

超声波法辅助提取榕须多糖研究

许丽丽, 陈娇莲

(韩山师范学院 化学系, 广东 潮州 521041)

摘要:采用超声波法从榕须中提取多糖,通过单因素试验和正交实验研究榕须多糖的最佳提取条件。结果表明:最佳条件为超声功率400 W、浸提时间15 min、料液比1:35、提取1次,此条件下榕须多糖得率为7.84 mg/g。此法操作便捷、得率较高而且条件温和。

关键词:榕须;多糖;超声波法;提取

中图分类号:S 687.1 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2012)21-0107-03

榕树(*Ficus microcarpa*)为桑科榕属无花果类植物,在我国广东、广西、福建等地广泛种植。榕须是榕树的气生根,又名半生吊、吊风根、榕树吊须等。干燥气根呈木质细条状,基部较粗末端渐细,多分枝,有时簇生6~7条支根;我国民间自古有以榕须入药的记载,入药以条细、红褐色者为佳,具有祛风湿、活血、止痛、清热、解毒和利尿等功效,还能用于治流感和百日咳^[1-2]。这与榕须中富含多糖和酚类等活性成分息息相关。

传统的植物多糖提取方法多采用热水浸提或碱提法,这些提取方法存在溶剂耗量大、提取周期长、温度高和提取效率低等缺点。而新兴的超声法辅助提取法不但能克服上述缺陷,还具有省时高效、防止多糖的降解及多糖活性的降低等优点;而且超声波法仪器简单、成本低、自动化程度高、有利于大规模工业生产^[3-4]。因此,近年来超声波技术在提取植物多糖方面得到不断推广,但目前采用超声波技术辅助提取榕须多糖的研究鲜见报道。该研究采用超声波辅助提取榕须多糖,有利于榕须的深度开发及应用,并为提高榕树的附加值提供参考。

1 材料与方法

1.1 试验材料

供试榕须采自潮州市滨江长廊的小叶榕,选择条细、红褐色者。葡萄糖、苯酚、浓硫酸、无水乙醇、95%乙醇、碳酸氢钠、石油醚等均为国产分析纯,蒸馏水。KQ-500DB型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司),722SP可见分光光度计(上海精密科学仪器有限公司),101A-1型电热鼓风干燥箱(上海实验仪器厂有限公司),800型离心沉淀器(上海手术器械厂)。

第一作者简介:许丽丽(1982-),女,广东汕头人,硕士,实验师,现主要从事分离科学与技术的科研和教学工作。E-mail:lilyncu@163.com。

收稿日期:2012-06-08

1.2 试验方法

1.2.1 工艺流程 榕须—洗净—干燥—粉碎—脱脂脱色—脱单糖和低聚糖—超声提取—过滤—滤液浓缩—醇沉—过滤—干燥—得榕须多糖粗品—溶解测定。

1.2.2 操作要点 榕须样品的预处理:将榕须洗净晾干后,放在60℃烘箱中烘干,粉碎,过100目筛,烘干备用。准确称取15 g榕须样品于索氏提取器中,经石油醚(60~90℃)回流脱脂脱色2次,1 h/次。再用80%乙醇回流提取2次,2 h/次,以除去单糖和低聚糖^[5-6],将其烘干备用。超声波提取:准确称量已处理好的榕须样品1.00 g。按一定比例加入蒸馏水(料液比),在合适功率(超声功率)下超声提取数分钟(浸提时间),浸提结束后趁热减压抽滤,收集滤液。浓缩、醇沉:将滤液浓缩至2~3 mL(原料重:浓缩液=1:2)。加入4倍体积的95%乙醇,充分搅拌,然后放入冰箱中静置2 h,在4 000 r/min转速下离心15 min,收集沉淀。洗涤:沉淀物用无水乙醇洗涤,如此重复数次,直到乙醇接近无色,得到的沉淀即为粗多糖。

1.2.3 榕须多糖含量的测定(苯酚-硫酸法) 标准曲线的绘制:准确量取葡萄糖储备液(2.0 g/L)0.25、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL于50 mL容量瓶中,定容,使其质量浓度分别为10、20、40、60、80、100 mg/L。取上述溶液各1 mL于10 mL刻度试管中,加入1 mL 5%苯酚溶液(除水重蒸)混合后,迅速加入5 mL浓硫酸,混合均匀,静置5 min后,沸水加热15 min,取出后自来水冷却10 min至室温,在490 nm处测吸光度。取1 mL蒸馏水,代替储备液做空白。以吸光度A为纵坐标,葡萄糖的浓度(mg/L)为横坐标,绘制标准曲线,得出回归方程^[7-8]。

榕须多糖含量测定:将制得粗多糖用蒸馏水溶解并定容到100 mL容量瓶中。精密吸取上述溶液1.0 mL,按照标准曲线绘制方法进行操作,根据回归方程求出含量。多糖含量W(mg/g)=V×C/M,其中:V为榕须多糖溶液的总体积(L),C为标准曲线上查得的葡萄糖浓度

(mg/L), M 为榕须样品重量(g)。

1.2.4 试验设计 榕须多糖提取的单因素试验:在保持其它条件相同的条件下,分别考察超声功率、超声时间、料液比以及提取次数对榕须多糖得率的影响。称取榕须样品每份 1.00 g, 在料液比 1:30, 超声时间 20 min, 超声功率分别为 200、250、300、350、400、450 W 的条件下提取 1 次, 研究超声功率对榕须多糖得率的影响。称取榕须样品每份 1.00 g, 在料液比 1:30、超声功率 400 W, 超声时间分别为 10、15、20、25、30 min 的条件下各浸提 1 次。称取榕须样品每份 1.00 g, 在超声功率 400 W, 超声时间 15 min, 料液比分别为 1:10、1:20、1:30、1:40、1:50 的条件下各浸提 1 次, 根据其多糖得率选择最佳料液比。称取榕须样品 1.00 g, 在超声功率 400 W、超声时间 15 min、料液比 1:30 的条件下, 研究提取次数对多糖得率的影响。正交实验设计:在单因素试验的基础上, 选择主要影响因素超声功率、超声时间、料液比进行正交实验, 因素水平设计见表 1。

表 1 正交实验因素水平

Table 1 Factors and levels of orthogonal test

水平	超声功率/W	超声时间/min	料液比/g·mL ⁻¹
1	350	12	1:25
2	400	15	1:30
3	450	18	1:35

2 结果与分析

2.1 葡萄糖标准曲线

葡萄糖标准曲线如图 1 所示, 同时得到回归方程: $y=0.0085x+0.0344$, 相关系数 $R^2=0.9993$, 即葡萄糖含量在 10~100 mg/L 范围内与吸光度呈现良好的线性关系。

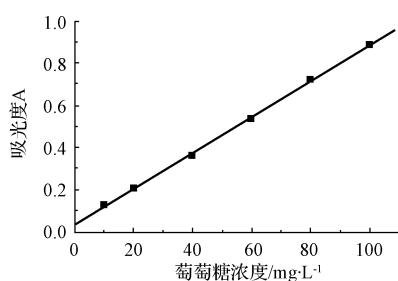


图 1 葡萄糖溶液标准曲线

Fig. 1 Standard curve of glucose solution

2.2 单因素试验

2.2.1 超声功率对榕须多糖得率的影响 由图 2 可知, 随着超声波功率的提高, 榕须中多糖的提取量也有所增加, 在超声功率为 400 W 时多糖提取量达到峰值, 此时再提高超声功率, 多糖的提取量反而降低。说明 400 W 的超声波功率比较合适, 若功率太低, 则多糖提取不完全; 反之超声波功率过大, 会破坏多糖的结构, 也不利于多糖的提取。

2.2.2 超声时间对榕须多糖得率的影响 由图 3 可知, 超声 15 min 时提取率最高, 此后随着超声时间的增加, 多糖含量逐渐下降。这可能是由于超声波具有较强的机械切割作用, 过长时间的作用会破坏多糖结构, 从而对多糖提取造成负面影响, 因此初步确定最佳超声时间为 15 min。

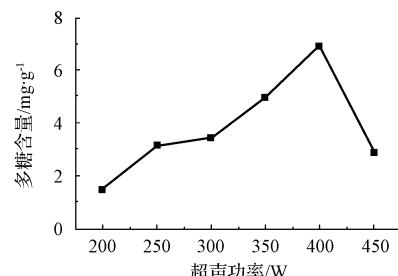


图 2 超声波功率对多糖含量的影响

Fig. 2 Effects of ultrasonic power on the content of polysaccharide

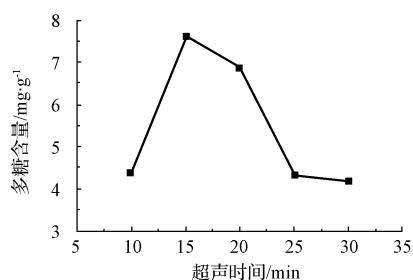


图 3 超声时间对多糖含量的影响

Fig. 3 Effects of ultrasonic extraction time on the content of polysaccharide

2.2.3 料液比对榕须多糖得率的影响 由图 4 可知, 当料液比从 1:10 上升到 1:30 时, 榕须多糖含量明显增大; 此后再增大料液比, 多糖含量增长不明显, 说明在 1:30 时就足以达到较为理想的提取效果。考虑到料液比较大时, 会增加实际操作中过滤和浓缩等操作的难度, 增加处理时间和成本。因此, 初步确定最佳料液比为 1:30。

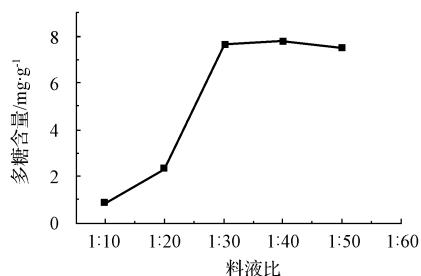


图 4 料液比对多糖含量的影响

Fig. 4 Effects of solid-liquid ratio on the content of polysaccharide

2.2.4 超声提取次数对榕须多糖得率的影响 由图 5 可知, 提取次数对多糖得率的影响较小, 假定 3 次提取

已经把多糖提取完全，则第1次已经提取出榕须多糖总量的96%。即提取1次，多糖已经能较充分的溶出。因此从经济角度考虑，采用1次浸提为宜。

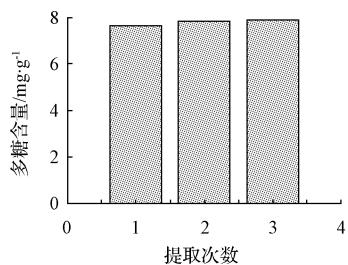


图5 提取次数对多糖含量的影响

Fig. 5 Effects of extraction times on the content of polysaccharide

2.3 正交实验设计

由表2、3可以看出，超声波功率、超声时间和液料比3个因素对多糖得率均有显著影响，其影响大小顺序分别依次为：超声功率>料液比>超声时间。根据正交实验结果，在试验范围内，确定榕须多糖提取工艺的最佳组合为A₂B₂C₃，即超声功率400 W，料液比1:35，超声时间为15 min。在该条件下，榕须多糖的提取率较高，1.00 g榕须样品能提取7.84 mg多糖。

表2 正交实验结果

Table 2 Results of orthogonal test

编号	因素				
	超声功率/W	超声时间/min	料液比/g·mL ⁻¹	空白	得率/mg·g ⁻¹
1	1	1	1	1	4.98
2	1	2	2	2	5.92
3	1	3	3	3	6.57
4	2	1	2	3	5.54
5	2	2	3	1	7.84
6	2	3	1	2	5.82
7	3	1	3	2	3.75
8	3	2	1	3	3.96
9	3	3	2	1	3.10
均值1	5.823	4.757	4.920	5.307	
均值2	6.400	5.907	4.853	5.163	
均值3	3.603	5.163	6.053	5.357	
极差	2.797	1.150	1.200	0.194	

表3 正交实验的方差分析

Table 3 Variance analysis of orthogonal test

因素	偏差平方和	自由度	F比	F _{0.05} 临界值	显著性
超声功率	13.082	2	218.033	19.000	*
超声时间	2.040	2	34.000	19.000	*
料液比	2.729	2	45.483	19.000	*
误差	0.06	2			

3 结论

该试验在单因素试验的基础上采用正交实验，考察了不同因素对超声波法提取榕须多糖的影响。结果表明，不同超声功率、超声时间和料液比都对多糖的得率有不同程度的影响。综合试验结果和提取过程中经济成本等因素，该试验确定了超声波提取榕须多糖的最佳工艺条件为：超声功率为400 W，超声时间15 min，料液比1:35。试验中选用水为溶剂，具有成本低、绿色环保等特点。另外，超声波提取一方面具有操作简单、提取时间短、提取率高等优点，适合榕须多糖的大规模开发；另一方面该法提取条件温和，能较好的保持多糖原有的结构，有利于榕须多糖的进一步纯化或进行功能活性研究。

参考文献

- [1] 钟小清,徐鸿华.榕属药用植物研究概况[J].中草药,2000,31(9):84-85.
- [2] 王湘敏,刘珂,许卉.榕须化学成分研究[J].中国中药杂志,2009,34(2):169-171.
- [3] 朱开梅,顾生玖,唐世锭,等.超声波法提取香蕉皮多糖的条件优化及其生物活性[J].安徽农业科学,2011,39(25):15779-15782,15803.
- [4] 赵纪锋,王海军,苏晶,等.中药多糖的提取分离工艺研究[J].重庆中草药研究,2007,6(1):29-32.
- [5] 张桂,赵国群.超声波萃取植物多糖的研究[J].食品科学,2005,26(9):302-305.
- [6] 李粉玲,蔡汉权,邱永革,等.白茅根中多糖的微波提取工艺研究[J].食品机械,2009,25(2):137-140.
- [7] 董群,郑丽伊,方积年.改良的苯酚-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):550-553.
- [8] 江岩,李斌,郭晓军.新疆黑桑椹多糖的提取和测定[J].食品科学,2008,29(8):224-226.

Ultrasonic-assisted Extraction of Polysaccharides from Aerial Roots of Banyan

XU Li-li, CHEN Jiao-lian

(Department of Chemistry, Hanshan Normal University, Chaozhou, Guangdong 521041)

Abstract: The ultrasonic method was used for the extraction of polysaccharides from aerial roots of Banyan, and the best extraction conditions of polysaccharide were studied by single factor experiments and orthogonal test. The results showed that the optimal conditions were ultrasonic power 400 W, extraction time 15 min, solid to liquid 1:35 and extraction times 1. Under these conditions the extraction rate of polysaccharide was 7.84 mg/g. This method was easy operation, high yield and under mild conditions.

Key words: aerial roots of banyan; polysaccharide; ultrasonic method; extraction