

鱼腥草多糖活性炭脱色工艺研究

孟江, 周毅生, 廖华卫

(广东药学院中药学院, 广东 广州, 510006)

摘 要 研究了鱼腥草多糖活性炭脱色的工艺。以多糖含量和脱色率为指标, 在单因素筛选的基础上, 采用正交试验法对脱色工艺进行优选。优化的脱色工艺为: 在 pH 4.0, 20℃ 的条件下, 加入 0.4% 活性炭, 搅拌 40 min。该脱色工艺适合工业化应用。

关键词 鱼腥草, 多糖, 脱色工艺, 正交试验

鱼腥草为三白草科植物蕺菜(*Houttuynia cordata* Thunb.) 的干燥地上部分或新鲜全草, 具有清热解毒, 消肿排脓, 利尿通淋的功能, 用于肺痛吐脓, 痰热喘咳, 热痢, 热淋, 痈肿疮毒^[1], 为国家卫生部确定的药食两用品种。本课题组曾对鱼腥草多糖的提取工艺进行研究报道^[2,3]。药理研究发现, 鱼腥草水溶性多糖对羟自由基和超氧自由基有较明显的清除作用^[4], 然而鱼腥草水提醇沉后得到的多糖常呈黑红色, 不利于鱼腥草多糖成分的进一步分离鉴定和鱼腥草多糖产品的开发。为此对活性炭脱色工艺进行研究, 以期找到适合工业化生产的脱色工艺。

1 材料与方法

1.1 药材与试剂

鱼腥草, 购于广州市清平药材市场, 经鉴定为三白草科蕺菜属植物 *Houttuynia cordata* Thunb.。苯酚试剂参照余世春等人^[5]设计方法配制, 其他试剂均为分析纯。

1.2 仪器

PHS-25 型 pH 计(上海精密科学仪器有限公司), TDL80-2B 离心机(上海安亭科学仪器厂), UV-1800 型紫外可见分光光度计(北京瑞利分析仪器有限公司), FA2004B 电子天平(上海精密科学仪器有限公司)。

1.3 鱼腥草多糖的提取与精制

取鱼腥草干品 500 g, 以体积分数 95% 的乙醇回流脱脂 3 次, 药渣置通风处晾干, 加入药材 10 倍、8.8 倍质量的水于 90~100℃ 依次提取 3、2、1 h, 过滤, 合并滤液, 浓缩至约 400 mL, 用 95% 乙醇调至含醇量为 80%, 静置 12 h, 离心, 沉淀依次用无水乙醇、丙

酮、乙醚洗涤, 得粗多糖。取粗多糖加水溶解至 100 mL, 加入等体积 30% 三氯乙酸溶液脱蛋白, 4℃ 静置, 离心, 上清液用 0.01 mol/L 的 NaOH 调 pH 为 7, 减压浓缩溶液, 将浓缩液装入透析袋置水中透析, 透析液减压浓缩至 100 mL, 加入 95% 乙醇调含醇量为 80%, 静置, 离心, 沉淀用无水乙醇、丙酮、无水乙醚依次洗涤, 真空干燥, 得除蛋白精制鱼腥草多糖。

1.4 多糖含量测定

1.4.1 标准曲线的制备

精密称取 105℃ 干燥至恒重的葡萄糖标准品 0.100 0 g, 置 100 mL 量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 再取 1 mL, 定容至 10 mL, 得浓度为 0.100 0 mg/mL 的葡萄糖标准液, 精密量取此标准液 0.1、0.2、0.3、0.4、0.5 mL, 分别置 10 mL 试管中, 加蒸馏水补充至 1.0 mL, 摇匀, 加 5% 苯酚溶液 1 mL, 浓 H₂SO₄ 5 mL, 室温放置 30 min, 另取 1 mL 蒸馏水, 加同体积苯酚和浓 H₂SO₄, 同法操作, 作为空白对照, 置 UV-1800 型分光光度计中, 于 490 nm 测定吸收度, 以吸收度(y)对葡萄糖含量(x)进行回归, 得回归方程: $y = 12.438x + 0.0219$, 相关系数 $r = 0.9996$ 。

1.4.2 换算因子的测定

精密称取 60℃ 干燥至恒重的鱼腥草多糖 105.2 mg, 置 100 mL 容量瓶中, 加入少量蒸馏水溶解, 并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取此液 1 mL, 依据标准曲线制备项下的方法测定吸收度, 从回归方程中求出多糖供试液中葡萄糖的浓度。换算因子:

$$F = m / (C \times D)$$

F 为换算因子; m 为多糖质量(mg); C 为多糖稀释液中葡萄糖的浓度(mg/mL); D 为稀释因素。

1.4.3 样品中多糖含量测定方法

取各供试品溶液, 按 1.4.1 方法操作, 测定吸收值, 从回归方程中求出供试液中葡萄糖的含量, 按下式计算样品中多糖含量: 多糖含量/% = $C \times D \times F \times$

第一作者: 博士, 副教授。

收稿日期: 2008-09-27, 改回日期: 2008-11-16

100/m。

1.5 脱色率的计算

对鱼腥草粗多糖液进行了可见-紫外光谱 700~200 nm 扫描,结果表明溶液无最大吸收波长,根据多糖溶液脱色前后均为橙黄色,故从溶液的互补色考虑选择 450 nm 为检测波长测定其吸收度。并按下式计算脱色率。

$$\text{脱色率}/\% = \frac{\text{脱色前吸光度} - \text{脱色后吸光度}}{\text{脱色前吸光度}} \times 100$$

1.6 数据处理

采用加权评分法。评分标准为:将各项指标除以该列最大值再乘以 100,为该项得分。根据多糖脱色率(x)和多糖含量(y)2 项指标权衡,确定二者的权重系数均为 0.5,对 2 项指标进行加权求和,通过公式 $z = 0.5x + 0.5y$,得到综合评分(z)。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

称取粗多糖 20 g,加入蒸馏水,加热使之充分溶解,定容于 1000 mL 容量瓶中,作为鱼腥草多糖样品液。按工业上活性炭用量不多于 3 % 的原则,先固定活性炭用量为 1 %,分别改变脱色时间、脱色温度、脱色 pH 值中的其中一个因素,对提取液进行脱色试验,脱色液经离心后定容,于 450 nm 波长处测定吸光度 A (A 值越低,色素去除越多)。

2.1.1 pH 值对脱色效果的影响

分别量取 20 mL 2 % 的鱼腥草多糖样品液于锥形瓶中,加活性炭 1 %,50 ℃ 于不同 pH 值下反应 30 min,结果见图 1。由图 1 可以看出,吸收度随着 pH 的升高而明显升高,说明活性炭在酸性条件下对鱼腥草多糖提取液中色素有较大吸附。所以脱色液 pH 应控制为 3~4。

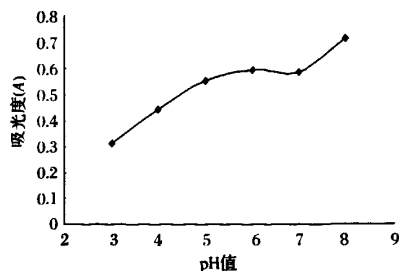


图 1 pH 对脱色的影响

2.1.2 脱色时间对脱色的影响

分别取 20 mL 2 % 的鱼腥草多糖样品液于锥形

瓶中,调 pH 为 4,加 1 % 活性炭于 50 ℃,反应不同时间,结果见图 2。由图 2 可以看出,40 min 后吸收度明显增大。所以脱色时间应在 40 min 以内。

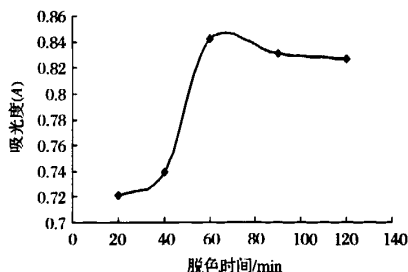


图 2 脱色时间对脱色的影响

2.1.3 温度对脱色的影响

分别取 20 mL 2 % 的鱼腥草多糖样品液于锥形瓶中,调 pH 为 4,加活性炭 1 %,不同温度下反应 30 min,结果见图 3。由图 3 可以看出,吸收度随着温度的升高而升高,在 40 ℃ 后,吸收度增大明显,说明活性炭对鱼腥草多糖提取液中色素的吸附趋于平衡,所以,脱色温度应控制为 40 ℃ 以内。

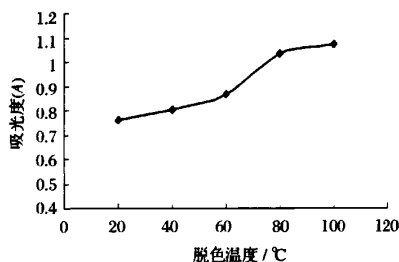


图 3 温度对脱色的影响

2.1.4 活性炭用量对脱色的影响

分别取 20 mL 2 % 的鱼腥草多糖样品液于锥形瓶中,调 pH 为 4,加入不同量的活性炭于 50 ℃,反应 30 min,结果见图 4。由图 4 可以看出,吸光度随着活性炭用量的升高而升高,在用量为 1 % 后,吸收度值增大明显,所以活性炭用量应控制在 1 % 以内。

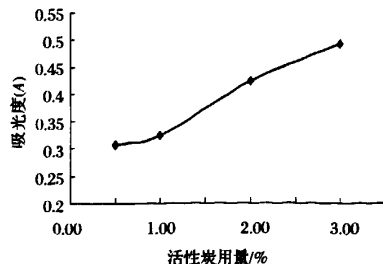


图 4 活性炭用量对脱色的影响

2.2 正交试验因素水平表的设计与实验

按单因素试验的结果,选取4因素3水平进行正交试验。因素水平设计见表1。

称取鱼腥草多糖5g,加水溶解定容于250 mL容量瓶中,按正交试验方案进行脱色。脱色液离心定容于500 mL,分别测定多糖含量及脱色率,以二者作为衡量脱色效率的指标。试验结果及方差分析见表

2、表3。

表1 因素水平表

	(A)	(B)	(C)	(D)
	温度/℃	pH	时间/min	用量/%
1	20	3.0	20	0.4
2	30	3.5	30	0.6
3	40	4.0	40	0.8

表2 正交试验设计表及结果

试验号	因素				脱色率%	多糖含量%	综合评分(y)
	A	B	C	D			
1	1(20)	1(3.0)	1(20)	1(0.4)	9.34	21.91	67.65
2	1	2(3.5)	2(30)	2(0.6)	16.76	21.76	82.16
3	1	3(4.0)	3(40)	3(0.8)	25.00	21.54	98.14
4	2(30)	1	2	3	5.49	22.37	60.98
5	2	2	3	1	17.03	21.63	82.43
6	2	3	1	2	23.63	16.4	83.91
7	3(40)	1	3	2	9.07	16.74	55.56
8	3	2	1	3	17.03	21.02	81.04
9	3	3	2	1	21.98	21.04	90.99
I _j	247.95	184.19	232.6	241.07	G = 702.86		
II _j	227.32	245.63	234.13	221.63	CT = 54890.24		
III _j	227.59	273.04	236.13	240.16			
I _j ²	61 479.2	33 925.96	54 102.76	58 114.74			
II _j ²	51 674.38	60 334.1	54 816.86	49 119.86			
III _j ²	51 797.21	74 550.84	55 757.38	57 676.83			
R _j	164 950.79	168 810.9	164 677	164 911.43			
S _j	93.36	1 380.06	2.09	80.24			

表3 方差分析表

方差来源	离差平方和	自由度	方差	F值	显著性
A	93.36	2	46.68	44.46	※
B	1380.06	2	690.03	657.18	※※
D	80.24	2	40.12	38.21	※
误差	2.09	2	1.05		

注:※有显著性影响 F0.05(2,2)=19.00 F0.01(2,2)=99

由表2及表3可看出,活性炭脱色的影响因素大小顺序为:B>A>D>C,其中B因素各水平之间有显著性差异。故确定最佳脱色条件为A₁B₃C₃D₁,即在20℃下,调节pH4.0,加入活性炭0.4%,搅拌40 min。

2.3 验证实验

称取3份鱼腥草多糖,每份20g按正交试验所得出的优化脱色条件进行,测定多糖含量及脱色率分别为22.13%,24.82%。结果表明试验所确定的工艺为最佳工艺条件。

3 讨论

多糖提取物的脱色方法有活性炭法和双氧水法。

后者虽有较好的脱色效果但具有较强的氧化性,易导致多糖结构的破坏。活性炭法条件温和,故本文仅探讨了该法的优化工艺。

活性炭为黑色细微粉末,无臭、无味。具有无毒,脱色、无臭效果良好的特点,可以反复使用,成本低,适于工业大规模生产。但存在脱色后溶液中的活性炭残渣难于完全除去的问题,因此选择合适的活性炭的粒度有利于改善脱色后的过滤效果。

参 考 文 献

1 中华人民共和国药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 北京:化学工业出版社,2005. 155
2 张建新. 微波提取鱼腥草水溶性多糖清除自由基特性的研究[J]. 食品科技,2006,(8):115~117
3 孟江,周毅生,廖华为,等. 正交试验法优化鱼腥草多糖水煎煮提取工艺[J]. 世界中西医结合杂志,2007,2(6):341
4 孟江,周毅生,廖华卫. 超声提取鱼腥草多糖正交试验研究[J]. 时珍国医国药,2008,(1):17~18
5 余世春,徐金龙,汪海孙,等. 苯酚-硫酸法测定小柴胡汤口

Study on the Technological Process of Discoloring Polysaccharide from *Houttuynia cordata*. with Active Carbon

Meng Jiang, Zhou Yisheng, Liao Huawei

(GuangDong Pharmaceutical University, Guang dong, Guangzhou 510006, China)

ABSTRACT To find out the best condition for the discoloration of polysaccharide from *Houttuynia cordata*. Method; Based on single factor screen, polysaccharide content and discoloration ratio were used as indexes and orthogonal experiment was performed to select the best condition for the discoloration of polysaccharide. Result; The best technological process of discoloration was as follows: 0.4% active carbon to polysaccharide solution at 20℃ with pH 4.0 and stirring the solution for 40 minutes. Conclusion; The technology was reasonable for industrial production.

Key words *Houttuynia cordata*, polysaccharide, discoloration process, orthogonal experimental design

会
讯

2009 年科隆展展示食品和饮料技术的现在和未来

第 5 届科隆国际食品技术和机械展览会(AnugaFoodTec)将于 2009 年 3 月 10~13 日在德国科隆隆重开幕,届时将汇聚全球食品和饮料技术。科隆国际食品技术和机械展览会(AnugaFoodTec)涵盖了食品制造业各步骤的专业贸易展会,将为国际食品贸易信息交流和采购提供良好的平台。展会将有来自约 40 个国家的超过 1 100 家企业参展,这使得本届 AnugaFoodTec 打破上届参展记录。科隆国际食品技术和机械展览会(AnugaFoodTec)是由德国科隆国际展览有限公司和 DLG 德国农业协会共同主办。

2009 年科隆国际食品技术和机械展览会(AnugaFoodTec)将不仅提供部分解决方案,而且会提供包括整个食品和饮料在内的生产技术概念,展会将展示生产技术、包装技术、自动化、食品安全和质量管理、环境技术、生物技术、信息技术、电子数据处理(EDP)、技术处理原料、组成和服务。对于食品加工行业,展会将提供包括包装、肉类、鱼类及家禽、烘焙及面条、酒和非酒精类饮料、乳制品、主食、罐装、蔬菜和水果、熟食产品、冷冻食品和肉、汤和酱、婴儿食品、辣椒、咖啡、茶和烟草等领域在内的健康新技术。

创新一般是世界性的研究和全球生产技术研发的结果,它将指导生产过程和原料应用如何更加优化。除了展商将展示创新成果外,科隆国际食品技术和机械展览会(AnugaFoodTec)也将举办一个多元化,高质量的配套活动将对专业问题提供答案,包括创新概念的诸多专门展览。发展和新方法不仅会在科隆国际食品技术和机械展览会(AnugaFoodTec)论坛上被提出,而且会有专门的展览展示。由德国农业协会(DLG),德国科隆国际展览有限公司和该领域内顶级公司合作举办的“自动包装线”专题展将展示食品生产、加工和包装技术方面安全、快速和卫生化的方法,所有过程都没有人工操作。

由于整个系统全部自动化,超过 30 家公司将在该领域展示他们的产品,“Lookahead”是可持续包装解决方案专门展览的主题。该活动是与柏林包装代理商 Berndt&PartnerPackagingCreality 联合举办的,柏林包装代理商 Berndt&PartnerPackagingCreality,是包装设计与发展领域顶级的专家之一。科隆国际食品技术和机械展览会(AnugaFoodTec)也将举办 InnoBev 全球软饮会议, PETnology 欧洲论坛“Connecting compETence”、讨论质量安全技术和可持续包装技术,以及食品饮料技术大会。整个配套活动包括主题、演讲者、地点、时间等的详细信息,可以在 www.anugafoodtec.de 或者 www.anugafoodtec.com 查询。

政
策
法
规
标
准

中国发布食品用塑料保鲜膜标准

2009 年 1 月 23 日,中国国家标准化管理委员会(SAC)发布了食品用塑料自黏保鲜膜的标准。规定了食品用塑料自黏保鲜膜的术语、产品分类、标识、要求、检验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存。本标准适用于以聚乙烯、聚氯乙烯、聚偏二氯乙烯等树脂为主要原料,通过单层挤出或多层共挤的工艺生产的食品用塑料自黏保鲜膜。