284.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2013)06-0231-02

黄精别称土灵芝、太阳草、鸡头参等,系百合科滇黄精 (*Polygonatum kingianum* Coll. et Hemsl.)、黄精 (*Polygonatum sibiricum* Red.) 或多花黄精 (*Polygonatum cyrtoneura* Hua.) 的干燥根茎<sup>[1]</sup>。黄精是我国传统中药,药用历史已有 2 000 多年,其性味甘、平,归脾、肺、肾经;具有补气养阴、健脾、润肺、益肾之功效,中医可用于治疗脾胃虚弱、体倦乏力、口干食少、肺虚燥咳、精血不足、内热消渴。有研究表明,黄精的主要活性成分是皂苷和多糖类,另外还含有黄酮类化合物、生物碱、强心苷、木脂素、维生素和氨基酸等化合物<sup>[2]</sup>。其中,黄精多糖具有增强免疫、延缓衰老、抗氧化、抗病毒、抗肿瘤、降血糖等作用<sup>[3-5]</sup>。传统的多糖提取方法主要有煎煮法、回流提取法、索氏提取法、浸渍法等,这些方法存在能耗大、费时长、提取率不高等缺点,且因提取温度较高,容易造成多糖降解。微波提取技术是利用微波能来提高提取率的一种新技术,与传统方法相比,微波提取具有选择性高、快速高效、溶剂消耗小、活性成分得率高、不产生噪音、适合热不稳定物质等优点<sup>[6]</sup>。超声波提取法利用超声波产生的强烈振动、高的加速度、强烈的空化效应、搅拌作用等,可加速植物材料中的有效成分进入溶剂,从而提高有效成分提取率,缩短提取时间,并且还可避免高温对提取成分的影响<sup>[7]</sup>。超声波-微波协同法提取是将超声波和微波 2 种技术有机结合起来,充分利用超声波振动的空穴作用及微波的高能作用,克服常规超声波和微波萃取之不足,具有速度快、能耗小、有利于极性和热不稳定性组分的萃取等优点<sup>[8]</sup>,但是到目前为止,尚未见其应用于提取黄精多糖的报道。本试验系统研究超声-微波协同法提取黄精多糖的工艺条件,利用正交试验优化提取工艺,以期黄精的综合开发利用提供有效的提取方法和科学依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

1.1.1 原料与试剂 黄精购于黄冈市当地药材市场,由黄冈

职业技术学院生物技术制药教研室鉴定为多花黄精 (*Polygonatum cyrtoneura* Hua.) ;葡萄糖标准品购自成都化学试剂厂;苯酚、浓硫酸等试剂均为国产分析纯。

1.1.2 仪器与设备 CW-2000 型超声-微波协同提取仪 (上海新拓微波溶样测试技术有限公司),UV-160A 紫外可见分光光度计 (日本岛津公司),RE52CS 真空旋转蒸发仪 (上海亚荣生化仪器厂),SHB-III 循环水式多用真空泵 (河南省郑州长城科工贸有限公司),中药万能粉碎机 (江苏省江阴市伟翔药化机械厂),sartorius BT125D 分析天平 (德国赛多利斯公司)。

### 1.2 方法

1.2.1 黄精多糖的提取 购买的黄精用粉碎机清洗、干燥后粉碎,过 40 目筛,用天平称重。取粉碎的黄精粉末 5 g,用 50 mL 石油醚回流脱脂 2 次,然后再用 50 mL 95% 乙醇回流提取 2 次,滤渣挥干后作为提取原料。将预处理后的黄精粉末按一定料液比加入水,置于超声-微波协同提取仪中,在固定超声功率 50 W、频率 40 kHz 条件下,按不同的微波功率与处理时间进行提取。提取结束后过滤提取液,用真空旋转蒸发仪将滤液浓缩到适当体积,取滤液,加 3 倍体积的 95% 乙醇沉淀,放置过夜,离心,所得沉淀分别用无水乙醇、丙酮、乙醚回流洗涤,得黄精多糖。所得多糖用 75% 乙醇重复洗涤 2 次后再用 60 ℃ 去离子水溶解,最后将样品提取液稀释到适当体积待测。

1.2.2 黄精多糖提取率的计算 总糖的测定采用蒽酮-硫酸法,还原糖含量的测定采用 DNS 法。黄精多糖提取率按下式计算:

$$A = \frac{T - R}{m} \times 100\%$$

式中:A 为多糖提取率(%);T 为样品中总糖含量(mg);R 为样品中还原糖含量(mg);m 为黄精粉末的质量(mg)。

### 1.3 试验设计

#### 1.3.1 单因素试验

1.3.1.1 料液比的选择 在固定超声功率 50 W、频率 40 kHz 条件下,选定微波功率 300 W、提取时间 90 s,然后分别按 1 : 10、1 : 20、1 : 30、1 : 40、1 : 50 (g : mL) 料液比提取黄精多糖,研究料液比对黄精多糖提取率的影响。

收稿日期:2012-12-01

基金项目:湖北省教育厅重大项目基金(编号:Z200727001)。

作者简介:周桃英(1971—),女,湖北武穴人,硕士,教授,主要从事食品科学的教学与研究。E-mail:zhoutaoying@163.com。

1.3.1.2 微波功率的选择 在固定超声功率 50 W、频率 40 kHz 条件下,选定料液比 1 g : 30 mL,提取时间 90 s,然后分别按 100、200、300、400、500 W 的微波功率提取黄精多糖,研究微波功率对黄精多糖提取率的影响。

1.3.1.3 提取时间的选择 在固定超声功率 50 W、频率 40 kHz 条件下,选定料液比 1 g : 30 mL、微波功率 300 W,然后分别按 30、60、90、120、150 s 的时间提取黄精多糖,研究提取时间对黄精多糖提取率的影响。

1.3.2 正交试验 在单因素试验的基础上,选料液比、微波功率、提取时间 3 个因素,在其他各项工艺条件都不变的情况下进行正交试验,以黄精多糖提取率为指标来优化超声-微波协同法提取工艺。

2 结果与分析

2.1 料液比对黄精多糖提取率的影响

由图 1 可知,多糖提取率随料液比的增大而增加,但当料液比超过 1 g : 30 mL 时提取率趋于平稳。这可能是因为前期溶剂用量越多,传质推动力越高,多糖的提取就越完全;但后期多糖基本达到溶解平衡,过高液料比对多糖提取率增加作用有限,反而会增加浓缩时间及提取费用。综合考虑,料液比 1 g : 30 mL 比较合适,这样既能保证一定的提取率,又能节省材料和降低能耗。

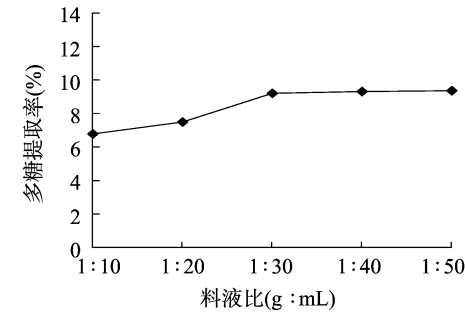


图1 料液比对黄精多糖提取率的影响

2.2 微波功率对黄精多糖提取率的影响

由图 2 可知,多糖提取率随微波功率的增加而增加,但当微波功率超过 300 W 时,提取率反而下降。这可能是因为前期在固定超声功率 50 W、频率 40 kHz 条件下能充分利用超声波振动的空穴作用,随着微波功率的增加,物质的加热程度也随之增加,微波的破壁效应加大,同时还能充分发挥微波和超声波的协同作用;但后期微波功率超过 300 W 以后,会造成多糖在较高温度下不稳定而分解,同时微波功率大时提取液黏稠度增加,过滤困难。因此微波功率 300 W 较适合。

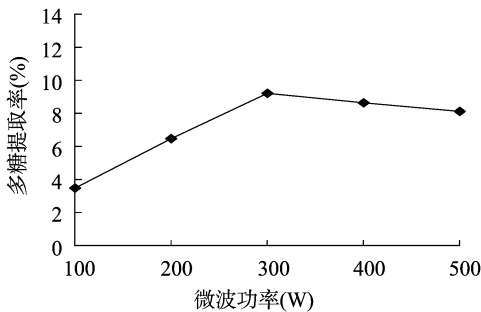


图2 微波功率对黄精多糖提取率的影响

2.3 提取时间对黄精多糖提取率的影响

由图 3 可知,多糖提取率随提取时间的延长而增加,但当提取时间超过 120 s 时提取率反而下降。这可能是因为前期细胞破裂的程度、加热程度均随提取时间延长而增加,从而使多糖提取率增加;但后期提取时间超过 120 s 以后,温度过高,会造成一部分多糖分解,因此提取时间 120 s 较适合。

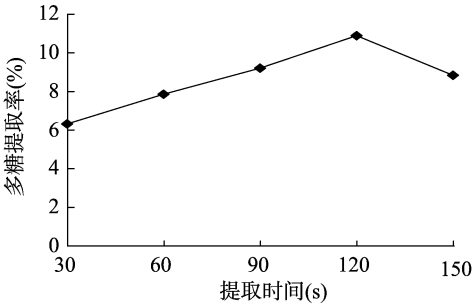


图3 提取时间对黄精多糖提取率的影响

2.3 正交试验结果

在单因素试验的基础上,选料液比、微波功率、提取时间等 3 个因素进行正交试验,试验设计见表 1,结果见表 2。由表 2 可知,影响黄精多糖提取率的主次因素排序为提取时间 > 料液比 > 微波功率。超声-微波协同法提取黄精多糖的最佳工艺为 A<sub>3</sub>B<sub>2</sub>C<sub>1</sub>,即在固定超声功率 50 W、频率 40 kHz 条件下,料液比为 1 g : 32 mL、微波功率为 300 W、提取时间为 80 s,此时黄精多糖提取率理论值为 11.13%;按此工艺条件进行验证,黄精多糖提取率实际值为 11.19%,两者近似,故该组合为超声-微波协同法提取黄精多糖的最佳提取工艺。

表 1 黄精多糖提取正交试验设计

水平	因素		
	A:料液比(g : mL)	B:微波功率(W)	C:提取时间(s)
1	1 : 28	280	80
2	1 : 30	300	90
3	1 : 32	320	100

表 2 黄精多糖提取正交试验结果

试验号	A:料液比	B:微波功率	C:提取时间	多糖提取率(%)
1	1	1	1	10.37
2	1	2	2	10.14
3	1	3	3	9.87
4	2	1	2	10.23
5	2	2	3	10.21
6	2	3	1	10.87
7	3	1	3	10.41
8	3	2	1	11.13
9	3	3	2	10.58
k <sub>1</sub>	10.127	10.337	10.790	
k <sub>2</sub>	10.437	10.493	10.317	
k <sub>3</sub>	10.707	10.440	10.163	
R	0.580	0.156	0.627	

3 结论

本研究采用单因素试验和正交试验对超声-微波协同法提取黄精多糖的工艺条件进行了优化。结果表明,超声-微

郑蔚然,胡 莉,袁玉伟,等. 蓝莓中花青素提取及检测技术的研究进展[J]. 江苏农业科学,2013,41(6):233-235.

# 蓝莓中花青素提取及检测技术的研究进展

郑蔚然<sup>1</sup>,胡 莉<sup>2</sup>,袁玉伟<sup>1</sup>,孙彩霞<sup>1</sup>,张志恒<sup>1</sup>

(1. 浙江省农业科学院农产品质量标准研究所/农业部农产品及转基因产品质量安全监督检验测试中心(杭州),浙江杭州 310021;

2. 四川省农业科学院分析测试中心,四川成都 610066)

**摘要:**蓝莓花青素性能优良,有着巨大的应用潜力。为了进一步开发利用蓝莓花青素,研究蓝莓中花青素的提取及检测技术具有十分重要的意义。本文综述了国内外相关的蓝莓花青素提取及检测技术研究进展。

**关键词:**蓝莓;花青素;提取;检测

**中图分类号:** TS202.3 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2013)06-0233-03

花青素是一类广泛存在于植物中的水溶性天然色素<sup>[1]</sup>,属酚类化合物中的类黄酮类物质,是 2-苯基苯并吡喃盐的多羟基衍生物,其主体为 2-苯基苯并阳离子;R1 和 R2 为 H、羟基或甲氧基,R3 为糖基或 H,R4 为羟基或糖基,其分子式主体结构如图 1 所示<sup>[2]</sup>。花青素作为一种天然着色剂,在食品、美容、医药等方面有着巨大的应用潜力;由于具有很强的抗氧化能力,花青素能有效地清除人体内的自由基,延缓衰老,提高人体免疫力,具有防癌抗癌功效<sup>[2-3]</sup>;同时花青素能保护血管,增强血管抵抗力,降低心血管疾病的发病率;花青

素还能降低糖尿病的发病危险及并发症的产生;此外花青素也可以通过血脑屏障,改善退行性老年痴呆<sup>[4]</sup>。

蓝莓是植物中花青素含量较高的一类品种,其花青素最高含量可达 4 200 mg/kg<sup>[5]</sup>,蓝莓中所含花青素是目前所有植物花青素中性能最优良、副作用最低的花青素品种之一<sup>[6]</sup>。为了进一步开发和有效利用蓝莓花青素,蓝莓中花青素提取及检测技术的研究具有十分重要的意义,本文综述了国内外相关技术的研究进展。

## 1 蓝莓中花青素的提取技术

### 1.1 有机溶剂萃取法

蓝莓中花青素的提取方法主要是有机溶剂萃取法,目前的研究较多地集中于不同萃取剂的提取效果及新型萃取纯化方法的应用。刘仁道等研究了不同有机提取溶液提取蓝莓中花青素的效果,5 种提取溶液的配制比例为(1)丙酮:水:甲酸=80 mL:20 mL:0.12 mL,(2)乙腈:乙酸=96 mL:4 mL,(3)乙醇:水:乙酸=80 mL:20 mL:1 mL,(4)甲醇:水:乙酸=85 mL:15 mL:0.5 mL,(5)含 0.1% 盐酸的甲醇;其步骤为:取 100 g 左右蓝莓材料并置于家用打浆机中粉碎 2 min,再用高速匀浆机于 15 000 r/min 条件处理 2 min 以破碎细胞结构;称取 1 g 破碎物于离心管中,加入 14 mL 提取液,振荡 20 min 后离心(20 000 g,10 min),上清液经 0.45 μm 滤膜过滤后用于花青素的测定;其中甲醇:水:乙酸=85 mL:15 mL:0.15 mL 溶液的提取效果最佳<sup>[7]</sup>。

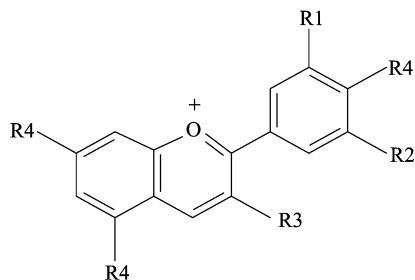


图1 花青素的主体结构分子式

收稿日期:2012-11-07

基金项目:2011 年农业行业标准制定项目(编号:农财发[2011]53);

2010 年农业行业标准制定项目(编号:农财发[2010]49)。

作者简介:郑蔚然(1983—),女,浙江乐清人,硕士研究生,助理研究员,主要从事农产品质量安全、风险评估、标准及法规研究。Tel:(0571)86419068;E-mail:rancki@163.com。

波协同法提取黄精多糖的最佳工艺条件为超声功率 50 W、超声频率 40 kHz、料液比 1 g:32 mL、微波功率 300 W、提取时间 80 s;按该工艺条件进行验证,黄精多糖提取率实际值为 11.19%。超声-微波协同法提取黄精多糖能充分利用超声波及微波的热效应、空穴作用、机械作用、高能作用等,提取方法简单、效率高,具有一定的实用价值。

## 参考文献:

- [1]陈克克,史 丽,李 莺,等. 黄精总黄酮和总酚的含量测定[J]. 陕西农业科学,2012(1):58-60.
- [2]石 林,蒙义文,李 伟. 黄精及黄精多糖的药理研究[J]. 天然产物研究与开发,1999,11(3):67-71.

- [3]杨胜坤. 黄精多糖对糖尿病大鼠血糖水平的影响[J]. 中国实验方剂学杂志,2011(16):297.
- [4]王玉勤,吴晓岚,张广新,等. 黄精多糖对大鼠抗氧化作用的实验研究[J]. 中国现代医生,2011,49(5):6,11.
- [5]晏为力,蒲 蕾,蒙义文. 两种黄精多糖衍生物的制备及其抗病毒活性比较研究[J]. 天然产物研究与开发,2000,12(5):60-65.
- [6]安卫征,王飞,赵晓华. 超声波法提取普洱茶多糖的工艺[J]. 食品研究与开发,2008,29(4):119-122.
- [7]许丽璇,李伟斌,蔡建秀. 川芎总黄酮提取优化及小鼠体外抗氧化作用[J]. 中国医院药学杂志,2010,30(18):1524-1528.
- [8]蒋永红,唐仕荣. 银杏渣中多糖的超声波-微波协同萃取及抗氧化性研究[J]. 食品工业科技,2009(7):244-246.