

DOI:10.11937/bfyy.201512032

超声波提取巴戟天多糖工艺的研究

尹 艳¹, 叶 琼², 吕镇城¹, 彭永宏^{1,2}

(1. 惠州学院 生命科学系, 广东 惠州 516007; 2. 华南师范大学 生命科学学院, 广东 广州 510631)

摘 要:以巴戟天为试材,通过正交实验方法,研究了不同液固比、超声时间和温度对巴戟天多糖提取效率的影响。结果表明:液固比、超声时间和温度3个因素在单因素试验条件下对巴戟天多糖的提取率都有影响。正交实验结果表明,温度是对巴戟天多糖提取率影响最大的因素,优化的最佳提取条件为:温度80℃,液固比为45:1 mL/mg,超声时间45 min。

关键词:巴戟天多糖;超声提取;正交实验

中图分类号:Q 947.8 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2015)12-0124-03

巴戟天是一种传统的滋补药材,2 000多年来,广泛地被用于天然营养食品和中药材中^[1-2]。巴戟天多糖具有多种生物活性,能够对骨质疏松起到保护作用^[3],对老年人骨退化有抑制作用,能够抗疲劳^[4],抗氧化^[5],降低血糖^[6],具有免疫调节^[7]等功能。

常用的巴戟天多糖提取方法为水提法^[8]。通常情况下,水提法耗时长。近年来,人们采用超声波技术,能够有效节约提取所用的时间。尹艳等^[9]研究表明超声提取水溶性大豆多糖,与单次热水浸提方法相比,提取

率高38.1%,而提取时间仅为单次热水浸提的七分之一。Tian等^[10]研究了超声波提取白蘑菇多糖,响应面法试验结果表明,在温度70℃,提取时间62 min,液固比为30:1 mL/g时,提取效率最高,为6.02%。Chen等^[11]使用超声波提取去脂红松仁中的水溶性多糖,正交实验结果表明,温度70℃,液固比为20:1 mL/mg,提取时间40 min,提取效率最高,提取率为3.65%。为了节省提取时间,提高提取效率,该试验采用超声波提取巴戟天多糖,并通过正交实验设计法优化最佳提取条件。

1 材料与方法

1.1 试验材料

巴戟天购于广州市天河区石牌康乐医药商店,60℃干燥至恒重,粉碎机磨成粉末,过40目筛,放入干燥箱备用。

UV-1206 分光光度计(日本岛津公司);HJ-1 磁力搅拌器(上海沪西仪器厂);风热式电热恒温干燥箱(广州东方电热干燥设备厂);FA1104 型电子天平(上海精密科学仪器有限公司)。

第一作者简介:尹艳(1982-),女,博士,实验师,现主要从事生物活性多糖等研究工作。E-mail:yinyanyan1982@163.com。

责任作者:彭永宏(1966-),男,博士,教授,现主要从事植物天然产物等研究工作。E-mail:pengyonghong@scnu.edu.cn。

基金项目:广东省重大科技专项资助项目(2011A080801020);广东省农业技术推广专项资助项目(201201162);惠州学院博士启动资助项目(C513.0204);惠州学院科研资助项目(2012QN08);惠州市科技计划资助项目(2012-25);惠州市科技计划资助项目(2013W11);永州市科技计划资助项目(永财企指[2013]3号)。

收稿日期:2015-02-26

Abstract: Taking 'Fuji' apple as test materials, the aroma composition in 'Fuji' apples with 1-MCP at different treatment times under ambient temperature was detected by electronic nose. Dynamic aroma sampling was achieved by electronic nose and response values of the instrument were obtained. It was followed by data analysis using principal component analysis (PCA) and linear discrimination analysis (LDA). The results showed that the use of PCA was able to discriminate apples on 1-MCP treatment group and control group at the same shelf life after cold storage, but distinguishing effect of apples between different treatment groups of 1-MCP was undesirability. The use of LDA was able to exactly discriminate apples among all treatment groups at the same shelf life after cold storage. Loading analysis indicated that sensors of 2, 6, 7, 8 and 9 played important roles in apples with 1-MCP at different treatment time under ambient temperature. Therefore, discriminant of apples with 1-MCP at different treatment time under ambient temperature by electronic nose was possible, and LDA was better than PCA.

Keywords: apple; electronic nose; discriminant analysis; 1-methylcyclopropene; treatment time

1.2 试验方法

1.2.1 预处理 取巴戟天干燥粉末 50 g, 加入石油醚 500 mL, 索氏提取器, 80℃ 回流 1 h, 脱酯, 抽滤得滤渣。滤渣挥干溶媒, 加 500 mL 80% 乙醇 80℃ 回流提取 1 h, 趁热抽滤, 重复 1 次。滤渣挥干溶媒。将滤渣烘干保存, 作为多糖成分提取的材料。

1.2.2 单因素试验 液固比对巴戟天粗多糖得率的影响试验: 温度 80℃, 超声提取 45 min, 液固比分别为 15:1、20:1、25:1、30:1、35:1、40:1、45:1 mL/mg, 研究其对巴戟天多糖提取率的影响。超声时间巴戟天多糖得率的影响试验: 液固比为 40:1 mL/mg, 温度 80℃, 超声时间分别为 30、40、45、50、55、60 min, 研究其对巴戟天多糖提取率的影响。浸提温度对巴戟天多糖得率的影响试验: 液固比为 40:1 mL/mg, 超声提取 45 min, 温度分别为 60、70、80、90、100℃, 研究其对巴戟天多糖提取率的影响。

1.2.3 正交实验 在单因素试验的基础上, 为了优化巴戟天多糖的提取工艺, 选取温度、时间、液固比 3 个因素进行正交实验, 选用 $L_9(3^4)$ 正交设计, 研究巴戟天多糖的最佳提取工艺。

1.2.4 巴戟天多糖的提取分离 精确称取 60℃ 干燥至恒重的巴戟天脱脂粗粉 1 g, 加入 100 mL 三角烧瓶中, 加入一定体积的蒸馏水, 在一定温度下超声提取一定时间, 过滤, 所得滤液均稀释 50 倍后, 再用苯酚-硫酸法测定巴戟天多糖的浓度, 计算多糖的得率。每个结果设 3 个平行, 取平均值。

1.3 项目测定

巴戟天多糖的含量采用苯酚-硫酸法测定^[12]。

2 结果与分析

2.1 单因素试验结果

2.1.1 液固比对巴戟天多糖得率的影响 由图 1 可以看出, 巴戟天多糖的含量随着液固比的增大而逐渐升高, 在液固比为 40:1 mL/mg 时, 多糖含量达到最大值。这可能是因为液固比为 15:1 mL/mg 至 30:1 mL/mg 时, 溶剂量少, 材料吸收一定量后, 作为超声介质的液体就会很少, 而超声在液相中的吸收大于在固相中的吸收, 随着溶剂量增大, 多糖的含量也就随之增大了。因此, 正交实验设定的液固比的 3 个水平为 35:1、40:1、45:1 mL/mg。

2.1.2 超声时间巴戟天多糖得率的影响 由图 2 可以看出, 随着超声时间的延长, 多糖含量逐渐升高, 超声 45 min 时, 多糖提取率达到最大值。超声时间不宜过长。超声处理数分钟后, 细胞破碎程度增大, 细胞内部的多糖物质开始向外扩散, 多糖提取率开始升高, 达到最大值。随着超声时间延长, 多糖结构会破坏, 造成多糖提

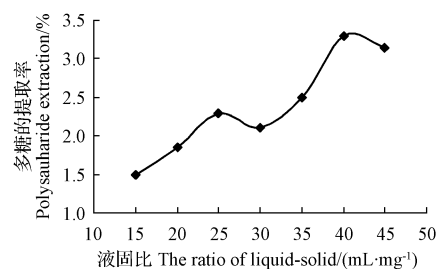


图 1 液固比对巴戟天多糖提取率的影响

Fig. 1 Effect of liquid to solid ratio on polysaccharide extraction from *Morinda officinalis*

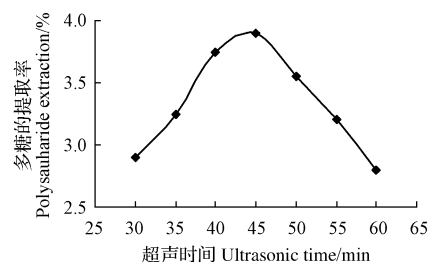


图 2 超声时间对巴戟天多糖提取率的影响

Fig. 2 Effect of ultrasonic time on polysaccharide extraction from *Morinda officinalis*

取率的下降。因此正交实验中提取时间设定 3 个水平为 40、45、50 min。

2.1.3 浸提温度对巴戟天多糖得率的影响 由图 3 可以看出, 随着温度的升高, 提取液的浓度会增加, 同时由于温度上升也导致溶液的粘度下降, 扩散系数增大, 从而促使提取速度增大。温度在 60~80℃ 时, 多糖含量逐渐升高, 80℃ 时达到最大值。温度再增高, 多糖含量反而下降了。因此, 正交实验的温度设定 3 个水平为 70、80、90℃。

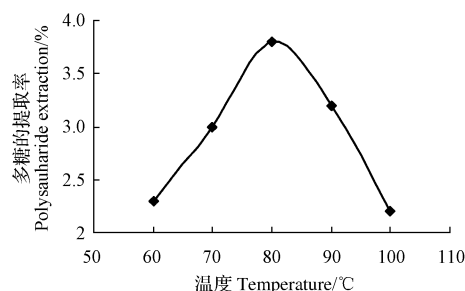


图 3 温度对巴戟天多糖提取率的影响

Fig. 3 Effect of temperature on polysaccharide extraction from *Morinda officinalis*

2.2 正交实验结果

由表 2 可知, 影响巴戟天多糖得率的因素主次顺序是 $B > C > A$, 即温度 > 超声时间 > 液固比, 最佳组合是 $B_2C_2A_3$, 即温度 80℃, 液固比为 45:1 mL/mg, 超声时间 45 min。

表 1 正交实验因素与水平

Table 1 Factor and levels of orthogonal design

水平 Level	因素 Factor			超声时间 Ultrasonic time/min
	液固比 Ratio of liquid to solid/(mL · mg ⁻¹)	温度 Temperature/°C	超声时间 Ultrasonic time/min	
	A	B	C	
1	35 : 1	70	40	
2	40 : 1	80	45	
3	45 : 1	90	50	

表 2 正交实验结果

Table 2 Result of orthogonal experiment

序号 No.	A	B	C	空白 Blank	多糖得率 Polysaccharide extraction/%
1	1	1	1	1	2.97
2	1	2	2	2	4.35
3	1	3	3	3	3.23
4	2	1	2	3	3.15
5	2	2	3	1	4.18
6	2	3	1	2	3.03
7	3	1	3	2	3.98
8	3	2	1	3	3.75
9	3	3	2	1	4.05
k ₁	3.52	3.37	3.25	3.73	
k ₂	3.45	4.09	3.85	3.79	
k ₃	3.93	3.44	3.80	3.38	
R	0.48	0.72	0.60	0.41	

Zhu 等^[13]研究了水提巴戟天多糖,在响应面法结果中,当温度 100℃ 以上,液固比为 4 : 1 mL/mg,提取 160 min 时,巴戟天多糖的提取率最大,达到 7.32%。与此相比,该研究的提取温度更低,能更有效地保护巴戟天多糖的有效成分。超声提取时间更短,45 min 仅为 160 min 的近四分之一。超声波能够大幅度地节省时间,提高提取速率。超声提取巴戟天多糖的多糖得率比水提法的要小,说明超声提取之后的巴戟天还有部分多糖残留。在后期的研究中,可采用超声波多次提取的方法以弥补其提取率不高的缺陷。

3 结论

确定最佳的超声提取巴戟天多糖的工艺为:温度

80℃,液固比为 45 : 1 mL/mg,超声时间 45 min。在此条件下,巴戟天多糖的提取率可达到 4.67%。超声波能够有效地提高巴戟天多糖的提取速率。

参考文献

- [1] 陈彩英,詹若挺,陈蔚文. 巴戟天的药理研究进展[J]. 中药新药与临床药理,2009(3):291-293.
- [2] 邹忠杰,谢媛媛,龚梦鹏,等. 巴戟天补肾作用的尿液代谢组学研究[J]. 药学学报,2013,48(11):1733-1737.
- [3] Zhu M Y, Wang C J, Zhang H S, et al. Protective effect of polysaccharides from *Morinda officinalis* on bone loss in ovariectomized rats[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2008, 43: 276-278.
- [4] Zhang H L, Li J, Li G, et al. Structural characterization and anti-fatigue activity of polysaccharides from the roots of *Morinda officinalis*[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2009, 44: 257-261.
- [5] Zhu M Y, Wang C J, Gu Y, et al. Extraction, characterization of polysaccharides from *Morinda officinalis* and its antioxidant activities[J]. Carbohydrate Polymers, 2009, 78: 497-501.
- [6] 刘霄. 巴戟天多糖的降血糖和抗氧化作用研究[J]. 中药材, 2009(6): 949-951.
- [7] 何传波,李琳,汤凤霞,等. 不同巴戟天多糖对免疫活性的影响[J]. 中国食品学报, 2010(5): 68-73.
- [8] 曾小倩,张二妹,潘葵友,等. 巴戟天药渣中多糖的提取工艺研究[J]. 现代食品科技, 2013, 29(5): 1096-1099.
- [9] 尹艳,李险峰,宋冠华,等. 超声波提取水溶性多糖工艺的研究[J]. 惠州学院学报(自然科学版), 2010, 30(3): 50-53.
- [10] Tian Y T, Zeng H L, Xu Z B. Ultrasonic-assisted extraction and antioxidant activity of polysaccharides recovered from white button mushroom (*Agaricus bisporus*) [J]. Carbohydrate Polymers, 2012, 88: 522-529.
- [11] Chen X Q, Zhang Y. Ultrasonic-associated extraction of water soluble polysaccharides from defatted Korean pine kernel[J]. Journal of Forestry Research, 2007, 18(2): 133-135.
- [12] 尹艳,高文宏,于淑娟,等. 微波提取水溶性大豆多糖工艺研究[J]. 食品研究与开发, 2008, 29(2): 21-23.
- [13] Zhu M Y, Wang C J, Wang X, et al. Extraction of polysaccharides from *Morinda officinalis* by response surface methodology and effect of the polysaccharides on bone-related genes[J]. Carbohydrate Polymers, 2011, 85: 23-28.

Ultrasonic-assisted Extraction of Polysaccharides from *Morinda officinalis*

YIN Yan¹, YE Qiong², LYU Zhen-cheng¹, PENG Yong-hong^{1,2}

(1. Department of Life Science, Huizhou University, Huizhou, Guangdong 516007; 2. School of Life Science, South China Normal University, Guangzhou, Guangdong 510631)

Abstract: Taking *Morinda officinalis* as test materials, the effect of liquid to solid ratio, ultrasonic time and temperature on extraction of polysaccharides from *Morinda officinalis* were studied by orthogonal test. The results showed that, all three factors were relevant to extraction of polysaccharides from *Morinda officinalis* by single factor test. Orthogonal test results showed that temperature was the most relevant factor. The optimal parameters were that temperature liquid to solid ratio and ultrasonic time for 80℃, 45 : 1 mL/mg and 45 minutes.

Keywords: polysaccharides from *Morinda officinalis*; ultrasonic-assisted extraction; orthogonal test