

超声辅助菟丝子黄酮和多糖的连续提取工艺研究

戴永强, 蒋海明, 尹云瑶, 李杏, 李军 (湖南科技学院生命科学与化学工程系, 湖南永州 425100)

摘要 [目的] 优化超声辅助提取菟丝子黄酮和多糖的连续提取工艺。[方法] 以菟丝子黄酮和多糖为提取对象, 利用超声辅助法连续提取菟丝子黄酮和多糖, 并通过设计正交试验优化了菟丝子黄酮和多糖超声辅助法连续提取工艺。[结果] 试验表明, 菟丝子黄酮的最佳提取工艺条件为超声功率 600 W, 乙醇浓度 80%, 提取时间 40 min, 固液比 1:30 g/ml。菟丝子多糖进行超声辅助提取的最佳条件为在提取温度为 60 ℃ 条件下, 超声功率 200 W, 提取 2 次, 提取时间 75 min, 料水比 1:35 g/ml。[结论] 研究可为菟丝子黄酮和多糖的综合研究开发提供依据, 促进菟丝子资源的综合利用。

关键词 菟丝子; 黄酮; 多糖; 超声辅助提取

中图分类号 S567 **文献标识码** A **文章编号** 0517-6611(2013)08-03637-02

Ultrasound-aided Extraction of Flavonoids and Polysaccharides in *Cuscuta chinensis*

DAI Yong-qiang et al (Department of Life Science and Chemical Engineering, Hunan University of Science and Engineering, Yongzhou, Hunan 425100)

Abstract [Objective] To optimize ultrasound assisted continuous extraction technique of flavonoids and polysaccharides from *Cuscuta chinensis*. [Method] With flavonoids and polysaccharides from *C. chinensis* as extraction object, ultrasound assisted method was adopted for continuously extracting flavonoids and polysaccharides from *C. chinensis*, the orthogonal experiment was adopted to optimize the extraction technique. [Result] The results showed that the optimized conditions of extraction for flavonoids were as follows: the power is 600 W, the concentration of ethanol is 80%, the time is 40 minutes and the ratio of material to water is 1:30 g/ml. The optimized conditions of extraction for polysaccharides were as follows: the power is 200 W, the extracting number of times is twice, the time is 75 minutes and the ratio of material to water is 1:35 g/ml at 60 ℃. [Conclusion] The study will provide basis for comprehensive development of flavonoids and polysaccharides from *C. chinensis*, promoting comprehensive utilization of *C. chinensis* resource.

Key words *Cuscuta chinensis* L.; Flavonoids; Polysaccharides; Ultrasound-aided extraction

菟丝子 (*Cuscuta Chinensis* Lam.) 为常用中药^[1], 具有补肝肾、益精和明目等功效。关于菟丝子的研究报道很多, 但对菟丝子资源的开发研究大多为黄酮的提取、分离和应用研究, 对重要功能成分多糖的研究报道较少。有研究发现, 菟丝子多糖具有增强免疫系统活性和抗氧化等多种作用^[2-5]。近年来, 植物多糖的使用价值也越来越引起人们的关注, 对菟丝子黄酮和多糖的综合利用研究同样不多, 而菟丝子黄酮和多糖的提取及产品的综合开发利用还处在起步阶段, 发展前景很好。

菟丝子黄酮提取方法常用的有普通浸提、索氏法、微波法、超声辅助法和半仿生提取等, 多糖的提取多采用热水浸提法、酶法、微波法、超声法等^[6-9]。笔者以菟丝子黄酮和多糖为提取对象, 利用超声辅助法连续提取菟丝子黄酮和多糖, 应用正交试验法优化试验组合条件, 获得了二者连续超声提取的最佳工艺条件, 为菟丝子黄酮和多糖的综合研究开发提供依据, 促进菟丝子资源的综合利用。

1 材料与方法

1.1 材料 菟丝子购于当地药材公司。芦丁标准品购自中国药品生物制品检定所; 葡萄糖、硝酸铝、乙醇和苯酚等试剂均为 AR 级, 苯酚于使用前重蒸。

主要仪器: HF-2B 超声循环提取机, 北京弘祥隆生物技术开发有限公司; H722B 可见分光光度计, 天津市普瑞斯仪器有限公司; AUY120 电子分析天平, SHIMADZU; R201D-II 旋

转蒸发仪, 郑州长城科工贸有限公司。

1.2 方法

1.2.1 菟丝子黄酮的超声提取工艺优化。 取烘干粉碎后的菟丝子, 选择不同超声功率、提取时间、乙醇浓度和固液比为参试因子, 以总黄酮的提取量为衡量指标, 采用 $L_9(3^4)$ 正交试验设计表进行试验 (表 1), 以确定最佳提取工艺条件。所得提取液经滤布过滤后抽滤, 得到黄酮滤液及滤渣。黄酮滤液测定含量, 滤渣用于提取多糖。

表 1 超声辅助提取菟丝子黄酮的正交试验因素水平设计

水平	因素			
	超声功率 (A) W	乙醇浓度 (B) %	提取时间 (C) min	固液比 (D) g/ml
1	200	70	20	1:20
2	400	80	30	1:30
3	600	90	40	1:40

1.2.2 菟丝子多糖的超声提取工艺优化。 将提取完黄酮的菟丝子粉末用纯水冲洗后沥干, 继续采用正交试验设计提取多糖。提取温度 60 ℃, 以提取时间、提取次数、料水比和超声功率为考察因素, 每个因素各取 3 个水平, 按 $L_9(3^4)$ 正交试验优选最佳提取工艺 (表 2)。提取完毕后离心, 弃去滤渣, 将所得滤液在旋转蒸发器上减压浓缩, 用 *savage* 法去蛋白, 加入 95% 的乙醇使溶液中乙醇含量达到 80%, 低温静置过夜, 离心取滤渣分别用乙醚、丙酮洗涤数次, 干燥得灰色粉末样提取物, 测定多糖含量。

1.2.3 菟丝子黄酮和多糖的含量测定。 菟丝子黄酮的含量测定参考文献 [10] 进行, 菟丝子多糖的含量测定参考文献 [11] 进行。

基金项目 湖南省科技计划项目 (2010FJ3042); 湖南省教育厅项目 ([2010] J10C0730)。

作者简介 戴永强 (1980 -), 男, 湖南湘潭人, 讲师, 硕士, 从事有机合成和天然产物化学研究, E-mail: june800728@163.com。

收稿日期 2013-03-11

表2 超声辅助提取菟丝子多糖的正交试验因素水平设计

水平	因素			
	提取时间(A) min	提取次数(B)	料水比(C) g/ml	超声功率(D) W
1	60	2	1:25	200
2	75	3	1:30	400
3	90	4	1:35	600

2 结果与分析

2.1 黄酮提取的正交试验结果 由表3可知,以菟丝子总黄酮的得率为指标,影响黄酮得率因素大小顺序为:超声功率、乙醇浓度、提取时间、固液比,菟丝子黄酮的最佳提取工艺条件为超声功率600 W,乙醇浓度80%,提取时间40 min,固液比为1:30 g/ml。

表3 超声辅助提取菟丝子黄酮的正交试验结果

试验号	因素				总黄酮含量 mg/ml
	超声功率(A) W	乙醇浓度(B) %	提取时间(C) min	固液比(D) g/ml	
1	200	70	20	1:20	4.04
2	200	80	30	1:30	5.59
3	200	90	40	1:40	4.75
4	400	70	30	1:40	6.36
5	400	80	40	1:20	8.93
6	400	90	20	1:30	8.41
7	600	70	40	1:30	12.14
8	600	80	20	1:40	13.30
9	600	90	30	1:20	12.46
K ₁	4.79	7.51	8.59	8.48	
K ₂	7.90	9.28	8.14	8.71	
K ₃	12.64	8.54	8.60	8.14	
R	7.85	1.76	0.93	0.58	

2.2 多糖提取的正交试验结果 由表4可知,以菟丝子多糖的得率为指标,在提取温度为60℃条件下,料水比和超声功率对多糖得率的影响较大,提取时间和提取次数影响次之,影响多糖得率因素的大小顺序为:超声功率、料水比、提取次数、提取时间。菟丝子多糖进行超声辅助提取的最佳条件为超声功率200 W,提取2次,提取时间为75 min,料水比为1:35 g/ml。在该优化条件下进行验证试验,多糖的得率为11.86%(n=3)。

3 结论与讨论

菟丝子黄酮的超声辅助最佳提取工艺条件为超声功率600 W,乙醇浓度80%,提取时间40 min,固液比为1:30 g/ml。菟丝子多糖进行超声辅助提取的最佳条件为在提取温度为60℃条件下,超声功率200 W,提取2次,提取时间为

75 min,料水比为1:35 g/ml。

表4 超声辅助提取菟丝子多糖的正交试验结果

试验号	因素				多糖得率//%
	提取时间(A) min	提取次数(B)	料水比(C) g/ml	超声功率(D) W	
1	60	2	1:25	200	9.11
2	60	3	1:30	400	7.81
3	60	4	1:35	600	7.66
4	75	2	1:30	600	9.45
5	75	3	1:35	200	11.78
6	75	4	1:25	400	6.87
7	90	2	1:35	400	10.19
8	90	3	1:25	600	8.30
9	90	4	1:30	200	9.59
K ₁	8.19	9.58	8.09	10.16	
K ₂	9.36	9.36	8.95	8.29	
K ₃	9.36	8.04	9.87	8.47	
R	1.173 4	1.543 3	1.783 4	1.870 0	

超声辅助提取法利用超声波产生的强烈振动、高加速度、强烈空化效应和搅拌作用,能对菟丝子细胞壁取得较为理想的破碎效果,从而促进黄酮和多糖进入提取溶剂,提高得率。而由试验结果可见,超声辅助法提取菟丝子黄酮和多糖具有提取速度快、得率高和节约溶剂等优点,有利于快速、大批量地生产黄酮和多糖提取物。

参考文献

[1] 国家药典委员会. 中国药典(一部)[S]. 北京:中国医药科技出版社, 2010.

[2] 潘文灏,许志超,赵余庆. 菟丝子的生物活性与临床应用研究进展[J]. 亚太传统医药,2008,4(4):47-51.

[3] 李建平,王静,张跃文,等. 菟丝子的研究进展[J]. 中国医药导报,2009,6(23):5-6.

[4] 吴春,陈林林. 菟丝子黄酮体外清除自由基活性的研究[J]. 天然产物研究与开发,2005,17(5):553-556.

[5] 王展,方积年. 具有抗氧化活性的酸性菟丝子多糖 H₂ 的研究[J]. 植物学报,2001,43(3):243-248.

[6] 彭金年,李银保,程庚金生,等. 菟丝子总黄酮不同提取方法的比较[J]. 西北林学院学报,2010,25(2):140-142.

[7] 杨天鸣,李纯,付海燕,等. 菟丝子中总黄酮的闪式提取工艺及近红外透射光谱含量分析方法[J]. 化学与生物工程,2012,29(9):87-90.

[8] 伍晓春. 超声波提取菟丝子总黄酮的工艺研究[J]. 食品研究与开发,2009,30(3):34-37.

[9] 李春雨,郭晓伟,王树,等. 均匀设计优选菟丝子半仿生提取工艺[J]. 中国医院药学杂志,2011,31(10):10813-10816.

[10] 蒋海明,戴永强,刘小文,等. 鱼腥草全草中黄酮的提取和含量测定[J]. 湖北农业科学,2011(5):1032-1034.

[11] 戴永强,刘红,廉宜君,等. 复方免疫增强剂中多糖的提取与分离纯化[J]. 黑龙江畜牧兽医,2007(3):90-91.

(上接第3464页)

可广泛应用于县城山洪灾害灾情评价。

参考文献

[1] 王振中,林孔勋. 逻辑斯谛曲线 K 值的四点式平均值估计法[J]. 生态学报,1987,7(3):193-197.

[2] 倪长健,丁晶,李祚泳. 免疫进化算法[J]. 西南交通大学学报,2003,38(1):87-91.

[3] 苏鹏程,倪长健. 基于免疫进化算法的逻辑斯谛曲线水环境质量综合评价模型[J]. 山地学报,2004,22(4):439-444.

[4] 金菊良,丁晶. 遗传算法及其在水科学中的应用[M]. 成都:四川大学出版社,2000:118-122.

[5] 金菊良,丁晶. 水资源系统工程[M]. 成都:四川科学技术出版社,2002:178-180.

[6] 周赛花. 逻辑斯谛方程中参数的估计[J]. 数理统计与管理,1992,11(5):32-35.