

超声波辅助法萃取马齿苋多糖的研究

余 蕾

(厦门海洋职业技术学院 福建 厦门 361000)

摘 要:为确定马齿苋多糖的最佳提取工艺,采用超声波辅助法提取马齿苋多糖,通过单因素实验与正交实验对其提取工艺进行优化。结果表明:超声波辅助法提取马齿苋多糖的最佳提取工艺为:超声波功率 130 W,提取时间 55 min,提取温度 75℃,液料比 45:1,多糖的平均得率为 13.28%。该方法的提取效果好,工艺简单可行,可为马齿苋多糖的工业化生产提供参考。

关键词:马齿苋多糖;超声波辅助法;正交实验

中图分类号:S 636.9 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2011)05-0036-03

马齿苋为马齿苋科 1 a 生草本植物,在国内各地均有分布,为药食两用植物。全草供药用,有清热利湿、解毒消肿、消炎、止渴、利尿作用,种子明目。有研究表明,马齿苋具有较强的药理作用,其乙醇提取物及水煎液对痢疾杆菌有显著的抑制作用;另外,马齿苋提取物对大肠杆菌、伤寒杆菌、金黄色葡萄球菌也均有抑制作用^[1]。多糖是马齿苋主要的生物活性物质,若能从马齿苋中提取马齿苋多糖并将其应用到保健医药行业,将能增加马齿苋产品的附加值。但目前马齿苋多糖的传统提取方法存在着得率低、损失较大、耗能较高等缺点^[2],因此开展高新提取技术的研究具有重要意义。

超声波具有“空化现象”、“机械振动”以及“热效应”等特性,“空化现象”可以产生瞬间几千帕压力,使提取介质中的微小气泡压缩、爆裂、破碎,加速目标提取物的溶解,“机械振动”和“热效应”则进一步强化了溶出成分的扩散,整个过程在瞬间完成,从而提高了破碎速度,缩短了破碎时间,极大地提高了提取效率,节约提取成本,提高产品质量,是当前浸出提取中最具前途的技术之一,已被广泛的应用到各种天然活性成分的提取中^[3-4]。该研究采用超声波辅助法提取马齿苋多糖,通过单因素实验与正交实验对其提取工艺进行优化,以期确定最佳工艺条件,为工业化大生产提供依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

马齿苋(2009年10月,在厦门市郊区田边采得);无

水乙醇、浓硫酸、葡萄糖、苯酚等,均为国产分析纯试剂。超声波细胞粉碎机(JY92-II型,宁波新芝生物科技股份有限公司);电热鼓风干燥箱(DHG-9240型,上海一恒科学仪器有限公司);离心机(PDL-16C型,上海安亭科学仪器有限公司);紫外可见分光光度计(754PC型,上海光谱仪器有限公司);电子天平(JA1203N型,上海精密科学仪器有限公司)。

1.2 马齿苋多糖的超声提取

将采得的新鲜马齿苋洗净,用干燥箱 50℃烘干,然后用粉碎机粉碎,过筛(40目),5倍石油醚回流脱脂2次,然后5倍95%乙醇回流提取2次,滤渣通风处晾干。加入若干倍蒸馏水,在超声波清洗槽中超声提取一定时间,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,取滤液在4℃下进行醇析、离心,所得沉淀用95%乙醇、无水乙醇、丙酮洗涤数次,真空干燥得马齿苋粗多糖。

1.3 多糖含量的测定

采用苯酚-硫酸法测定多糖含量。其原理是多糖类在硫酸作用下,先水解成单糖分子,并迅速脱水生成糖醛衍生物,然后与苯酚合成有色化合物,以比色法测定其含量^[5]。

1.3.1 标准曲线的制备 精确称取 105℃干燥至恒重的葡萄糖标准品 100 mg,置 100 mL 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,得浓度为 1.0 mg/mL 的标准葡萄糖溶液,精确量取标准溶液 0(空白)、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6、0.7 mL 分别置于具塞试管中,加水至 1.0 mL,分别加入 6%苯酚 0.5 mL、硫酸 5.0 mL 放置 10 min,摇匀,再静置 20 min,480 nm 波长下测定吸光度,以标准葡萄糖浓度作横坐标,以吸光值作纵坐标,用最小二乘法进行线性回归,得葡萄糖溶液浓度与吸光度值关系曲线的回归方程式。

1.3.2 样品多糖含量测定 吸取样品稀释液溶液 1 mL

作者简介:余蕾(1970),女,江西景德镇人,硕士,副教授,现从事食品科学的教学与研究工作。E-mail: coloso@sina.com。

收稿日期:2010-12-13

(0.2 mg/mL), 按上述步骤操作, 480 nm 波长下测定吸光度, 以标准曲线计算多糖含量。

1.3.3 提取率计算 多糖提取率(%) = 多糖含量 / 马齿苋干粉质量 × 100%。

2 结果与分析

2.1 标准曲线及回归方程

以葡萄糖为标准品, 按上述操作, 葡萄糖标准曲线见图 1, 求得回归方程: $A = 7.025C - 0.0049$, $R^2 = 0.9988$, 说明葡萄糖在规定范围内线性良好。其中, C 为葡萄糖溶液浓度 (mg/mL), A 为吸光度, 相关系数 R^2 为 0.9988, 表明在该浓度范围内线性良好。

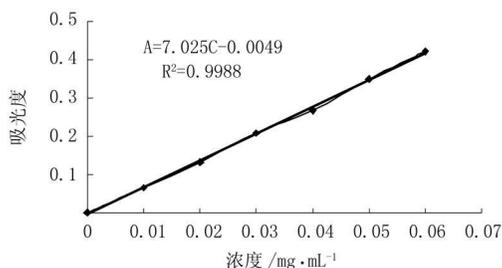


图 1 葡萄糖标准曲线

2.2 超声波功率对马齿苋多糖提取率的影响

在参考已知文献的基础上^[67], 设定提取时间 50 min, 提取温度 60 °C, 液料比 30 : 1 (mL/g), 不同超声波功率 (分别为 100、120、140、160、180 W) 对马齿苋多糖提取率的影响见图 2。由图 2 可看出, 超声波功率设定在 100~120 W 时, 随着功率的增大, 超声波对细胞壁的破碎作用增强, 马齿苋多糖溶出速率增大, 多糖提取率也逐渐增大; 在 120~180 W, 随着超声波功率的增大, 多糖提取率逐渐下降, 其主要原因为当超声波功率大于 120 W 时, 超声作用进一步加速了提取液的流动, 从而减少了物料在超声场中的停留时间, 破壁作用也就随之减弱^[9], 因此, 较适宜的超声波提取功率为 120 W。

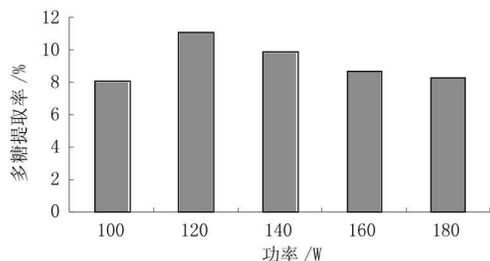


图 2 超声波功率对马齿苋多糖提取率的影响

2.3 提取时间对马齿苋多糖提取率的影响

设定超声波功率 120 W, 提取温度 60 °C, 液料比

30 : 1 (mL/g), 不同提取时间 (30、40、50、60、70 min) 对马齿苋多糖提取率的影响见图 3。由图 3 可知, 提取时间小于 50 min 时, 马齿苋多糖的提取率随着时间的延长明显增大, 表明随着浸提过程的进行, 马齿苋多糖逐渐溶入提取液, 多糖提取率增大; 当提取时间大于 50 min 时, 提取率有所下降, 这是因为超声波具有较强的机械剪切作用, 长时间的作用会使大分子的多糖断裂^[4], 从而在后处理的过程中, 损失增大而影响多糖的提取率, 因此提取时间 50 min 较宜。

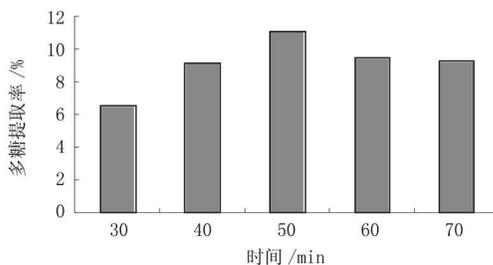


图 3 提取时间对马齿苋多糖提取率的影响

2.4 提取温度对马齿苋多糖提取率的影响

设定超声波功率为 120 W, 提取时间 50 min, 液料比为 30 : 1 (mL/g), 不同提取温度 (40、50、60、70、80 °C) 对马齿苋多糖提取率的影响见图 4。由图 4 可看出, 随着提取温度升高, 多糖提取率增加, 但在 70 °C 以上, 增长趋缓, 从 70~80 °C 多糖得率变化不大, 因此, 从多糖得率和能源耗费等方面平衡考虑, 提取温度以 70 °C 为宜。

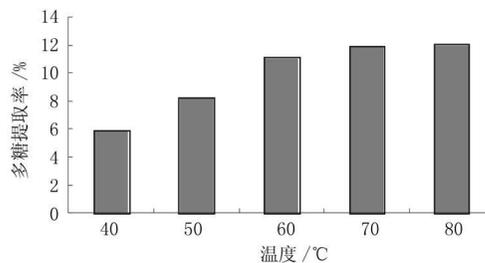


图 4 提取温度对马齿苋多糖提取率的影响

2.5 液料比对马齿苋多糖提取率的影响

设定超声波功率 120 W, 提取时间 50 min, 提取温度 70 °C, 不同液料比 (10 : 1, 20 : 1, 30 : 1, 40 : 1, 50 : 1) 对马齿苋多糖提取率的影响见图 5。由图 5 可知, 不同的液料比对马齿苋多糖的得率有显著影响, 当液料比小于 40 : 1 (mL/g) 时, 随着液料比的增大, 多糖提取率不断增大。液料比越大, 多糖提取率越大。其原因可能是提取液体积越大, 溶剂与浸提物的接触越充分, 能在相同时间内溶解出更多的水溶性多糖, 使得率增大^[6]。当液料比大于 40 : 1 (mL/g) 时, 趋于平缓, 说明多糖溶解基本饱和。如果液料比过小, 就没有足够的溶剂带出马

齿苋粉表面的多糖,从而使提取率降低;如果液料比过大,会消耗更多的能量和时间,同时也会增加超声波破碎细胞的阻力,使细胞破碎程度下降,从而降低有效成分的得率,因此,液料比为 40 : 1(mL/g)较适宜。

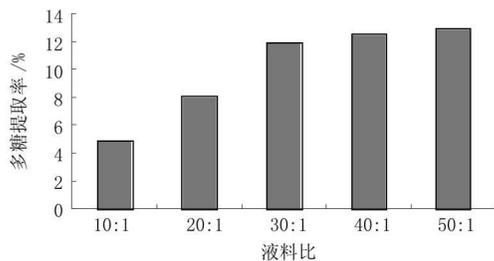


图5 液料比对马齿苋多糖提取率的影响

2.6 正交实验优化马齿苋多糖提取工艺

在单因素实验的基础上,选超声波功率、提取时间、提取温度、液料比等四因素,在其它各项工艺条件都不变的情况下,进行正交实验,以马齿苋多糖提取率为指标来优化提取工艺。正交实验设计见表1,结果见表2。由表2可看出,影响马齿苋多糖提取率的主次因素排序为:超声波功率>提取温度>液料比>提取时间。根据直观初步确定马齿苋多糖提取的最佳工艺为 A₃B₃C₃D₃,即超声波功率 130 W,提取时间 55 min,提取温度 75℃,液料比 45 : 1,但正交表中没有这项组合,故按这项组合重新进行了3次验证试验,结果马齿苋多糖的平均提取率达到 13.28%,高于上述正交实验表中的结果,提取比较完全,表明最佳提取工艺条件可行。

表1 马齿苋多糖提取正交实验设计

因素	A 超声波功率/W	B 提取时间/min	C 提取温度/℃	D 液料比/mL·g ⁻¹
1	110	45	65	35 : 1
2	120	50	70	40 : 1
3	130	55	75	45 : 1

表2 马齿苋多糖提取正交实验结果

试验号	A 超声波功率 /W	B 提取时间 /min	C 提取温度 /℃	D 液料比 /mL·g ⁻¹	多糖提取率 /%
1	1	1	1	1	11.47
2	1	2	2	2	11.86
3	1	3	3	3	12.06
4	2	1	2	3	12.67
5	2	2	3	1	12.58
6	2	3	1	2	12.31
7	3	1	3	2	13.24
8	3	2	1	3	12.87
9	3	3	2	1	13.16
X1	11.797	12.460	12.217	12.403	
X2	12.520	12.437	12.563	12.470	
X3	13.090	12.510	12.627	12.533	
R	1.293	0.073	0.410	0.130	

3 结论

该试验以多糖提取率为考察目标,在单因素实验的基础上采用正交实验确定了超声波辅助法提取马齿苋多糖的最佳工艺条件为:超声波功率 130 W,提取时间 55 min,提取温度 75℃,液料比 45 : 1,多糖的平均提取率为 13.28%。该试验方法简单,易行,可为马齿苋多糖的工业化生产提供参考。

参考文献

- [1] 崔旻,尹苗安,利国.马齿苋多糖的抗肿瘤活性[J].山东师范大学学报(自然科学版),2002,6(1):550-553.
- [2] 韩果萍,段玉峰,杨东艳,等.马齿苋的药理作用及营养保健作用[J].西北药学杂志,2003,43(2):453-468.
- [3] 王莉,刘志勇,鲁建江,等.超声波技术辅助测定马齿苋中总黄酮和多糖的含量[J].食品工业科技,2002,17(5):23-26.
- [4] 曹雁平,刘佐才.植物成分超声浸取研究现状[J].化工进展,2005,24(11):1249-1252.
- [5] 董群,郑丽,方积年.苯酚-硫酸法测定多糖和寡糖含量的研究[J].中国药学杂志,1996,31(9):346-349.
- [6] 王亚飞,毕红梅.超声波法提取马齿苋多糖的研究[J].内蒙古科技与经济,2004,11(14):124-125.
- [7] 周晶,刘景文,符敬伟,等.马齿苋中多糖的提取与含量测定[J].中草药,2001,6(2):55-57.

Ultrasonic Assisted Extraction of Polysaccharide from *Portulaca oleracea* L.

YU Lei

(Xiamen Ocean College, Xiamen, Fujian 361000)

Abstract: To determine the optimum extraction technology, ultrasonic assisted extraction of polysaccharide from *Portulaca oleracea* L. were studied, and optimized through single factor test and orthogonal test. The results showed that ultrasonic power 130 W, extraction time 55 min, extraction temperature 75℃, ratio of solvent to raw material 45 : 1, and the average extraction yield of polysaccharide was 13.28%. The extraction technology was effective and simpler, and it could provided a reference data for industrial production.

Key words: polysaccharide from *Portulaca oleracea* L.; ultrasonic assisted method; orthogonal test