

石斛多糖超高压提取工艺条件的优化

纵伟, 李翠翠

(郑州轻工业学院 食品与生物工程学院, 河南 郑州 450002)

摘要:采用超高压方法提取铁皮石斛中的多糖成分.在单因素实验的基础上,选取压力、时间、粉碎度和固液比(g:mL)4个影响因素,以石斛多糖为指标,通过正交试验优化超高压方法提取石斛多糖的工艺条件.结果表明,将石斛粉碎到80目后,按固液比1:20,采用300 MPa的压力提取6 min后,石斛多糖的得率达到19.27%.这表明超高压方法是一种有效的提取石斛多糖的方法.

关键词:超高压提取;石斛多糖;工艺条件优化

中图分类号:TS201.1 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.1004-1478.2012.04.010

Technique condition optimization for ultra high pressure extraction of *dendrobium* polysaccharide

ZONG Wei, LI Cui-cui

(College of Food and Bioeng., Zhengzhou Univ. of Light Ind., Zhengzhou 450002, China)

Abstract: *Dendrobium candidum* polysaccharide was extracted by ultra high pressure extraction (UHPE) method. Based on single factor experiments, orthogonal test was used to optimize the extraction conditions. Pressure, holding time, size and ratio of solid to liquid (g: mL) were as 4 factors and the yield of *dendrobium* polysaccharide (DP) was as target. The optimum parameters for extracting DP were as follows: pressure 300 MPa, holding time 6 min, size 80 mesh and ratio of solid to liquid (g: mL) 1: 20. The yield of DP was 19.27%. So UHPE was a suitable method for extraction of DP.

Key words: ultra high pressure (UHP) extraction; *dendrobium* polysaccharide; technique condition optimization

0 引言

石斛(*dendrobium*)属兰科石斛属多年生草本植物,全世界约有1 400种,其中铁皮石斛(*dendrobium candidum* wall ex lindl)是我国常见的石斛品种之一^[1].铁皮石斛具有抗肿瘤、抗氧化、降血糖和降血脂等多种功效^[2-4],现代药理学研究表明,石斛多糖DP(*dendrobium* polysaccharide)是石斛中的主要功能

成分^[5].因此,有效地提取DP对开发利用石斛资源具有重要意义.

目前,多糖一般采用水提取醇沉制备^[6],在提取过程中,为强化多糖的提取,往往采用超声、微波等方法进行辅助提取^[7],但超声、微波等方法提取时间比较长,且提取过程中能量消耗大^[8].超高压UHP(ultra high pressure)提取是近年来一种新的天然产物提取技术,其提取时间短,往往只需要几分

收稿日期:2012-03-25

基金项目:国家自然科学基金项目(20876152)

作者简介:纵伟(1965—),男,安徽省萧县人,郑州轻工业学院教授,博士,主要研究方向为功能食品.

钟,且能量消耗少.本文拟采用超高压方法提取铁皮石斛中的多糖成分,选取压力、保压时间、粉碎度和固液比(g:mL)4个影响因素,进行正交试验,以优化DP超高压提取工艺条件.

1 实验

1.1 材料和设备

材料:铁皮石斛,市售,真空干燥、粉碎后备用;乙醇、苯酚、硫酸等为分析纯,天津科密欧化学试剂有限公司产.

设备:超高压装置(压力0.1~980 MPa),包头科发高压科技有限责任公司产;旋转蒸发器(SBW—1),上海申玻仪器公司产;紫外可见分光光度计(TU1800S),北京普析通用仪器公司产;超声波细胞粉碎机(JY88—II),上海诺顶仪器公司产.

1.2 研究方法

1.2.1 UHP法提取DP 称取10 g石斛,加水混合后装入高压聚乙烯塑料袋,真空包装,放入超高压装置中高压处理.处理后过滤得提取液,滤渣继续提取2次,合并提取液,3 500 r/min离心10 min.上清液真空浓缩,加无水乙醇,调节到乙醇浓度70%,静置4 h,收集沉淀.测定多糖含量,计算多糖得率.

$$\text{多糖得率} = \frac{\text{提取得到的多糖质量/g}}{\text{原料质量/g}} \times 100\%$$

1.2.2 热水法回流提取DP 取石斛10 g,加200 mL水,混合后在60℃下浸提2 h.过滤得提取液,滤渣继续提取2次,每次1 h,合并提取液,3 500 r/min离心10 min.上清液真空浓缩,加无水乙醇,调节到乙醇浓度70%,静置4 h,收集沉淀,得DP.

1.2.3 超声法提取DP 取石斛10 g,加200 mL水,在200 W功率下超声提取20 min,过滤得提取液,滤渣继续提取2次,每次10 min,合并提取液,3 500 r/min离心10 min.上清液真空浓缩,加无水乙醇,调节到乙醇浓度70%,静置4 h,收集沉淀,得DP.

1.2.4 多糖测定 采用苯酚-硫酸法^[9]进行多糖测定.

1.2.5 多糖提取单因素实验 采用UHP法提取石斛多糖,分别考察不同提取压力、保压时间、粉碎度和固液比(g:mL)对石斛多糖得率的影响.

1.2.6 UHP法提取DP的工艺条件优化 根据

UHP法提取DP的单因素实验,选取UHP压力(A)、UHP时间(B)、粉碎度(C)及固液比(D)4因素,以DP得率为指标,采用L₉(3⁴)正交试验,因素与水平的设计见表1.

表1 因素与水平设计表

水平/因素	A/MPa	B/min	C/目	D/(g:mL)
1	250	4	40	1:18
2	300	5	60	1:20
3	350	6	80	1:22

2 结果与分析

2.1 UHP法提取DP的单因素实验

2.1.1 UHP压力对DP得率的影响 将UHP压力设定为0.1 MPa,100 MPa,200 MPa,300 MPa,400 MPa和500 MPa,保压时间5 min,粉碎度60目,固液比(g/mL)为1:20进行提取,提取压力对石斛多糖提取得率的影响见图1.

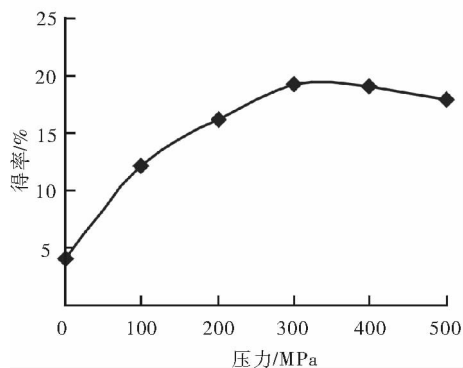


图1 UHP压力对DP得率的影响

由图1可知,当提取压力小于300 MPa时,多糖得率随着提取压力的增加而增加;但当提取压力超过300 MPa时,随着提取压力的增加,多糖得率反而略有下降.因此,适宜提取压力为300 MPa.

2.1.2 UHP时间对DP得率的影响 将UHP压力设定为300 MPa,原料粉碎度设定为60目,在固液比(g/mL)为1:20情况下分别保压不同时间,保压时间对石斛多糖提取得率的影响见图2.

由图2可知,当保压时间小于5 min时,多糖得率随着保压时间的增加而增加;但当保压时间超过5 min时,随着保压时间的增加,多糖得率随保压时间的增加而变化缓慢.因此,适宜保压时间为5 min.

2.1.3 粉碎度对DP得率的影响 将石斛粉碎到不同粉碎度,然后将UHP压力设定为300 MPa,在

固液比(g: mL)为 1: 20 条件下维持 5 min 进行提取, 粉碎度对 DP 得率的影响见图 3.

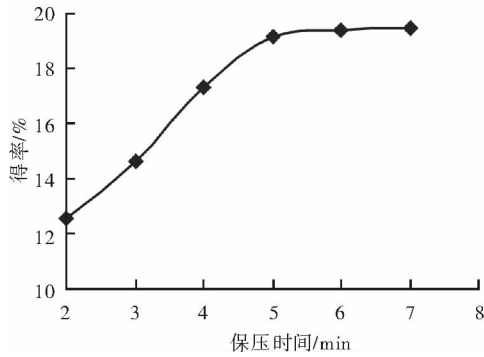


图2 UHP 时间对 DP 得率的影响

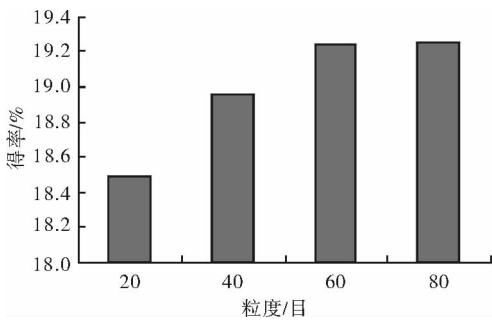


图3 粉碎度对 DP 得率的影响

由图 3 可知, 粉碎度对多糖得率有较大影响, 多糖得率随着粉碎度的增加而增加; 但当颗粒的粒度达到 60 目后, 随着粉碎度的增加, 多糖得率变化缓慢. 这是由于过小的粒度会带来后续分离操作的困难. 因此, 60 目为适宜的粉碎程度.

2.1.4 固液比对 DP 得率的影响 将 UHP 压力设定为 300 MPa, 原料粉碎度设定为 60 目, 分别采用不同固液比 (g: mL) 提取 5 min, 固液比对 DP 得率的影响见图 4.

由图 4 可知, 固液比对多糖得率有较大影响, 当固液比小于 1: 20 时, 多糖得率随着加液体的增加而增加; 但当固液比达到 1: 20 时, 多糖得率随加液量的增加而变化缓慢. 这是由于过多的加液量会造成后续浓缩、沉淀操作的成本增加. 因此, 适宜液固比为 1: 20.

2.2 多糖提取工艺优化

在单因素实验的基础上, 选用 $L_9(3^4)$ 进行正交试验, 对 DP 提取工艺进行优选, 结果见表 2.

对 UHP 法提取 DP 的正交试验结果进行极差分析可以发现, 影响 UHP 法提取 DP 的各因素的次序为 UHP 压力 > 固液比 > UHP 时间 > 粉碎度. 最

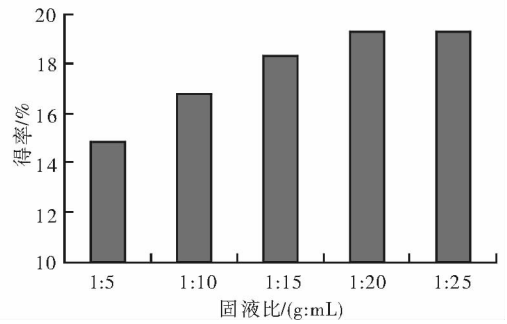


图4 固液比对 DP 得率的影响

表2 正交试验结果

编号	A/MPa	B/min	C/目	D/(g: mL)	得率/%
1	250	4	40	1: 18	17.21
2	250	5	60	1: 20	17.54
3	250	6	80	1: 22	17.95
4	300	4	60	1: 22	18.41
5	300	5	80	1: 18	18.82
6	300	6	40	1: 20	19.25
7	350	4	80	1: 20	19.10
8	350	5	40	1: 22	16.84
9	350	6	60	1: 18	18.68
k_1	17.567	18.240	17.767	18.237	
k_2	18.827	17.733	18.210	18.630	
k_3	18.207	18.627	18.623	17.733	
R	1.260	0.894	0.856	0.897	

佳提取条件为将原料粉碎到 80 目, 按固液比 1: 20 加水, 然后将 UHP 压力设定为 300 MPa, 提取 6 min. 对正交试验结果的方差分析和 F 检验表明 (见表 3), 在影响提取的各因素中, UHP 压力对 DP 得率在所考察的范围内影响显著, 但其他 3 个因素 (固液比、时间和粉碎度) 均 $F/F_{0.05} < 1$, 表明固液比、时间和粉碎度在所考察的范围内对 DP 得率影响均不显著.

在最优条件下, 进行 3 次验证实验, DP 得率平均为 19.27%. 采用石斛 1 kg, 按最优条件进行放大实验, DP 得率达到 19.26%.

2.3 UHP 和其他方法的提取效果比较

分别将石斛采用 UHP 提取、热水法提取和超声法提取, 比较提取得率和提取所用时间, 结果见表 4.

从表 4 可见, UHP 提取和热水法提取的得率都大于超声法提取, 但 UHP 提取的时间远远小于热水法提取. 因此, UHP 方法是一种有效提取多糖的

方法.

表3 UHP法提取DP方差分析

因素	偏差平方和	自由度	$F/F_{0.05}$	显著性
A	2.382	2	1.615	显著
B	1.204	2	0.816	不显著
C	1.101	2	0.747	不显著
D	1.212	2	0.822	不显著
误差	5.90	8		

表4 UHP与其他方法的提取效果比较

方法	得率/%	所用时间/min
UHP	19.27	18
热水法	19.28	240
超声法	18.81	40

3 结论

本文采用超高压方法提取石斛多糖,在单因素实验的基础上采用正交试验优化提取工艺条件. UHP提取DP的优化工艺条件为:将原料粉碎到80目,按固液比1:20加水,然后将UHP压力设定为300 MPa,提取6 min,DP的得率可达到19.27%. 以UHP提取石斛多糖,利用UHP作用,可破坏石斛细胞的细胞壁,促进多糖溶出,具有时间短、节约能

(上接第25页)

4)相同含盐量下,随着含水率的增加,破坏拉应力减小,破坏拉应变增大.

参考文献:

- [1] 张卫国. 盐渍土地区工程质量常见病分析[J]. 科技情报开发与经济,2004,14(1):131.
- [2] 高福聚,俞然刚. 滨海盐渍土地区墙体和饰面侵蚀的防治措施[J]. 工业建筑,2000,30(1):38.
- [3] 李芳,高江平,陈建. 盐渍土盐胀对低层建筑的危害及其防治[J]. 土木工程学报,1999,32(5):46.
- [4] 耿树江. 青海西部盐渍土溶陷灾害对建筑物的影响及治理对策[J]. 中国减灾,1992,2(4):46.

耗等优点,是一种有效的提取石斛多糖的方法.

参考文献:

- [1] 刘莉,萧凤回. 石斛属药用植物多糖研究进展[J]. 现代中药研究与实践,2009,23(1):77.
- [2] 罗傲霜,淳泽,葛绍荣,等. 选鞘石斛多糖降血糖作用研究[J]. 应用与环境生物学报,2006,12(3):334.
- [3] 罗傲雪,宋关斌,淳泽,等. 选鞘石斛抗肿瘤作用研究[J]. 应用与环境生物学报,2007,13(2):184.
- [4] 郝杰,查学强,鲍素华,等. 霍山石斛不同分子量多糖体外抗氧化研究[J]. 食品科学,2009,30(15):94.
- [5] 邓银华,徐康平,谭桂山. 石斛属植物化学成分与药理活性研究进展[J]. 中药材,2002,25(9):677.
- [6] 范益军,何兴金,何涛,等. 正交设计优选金钗石斛多糖提取工艺研究[J]. 安徽农业科学,2009,37(23):10999.
- [7] 周振鸣,来平凡. 铁皮石斛多糖的超声提取工艺研究[J]. 中外健康文摘,2008,5(5):100.
- [8] Zhang S Q, Zhu J J, Wang C Z. Novel high pressure extraction technology [J]. Int J of Pharmaceutics, 2004, 278:471.
- [9] 钟先锋,黄桂东,邓泽元,等. 荷叶多糖提取工艺的研究[J]. 食品与机械,2007,23(1):87.
- [5] 李伟. 包西铁路盐渍土工程地质性质研究及处理对策[J]. 山西建筑,2009,35(12):92.
- [6] Parry R H, Ajaz G, Discussion A. Behavior of compacted soil in tension [J]. Proc ASCE JGED, 1975, 101 (GT6):129.
- [7] 清华大学水利工程系土石坝抗裂研究小组. 黏性土抗拉特性的测量和对土石坝裂缝的初步研究[J]. 清华大学学报,1973(3):25.
- [8] 李永红. 氯盐渍土的强度和变形特性研究[D]. 杨凌:西北农林科技大学,2006.
- [9] 王毅红,王春英,李先顺,等. 生土结构的土料受压及受剪性能试验研究[J]. 西安科技大学学报,2006,26(4):469.