

doi:10.3969/j.issn.2095-0411.2019.01.012

高压提取黄精糖类物质的工艺研究

李彦伟,魏 炜,刘凤霞,赵成昊,李 皓,刘志军

(大连理工大学 化工机械与安全学院,流体与粉体工程研究设计所,辽宁 大连 116024)

摘要:黄精中糖类物质具有降血压、降血糖、降血脂、提高免疫力等功效。采用高压提取技术,获得黄精糖类物质的提取液,通过苯酚-硫酸法测定提取液中的糖质量浓度,考察提取剂浓度、物料粒径以及操作压力对黄精提取液中糖质量浓度的影响,并与传统煎煮法进行对比。实验获得较优的工艺条件为:压力 250 MPa、粒径小于 0.425 mm、提取剂为水、料液比为 1:20、保压时间为 10 min、提取温度 25℃。在此条件下,得到提取液糖质量浓度为 25.3 mg/mL,而传统煎煮法提取液糖质量浓度为 19.4 mg/mL。表明高压提取技术具有提取时间短、提取效率高且杂质较少等特点,在天然活性物质的提取领域具有广阔的应用前景和研究价值。

关键词:高压提取;黄精;糖类物质;提取

中图分类号:O 621.3

文献标志码:A

文章编号:2095-0411(2019)01-0080-05

Study on the Process of High-Pressure Extraction Technology of Carbohydrate Extracted from Polygonatum

LI Yanwei, WEI Wei, LIU Fengxia, ZHAO Chenghao, LI Hao, LIU Zhijun

(Research & Design Institute of Fluid and Power Engineering, School of Chemical Machinery and Safety Engineering, Dalian University of Technology, Dalian 116024, China)

Abstract: Modern pharmacology confirmed that carbohydrate extracted from Polygonatum could help reduce blood pressure, concentration of blood glucose, blood fat, and improve immunity. Carbohydrate was extracted by high-pressure extraction technology from Polygonatum. The mass concentrations of carbohydrate were measured by the phenol-sulfuric acid method. The effects of particle size of raw material, pressure and volume fraction of extractant on mass carbohydrate of concentration were investigated. The results showed that the optimum conditions for high-pressure extraction were pressure 250 MPa, the particle size <0.425 mm, the extractant water, the ratio 1:20, holding-pressure time 10 min, extraction temperature 25℃. Under these conditions, the concentration of carbohydrate extracted by high-pressure extraction was 25.3 mg/mL, while the concentration of carbohydrate

收稿日期:2018-09-20。

作者简介:李彦伟(1991—),男,蒙古族,内蒙古赤峰人,硕士生。通信联系人:刘志军(1969—),E-mail: liuzj@dlut.edu.cn

引用本文:李彦伟,魏炜,刘凤霞,等. 高压提取黄精糖类物质的工艺研究[J]. 常州大学学报(自然科学版),2019,31(1):80-84.

extracted by the traditional decoction method was 19.4 mg/mL. The high-pressure extraction technique used in this study demonstrated its characteristics of shorter extraction time, higher extraction efficiency and less impurities, which has broad application prospects and research value in the extraction of natural active ingredients.

Key words: high-pressure extraction; Polygonatum; carbohydrate; extract

中药材黄精(Polygonatum)名鸡头黄精、老虎姜、鸡爪参,系百合科植物^[1]。分布于山西、河北、安徽、黑龙江、河南、辽宁、内蒙古、陕西、山东、浙江、吉林、甘肃、宁夏等地,生长于海拔 800~2 800 m 的地区,一般生于灌丛、林下和山坡阴处。黄精化学成分包括糖类、甾体皂苷、生物碱、木质素、黄酮、植物甾醇等^[2]。其中,黄精糖类组成包括单糖、寡糖以及多糖,现代药理证实糖类物质具有降血压、降血糖、降血脂、提高免疫力等作用^[3-8]。

目前对于黄精糖类提取的方法主要有水煎煮法、超声波法、热回流等^[9-11],这些方法大部分存在提取温度过高,工艺时间过长,提取纯度低,水浪费严重等问题。近年来采用高压提取技术提取天然活性物质受到众多学者的青睐,高压环境下有利于溶质的传质,该技术克服了传统方法提取时间长、提取温度高,提取效率低等缺点^[12],在天然产物提取中,极具有研究价值和应用前景。利用高压提取技术提取黄精中的糖类物质,通过苯酚-硫酸法测定提取液中的糖质量浓度,研究提取剂体积分数、颗粒粒径以及提取压力对黄精提取液中糖质量浓度的影响,为工业化生产提供理论依据。

1 材料和方法

1.1 实验材料与仪器设备

实验原料及试剂:黄精原料购于大连奇运生药房,原产地为湖北省;质量分数为 99.7% 的无水乙醇,AR,购于天津富宇精细化工有限公司;浓硫酸和苯酚,AR,购于天津市科密欧化学试剂有限公司生产;自密封袋(长×宽×厚):70 cm×100 cm×0.12 mm 和 90 cm×130 cm×0.12 mm,购于芯硅谷公司;去离子水为实验室自制。

实验仪器和设备:超高压设备(UHPF-750 MPa)购于包头科发高压科技有限责任公司;电子分析天平(AR2140)购于美国奥豪斯公司生产;真空烘箱(D2F-6020)购于太仓精烘仪器设备有限公司;高度多功能粉碎机(JP-300B-6)购于永康市久品工贸有限公司;紫外可见光分光光度计(UV-1800)购于日本岛津公司;恒温加热磁力搅拌器(DF-101S)购于河南省予华仪器有限公司;微量移液枪(200~1 000 μL , 20~200 μL)购于大龙医疗设备有限公司;标准筛购于承泽丝网加工厂。

1.2 高压提取工艺流程

高压提取黄精有效成分的工艺流程,首先选取高品质黄精,将其洗净并烘干至恒重,再进行切片粉碎,使用标准筛进行筛分,将黄精颗粒与溶剂以一定料液比进行混合后,封装并放入高压设备中进行提取,将提取后的溶液进行过滤,获得提取液,进行糖质量浓度测定。

1.3 黄精提取液糖质量浓度的测定

1.3.1 黄精提取液糖质量浓度测量方法的建立

黄精提取液中糖质量浓度测量采用苯酚-硫酸法测定^[13-14],具体操作略有改动,分别精密移取质量浓度为 0, 12.5, 25, 37.5, 50 mg/mL 的葡萄糖标准样 2 mL 于具塞管中,随后加入 1 mL 质量分数为

5%的苯酚溶液,混合均匀,再加入 5 mL 的浓硫酸,混合均匀后,置于 40 ℃ 水浴中显色 30 min,冰水浴 5 min,用紫外可见分光光度计在 491 nm 波长下测量吸光度。以吸光度为 y 轴,葡萄糖的质量浓度为 x 轴,进行线性回归处理,获得标准曲线。线性回归的标准曲线为

$$y = 0.016x + 0.107, r = 0.999$$

此曲线表明葡萄糖标准样品质量浓度在 0~50 mg/mL 内线性关系良好,可以作为测糖质量浓度的标准曲线。

1.3.2 黄精提取液糖质量浓度测量

精密吸取一定量的黄精提取液稀释到一定倍数后,按照 1.3.1 中测定的方法进行显色反应,然后对显色反应产物在 491 nm 波长下测量吸光度,通过标准曲线转换为待测样的质量浓度,从而获得黄精提取液糖质量浓度。

1.4 高压提取黄精糖类物质实验

1.4.1 提取剂体积分数对黄精提取液糖质量浓度的影响

常用做天然产物的提取剂主要有水、乙醇、甲醇以及丙酮等,本实验选用无毒、无副作用、安全可靠的水和乙醇混合液作为提取剂^[15]。实验工艺参数为:提取压力 300 MPa、保压时间 10 min、原料粒径小于 2 mm、料液比 1:20 条件下,考察提取剂体积分数分别为 0, 10%, 30%, 50%, 70% 时,对提取液的糖质量浓度影响。

1.4.2 粒径对黄精提取液糖质量浓度的影响

通常原料颗粒粒径会影响提取效果,当粒径较小时,溶剂能够充分浸润物料,但对粉碎设备性能要求较高,增加生产成本,同时过小的颗粒粒径会增加提取液中杂质的含量。当粒径较大时,会使原料中有效成分不能完全提取,减少了糖质量浓度,因此选择合适的粒径是必要的。实验工艺参数为:提取压力 300 MPa、保压时间 10 min、料液比 1:20、提取剂为纯水的条件下,考察原料颗粒粒径分别为小于(2, 0.85, 0.6, 0.425, 0.3) mm 时,对提取液的糖质量浓度影响。

1.4.3 压力对黄精提取液糖质量浓度的影响

压力是影响提取有效成分的另一个重要因素,通过增加压力能够强化原料内部有效成分的传质,从而增加提取率^[16],但是过高的压力导致提取液中杂质含量增多,且增大设备投资等问题。因此,需要对提取压力进行实验研究,确定提取过程中较优的压力条件。实验工艺参数为:保压时间 10 min、料液比 1:20;提取剂为纯水、原料颗粒粒径小于 0.425 mm 的条件下,考察提取压力分别为 100, 150, 200, 250, 300 MPa 时,对提取液的糖质量浓度影响。

1.4.4 与传统工艺相对比

在进行高压提取黄精实验研究同时,采用目前较为常用的煎煮法进行对比实验研究^[17]。传统煎煮法对比实验操作参数为:提取温度为 100 ℃、提取剂为水、提取压力为常压、提取时间为 1.5 h、粒径小于 0.425 mm 物料、初始料液比为 1:20;并伴有磁力搅拌,实验过程需不断补充提取剂,以保证其料液比恒定。提取结束后,测量糖质量浓度。

2 结果与讨论

2.1 提取剂体积分数对黄精提取液糖质量浓度的影响

提取剂体积分数对黄精提取液糖质量浓度的影响结果如图 1 所示,随着乙醇含量的增加,提取液中糖质量浓度呈现逐渐下降趋势。提取剂体积分数从 0% 变化到 10% 时,糖质量浓度下降幅度尤为显著,

提取剂体积分数从 10%变化到 70%时,提取液糖质量浓度下降趋势相对减小。原因是黄精糖类物质的极性与水的极性相似,导致黄精糖类物质在水中的溶解度较大^[18],使得原料内的糖类在压力作用下更易溶出。因此,提取剂以水为宜。

2.2 粒径对黄精提取液糖质量浓度的影响

粒径对黄精提取液糖质量浓度的影响见表 1。随着粒径的减小,黄精提取液的糖质量浓度呈现先增大后减小的趋势,当粒径小于 0.425 mm 时,提取液中糖质量浓度达到最高。可能的原因是天然药物原料颗粒粒径越小,单位质量总比表面积越大,有利于溶剂向原料内部渗透、扩散及传递。糖类属于粘稠性物质,若颗粒粒径过小,会吸附在颗粒表面,而影响提取液的糖质量浓度,因此颗粒粒径以小于 0.425 mm 为宜。

2.3 压力对黄精提取液糖质量浓度的影响

实验考察 100~300 MPa 压力范围内,对提取液中糖质量浓度的影响规律,其结果如图 2 所示。当提取压力较低时,升高压力提取液糖质量浓度有较为明显的提升,但是当压力超过 250 MPa 以后,提高提取压力,糖质量浓度反而呈下降趋势。因此认为,高压有助于有效成分的传质过程进行,从而增加黄精提取液中糖质量浓度^[12];而压力过高,糖提取过程中,由于糖粘度大而产生胶质,阻碍了糖类物质的扩散;且高压下黄精中其他物质析出量也增加,增加了后续处理的复杂程度。因此,实验中提取压力为 250 MPa 较为理想。

2.4 与传统煎煮方法相对比

传统煎煮法与高压提取黄精糖类物质的工艺参数比较见表 2。高压提取黄精得到的提取液糖质量浓度达到 25.3 mg/mL,大于煎煮法获得提取液糖质量浓度 19.4 mg/mL;传统提取工艺耗时较长,使用溶剂量大,后续处理过程较复杂。而高压提取技术提取黄精中糖物质的过程中,采用较少量的水,能够达到很高的糖浓度,且提取时间仅仅 10 min,提取温度为室温,这给天然产物中有效成分的开发,带来了新的方法和思路。为后续的工业生产,提供了基本的理论依据和实验数据。

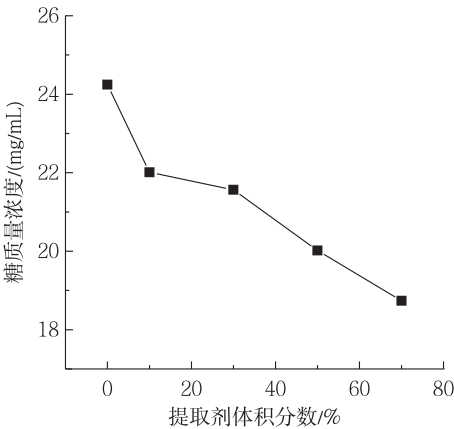


图 1 乙醇水溶液体积分数对黄精提取液糖质量浓度的影响($n=3$)

表 1 粒径对黄精提取液糖质量浓度的影响

粒径/mm	< 2	< 0.85	< 0.6	< 0.425	< 0.3
糖质量浓度/(mg/mL)	19.14	21.83	23.5	25.3	25.01

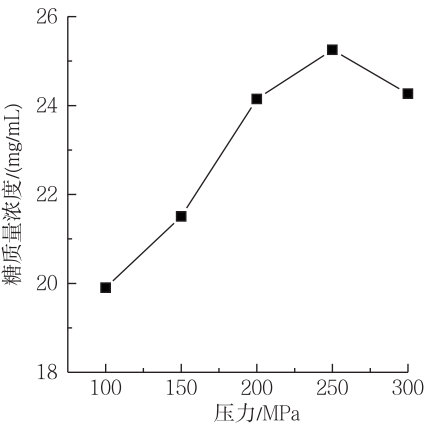


图 2 压力对黄精提取液糖质量浓度的影响($n=3$)

表 2 高压提取法与水煎煮法对比

方式	压力/MPa	提取时间/min	温度/℃	料液比/(mL/g)	粒径/mm	糖质量浓度/(mg/mL)
煎煮法	常压	90	100	1 : 20	<0.425	19.4±0.8
高压法	250	10	室温	1 : 20	<0.425	25.3±0.6

3 结 论

采用高压提取技术对中药黄精进行提取研究,以苯酚-硫酸法表征提取液的糖质量浓度,考察工艺参数对于黄精提取液中糖质量浓度的影响,并与传统煎煮工艺相对比。结果表明,当提取压力为 250 MPa、颗粒粒径小于 0.425 mm、提取剂为水、料液比 1:20、保压时间为 10 min 时,提取液糖质量浓度可达 25.3 mg/mL。与之相对比,传统煎煮法提取液糖质量浓度仅为 19.4 mg/mL,表明高压提取技术具有提取效率高,提取时间短,提取液中的杂质含量少,避免溶剂的浪费以及热敏性物质的挥发等特点,为今后的天然产物提取,提供了有效的理想途径。

参考文献:

- [1]国家药典委员会. 中华人民共和国药典:第 1 部[M].北京:中国医药科技出版社,2015:306-307.
- [2]姜程曦,张铁军,陈常青. 黄精的研究进展及其质量标志物的预测分析[J]. 中草药, 2017,48(1):1-16.
- [3]李超彦,周媛媛,王福青. 黄精多糖联合低剂量顺铂对小鼠 H22 肝癌移植瘤生长的抑制及其抗氧化损伤作用[J]. 中国老年学杂志, 2016,36(5):1038-1040.
- [4]付婷婷,王国贤,陈婷婷. 黄精多糖对糖尿病肾病大鼠肾脏的保护作用[J]. 中药药理与临床, 2015,31(4):123-126.
- [5]李丽,田丽娜,任振兴,等. 黄精多糖的结构分析及功能活性研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志, 2015,21(15):231-234.
- [6]陈婷婷,王国贤,付婷婷,等. 黄精多糖对 I 型糖尿病大鼠心肌炎症的保护作用[J]. 中药药理与临床, 2015,31(4):86-90.
- [7]ZHANG F, ZHANG J, WANG L. Effects of polygonatum sibiricum polysaccharide on learning and memory in a scopolamine-induced mouse model of dementia[J]. NEURAL REGENERATION RESEARCH, 2008,1(3):33-36.
- [8]YANG J, WU S, HUANG X, et al. Hypolipidemic activity and antiatherosclerotic effect of polysaccharide of polygonatum sibiricum in rabbit model and related cellular mechanisms[J]. Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine, 2015,2015:1-6.
- [9]王聪. 多花黄精多糖提取分离、分子量测定及其粗多糖的初步药效研究[D]. 成都:成都中医药大学, 2012.
- [10]卜红南. 黄精多糖的提取及其免疫活性研究[J]. 实用医药杂志, 2017,34(1):48-51, 56.
- [11]骆文灿. 超声波辅助提取长梗黄精多糖工艺的研究[J]. 福建农业学报, 2016,31(4):431-436.
- [12]JUN X. High-pressure processing as emergent technology for the extraction of bioactive ingredients from plant materials[J]. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 2013,53:837-852.
- [13]燕继永,庞遵霆,张伟. 黄精复方胶囊制备工艺研究[J]. 中华中医药学刊, 2016,34(1):218-221.
- [14]马宁,杨培君. 苯酚-硫酸法测定石参多糖工艺条件的优化[J]. 陕西理工学院学报(自然科学版), 2013(5):64-70.
- [15]ZENG G, ZHANG Z, LU L, et al. Protective effects of Polygonatum sibiricum polysaccharide on ovariectomy-induced bone loss in rats[J]. Journal of Ethnopharmacology, 2011,136(1):224-229.
- [16]王居伟,马挺军,贾昌喜. 超高压提取苦荞黄酮的工艺优化及动力学模型[J]. 中国粮油学报, 2011,36(12):93-99.
- [17]徐兵兵,倪穗. 野生黄精的多糖含量测定及提取工艺研究[J]. 中国野生植物资源, 2016(4):19-22.
- [18]LEE A R, CHOI S, CHOI H, et al. Optimization of ultra high pressure extraction (UHPE) condition for puffed ginseng using response surface methodology[J]. Food Science and Biotechnology, 2014,23(4):1151-1157.

(责任编辑:殷丽莉)