

龙眼核粗多糖提取工艺优化及其抗氧化、体外降糖活性评价

王艺洁^{1,2,3}, 蒋佳丽^{1,2,3}, 王志萍^{1,2,3*}, 谢谭芳^{1,3*}

(1. 广西中医药大学药学院, 广西南宁 530200; 2. 农作物废弃物功能成分研究协同创新中心, 广西南宁 530200; 3. 广西高校中药制剂共性技术研发重点实验室, 广西南宁 530200)

摘要: 目的 优化龙眼核粗多糖提取工艺, 并评价其抗氧化、体外降糖活性。方法 在单因素试验基础上, 以酶用量、料液比、超声功率为影响因素, 粗多糖得率为评价指标, 响应面法优化提取工艺, 测定粗多糖对 DPPH、ABTS⁺ 自由基及 α -葡萄糖苷酶的 IC₅₀ 值。结果 最佳条件为纤维素酶用量 9%, 料液比 1:14.6, 超声功率 640 W, 超声时间 30 min, 粗多糖得率为 5.20%。16 批样品对 DPPH、ABTS⁺ 自由基的 IC₅₀ 值分别为 0.010 2~0.137 1、0.116 0~0.431 9 mg/mL, 对 α -葡萄糖苷酶的 IC₅₀ 值为 0.005 5~4.586 0 mg/mL。结论 该工艺稳定可行, 可用于提取具有较强抗氧化活性、体外降糖活性的龙眼核粗多糖。

关键词: 龙眼核; 粗多糖; 提取工艺; 响应面法; 抗氧化活性; 体外降糖活性

中图分类号: R284.2

文献标志码: B

文章编号: 1001-1528(2025)09-3058-06

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2025.09.036

龙眼为无患子科植物龙眼 *Dimocarpus longan* Lour. 的成熟果实, 为岭南地区特色水果, 味道清甜, 气味特殊^[1], 其肉可入药, 具有补益心脾、养血安神功效, 但核常被丢弃, 造成资源浪费。目前, 对龙眼核提取物化学成分的研究主要集中在总黄酮上, 而对多糖及其活性研究较欠缺^[2-5]。多糖是一种天然大分子聚合物, 具有多种药理活性, 如抗氧化、抗癌、调节免疫、调节血糖等^[6-7], 该类成分提取方法主要包括热水浸提法、超声辅助水提法、微波辅助水提法、酶提法、冻融辅助提取法、超高压提取法、内部沸腾法等^[8-9]。植物细胞壁大多由纤维素和果胶组成, 酶法提取可破坏细胞壁结构, 使有效成分扩散和溶出, 而超声辅助酶法提取可加速细胞壁的破坏及多糖成分的溶出^[10]。本实验采用响应面法优化龙眼核粗多糖提取工艺, 并对该类成分抗氧化、体外降糖活性进行评价, 以期对龙眼核粗多糖综合开发利用提供依据。

1 材料

1.1 仪器 SQP 万分之一电子天平 [赛多利斯科学仪器(北京)有限公司]; XSR205DU/A 十万分之一电子天平 (瑞士梅特勒-托利多公司); UPH-IV-20TN 优普系列超纯水仪 (四川优普超纯科技有限公司); KQ3200B 超声波清洗器 (昆山市超声仪器有限公司); 酶标仪 (瑞士 Tecan 公司)。

1.2 试剂与药物 纤维素酶、果胶酶、木瓜蛋白酶、D (+)-无水葡萄糖 (纯度 $\geq 98\%$)、DNS 试剂、PBS 磷酸盐

缓冲液 (0.1 mol/L, pH=6) (北京索莱宝科技有限公司); 阿卡波糖水合物 (纯度 $\geq 98\%$)、4-硝基苯基- α -D-吡喃葡萄糖苷 (PNPG, 纯度 99%)、2,2-联氮-二(3-乙基-苯并噻唑-6-磺酸)二铵盐 (ABTS)、过硫酸钾、三氯乙酸、苯酚 (上海阿拉丁生化科技股份有限公司); 维生素 C (Vc, 纯度 $\geq 99\%$)、1,1-二苯基-2-三硝基苯肼 (DPPH) (上海源叶生物科技有限公司); α -葡萄糖苷酶 (50 U/mg, 上海麦克林生化科技有限公司); 无水乙醇、浓硫酸 (成都市科隆化学有限公司)。

龙眼核具体信息如表 1 所示, 经广西中医药大学田慧教授鉴定为无患子科植物龙眼 *Dimocarpus longan* Lour. 的成熟种子。

2 方法与结果

2.1 龙眼核粗多糖提取方法

2.1.1 前处理 (脱脂) 取龙眼核粉末 (过二号筛) 适量, 加 8~10 倍体积石油醚, 使用索氏提取装置水浴脱脂处理 3 次, 再加 8~10 倍体积无水乙醇, 搅拌并浸泡 24 h, 充分除去小分子物质、色素、低聚糖等, 抽滤, 挥干乙醇, 得脱脂龙眼核粉末^[11-12]。

2.1.2 粗多糖提取 取脱脂龙眼核粉末 0.5 g, 加去离子水、酶, 超声提取, 离心取上清液, 加 4 倍量无水乙醇, 充分搅拌, 4℃ 静置 12 h, 离心, 取沉淀, 挥干有机溶剂后, 残渣加水溶解并定容至 10 mL 量瓶, 即得龙眼核粗多糖提取液, 冷藏备用。

收稿日期: 2024-10-12

基金项目: 农作物废弃物功能成分研究协同创新中心资助课题 (CICAR 2023-P2)

作者简介: 王艺洁 (2001—), 女, 硕士生, 研究方向为中药、民族药的制剂研究与开发。E-mail: 1404057294@qq.com

* 通信作者: 王志萍 (1965—), 女, 教授, 硕士生导师, 从事中药和民族药新剂型、新制剂的研究与开发。E-mail: 318007460@qq.com

谢谭芳 (1984—), 女, 副教授, 从事中药、民族药新制剂、新剂型研究。E-mail: 116914510@qq.com

表1 龙眼核信息

编号	采集时间	来源
S1	2023年5月27日	广西博白
S2	2023年6月2日	广西玉林
S3	2023年9月2日	广西玉林
S4	2023年9月3日	广西博白
S5	2023年6月4日	广西武鸣
S6	2023年9月1日	广西武宣
S7	2023年9月4日	广西南宁
S8	2023年8月6日	广西贵港
S9	2023年5月28日	福建莆田
S10	2023年5月30日	福建漳州
S11	2023年8月15日	福建莆田
S12	2023年6月3日	广东高州
S13	2023年7月26日	广东高州
S14	2023年11月18日	广东茂名
S15	2023年11月19日	福建漳州
S16	2023年11月23日	福建莆田

2.2 龙眼核粗多糖含量测定

2.2.1 供试品溶液制备 取“2.1.1”项下龙眼核粗多糖提取液，加入等体积5.0%三氯乙酸，混合均匀，4℃静置12h，离心，取上清液，得到去蛋白多糖溶液，测定含量前稀释2倍，即得。

2.2.2 对照品溶液制备 取D(+)-无水葡萄糖对照品适量，加水配制质量浓度为73 μg/mL的溶液，即得。

2.2.3 粗多糖含量测定 按照苯酚-硫酸法，取0.4 mL供试品溶液，加0.2 mL 5%苯酚溶液和1.0 mL浓硫酸，10 min后摇匀，放置20 min后于490 nm波长处测定吸光度^[13]。对照品溶液按相同方法处理，使用外标法进行含量测定。

2.3 方法学考察

2.3.1 线性关系考察 取D(+)-无水葡萄糖对照品适量，精密称定，加去离子水，制成456.0、319.2、228.0、45.6、22.8 μg/mL的溶液，在“2.2.3”项条件下测定吸光度。以D(+)-无水葡萄糖质量浓度为横坐标(X)，吸光度为纵坐标(A)进行回归，得方程为 $A = 0.0012X + 0.0071$ ($r = 0.9991$)，可知D(+)-无水葡萄糖在22.8~456.0 μg/mL范围内线性关系良好。

2.3.2 精密度试验 精密吸取“2.2.1”项下供试品溶液适量，在“2.2.3”项条件下连续测定6次吸光度，测得葡萄糖吸光度RSD为0.74%，表明仪器精密度良好。

2.3.3 稳定性试验 精密吸取“2.2.1”项下供试品溶液适量，于0、20、40、60、80、120 min在“2.2.3”项条件下测定吸光度，测得葡萄糖吸光度RSD为1.76%，表明溶液在120 min内稳定性良好。

2.3.4 重复性试验 称取龙眼核脱脂粗粉6份，按“2.2.1”项下方法制备供试品溶液，在“2.2.3”项条件下测定吸光度，测得葡萄糖吸光度RSD为1.84%，表明该方法重复性良好。

2.3.5 加样回收率试验 取6份多糖含量已知的脱脂龙眼核粗粉，按1:1比例加入D(+)-无水葡萄糖对照品，按“2.2.1”项下方法制备供试品溶液，在“2.2.3”项条件下测定吸光度，计算加样回收率。结果，D(+)-无水葡萄糖平均加样回收率为101.81%，RSD为3.12%。

2.4 单因素试验

2.4.1 酶种类 在固定酶用量、提取时间、料液比、超声功率的条件下，考察未添加酶，添加果胶酶、纤维素酶、木瓜蛋白酶及复合酶(纤维素酶:果胶酶=1:1)对龙眼核粗多糖得率的影响，结果表明单独使用纤维素酶时粗多糖得率最高，未添加任何酶时粗多糖得率最低，见图1。

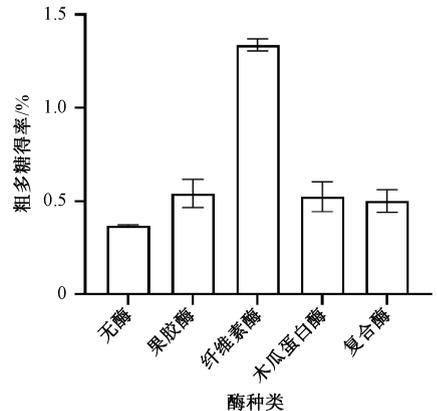


图1 酶种类对龙眼核粗多糖得率的影响

2.4.2 酶用量 在固定使用纤维素酶，固定提取时间、料液比、超声功率的条件下，考察纤维素酶质量分数6%、7%、8%、9%、10%对龙眼核粗多糖得率的影响。结果纤维素酶用量为8%时，粗多糖得率最高，见图2。

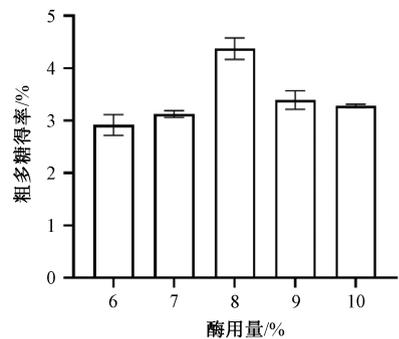


图2 酶用量对龙眼核粗多糖得率的影响

2.4.3 提取时间 在固定酶种类、酶用量、料液比、超声功率的条件下，考察提取时间10、20、30、45、60 min对龙眼核粗多糖得率的影响。结果提取时间为30 min时，粗多糖得率最高，见图3。

2.4.4 料液比 在固定酶种类、酶用量、提取时间、超声功率的条件下，考察料液比1:10、1:20、1:30、1:40、1:50对龙眼核粗多糖得率的影响。结果料液比为1:20时，粗多糖得率最高，见图4。

2.4.5 超声功率 在固定酶种类、酶用量、提取时间、料液比的条件下，考察超声功率400、480、560、640、

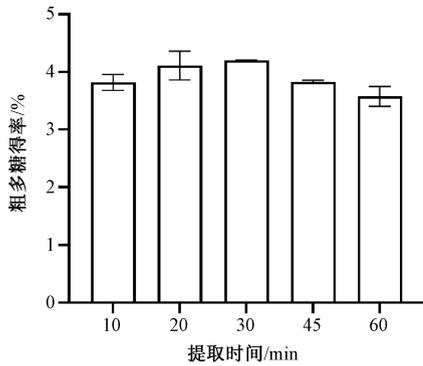


图3 提取时间对龙眼核粗多糖得率的影响

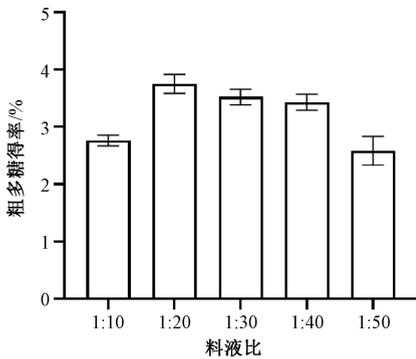


图4 料液比对龙眼核粗多糖得率的影响

720 W对龙眼核粗多糖得率的影响。结果超声功率为640 W时，粗多糖得率最高，见图5。

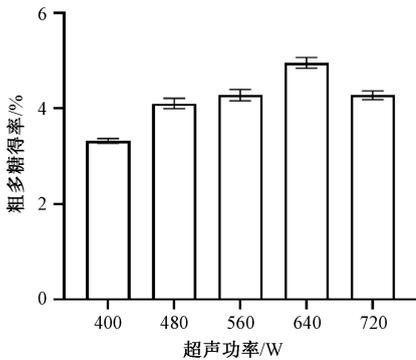


图5 超声功率对龙眼核粗多糖得率的影响

2.5 响应面法 根据 Design Expert 8.05b 软件中的 Box-Behnken 实验设计原理，在单因素试验的基础上，以酶用量 (A)、料液比 (B)、超声功率 (C) 为影响因素，龙眼核粗多糖得率为评价指标，进行三因素三水平试验，因素水平见表2。

表2 响应面法因素水平

水平	A 酶用量/%	B 料液比	C 超声功率/W
-1	7	1:10	560
0	8	1:20	640
1	9	1:30	720

响应面法设计与结果见表3，再进行多元回归拟合，得回归方程为 $Y = -0.287 - 0.013A - 0.005B + 0.001C + 2.913 \times$

$$10^{-5}AB + 2.294 \times 10^{-5}AC + 9.267 \times 10^{-6}BC - 2.134 \times 10^{-5}A^2 - 3.787 \times 10^{-5}B^2 - 1.311 \times 10^{-6}C^2。$$

表3 响应面法设计与结果

试验号	A	B	C	Y 粗多糖得率/%
1	-1	0	1	3.56
2	0	0	0	5.09
3	1	-1	0	4.90
4	-1	0	-1	3.73
5	1	0	-1	3.93
6	0	1	1	3.99
7	0	0	0	4.70
8	1	0	1	4.49
9	-1	-1	0	4.60
10	0	-1	-1	4.60
11	0	1	-1	2.10
12	0	0	0	4.96
13	0	0	0	4.54
14	1	1	0	4.23
15	-1	1	0	3.81
16	0	-1	1	3.52
17	0	0	0	4.54

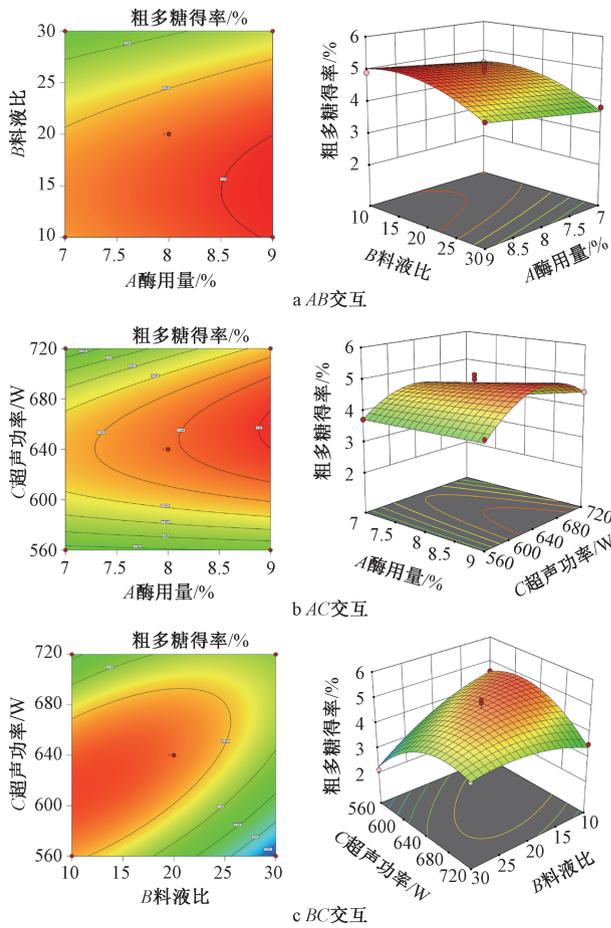
方差分析见表4。由此可知，模型 $P < 0.01$ ，具有高度显著性；失拟项 $P > 0.05$ ， $R^2 = 0.9906$ ， $R^2_{Adj} = 0.9100$ ，表明模型可信性高，可进行分析预测；因素A对多糖得率有显著影响 ($P < 0.05$)，B、BC、 B^2 、 C^2 对多糖得率有极显著影响 ($P < 0.01$)，其余项影响不显著 ($P > 0.05$)。

表4 方差分析结果

来源	离均差平方和	自由度	均方	F值	P值
模型	0.0008	9	0.0001	18.97	0.0004
A	0	1	0	8.95	0.0202
B	0.0002	1	0.0002	31.51	0.0008
C	0	1	0	3.71	0.0953
AB	3.40×10^{-7}	1	3.40×10^{-7}	0.0707	0.7979
AC	0	1	0	2.81	0.1377
BC	0.0002	1	0.0002	45.81	0.0003
A^2	1.92×10^{-9}	1	1.92×10^{-9}	0.0004	0.9846
B^2	0.0001	1	0.0001	12.58	0.0094
C^2	0.0003	1	0.0003	61.73	0.0001
残差	0	7	4.80×10^{-6}	—	—
失拟项	8.44×10^{-6}	3	2.81×10^{-6}	0.447	0.7329
净失误	0	4	6.29×10^{-6}	—	—
总离差	0.0009	16	—	—	—

响应面分析见图6。由此可知，料液比与超声功率的交互作用显著，而酶用量与料液比、超声功率之间的交互作用较小，影响程度依次为 $BC > AC > AB$ ，与方差分析一致。

2.6 验证试验 通过 Design Expert 8.05b 软件预测最佳提取工艺条件为酶用量 8.997%，料液比 1:14.565，超声功率 627.183 W，结合实际操作可行性，修改参数为酶用量 9%，料液比 1:14.6，超声功率 640 W，预测龙眼核粗多糖得率为 5.27%。对修改后的提取工艺进行 3 次验证试



注：左图为等高线图，右图为响应面图。

图6 各因素响应面图

验，平均粗多糖得率为 5.20%，与模型预测值的误差为 1.32%，表明响应面回归模型预测所得最佳试验条件较为可靠，可用于提取龙眼核粗多糖。

2.7 样品检测 取 16 批龙眼核样品适量，根据“2.6”项下最佳提取工艺提取粗多糖，并进行含量测定，结果见表 5。由此可知，不同产地龙眼核粗多糖含量有一定差异，其中样品 S13 龙眼核粗多糖含量最高，为 8.22%，样品 S1 含量最低，为 3.15%。

表5 龙眼核粗多糖含量测定结果

编号	含量/%	编号	含量/%
S1	3.15	S9	5.20
S2	3.16	S10	4.74
S3	4.79	S11	4.33
S4	4.33	S12	4.43
S5	6.16	S13	8.22
S6	4.14	S14	5.16
S7	5.04	S15	4.86
S8	5.11	S16	5.02

2.8 抗氧化活性研究

2.8.1 龙眼核粗多糖溶液制备 取 16 批龙眼核样品适量，按“2.6”项下最佳提取工艺提取粗多糖，提取液冷冻干燥后得冻干粉，加水配制成 2.1 mg/mL 的多糖母液。

2.8.2 DPPH 自由基清除试验 取“2.8.1”项下龙眼核粗多糖母液，稀释成质量浓度分别为 2.1、0.53、0.13、0.03、0.01 mg/mL 的溶液，与 0.2 mmol/L DPPH-无水乙醇溶液按照体积比 1:1 充分混匀，室温下避光反应 30 min，于 517 nm 波长处测定吸光度。以维生素 C (Vc) 为阳性对照，纯水为空白对照，按公式 (1) 计算 DPPH 自由基清除率^[14]。

$$\text{DPPH 自由基清除率} = [1 - (A_1 - A_2)/A_0] \times 100\% \quad (1)$$

式中， A_1 为龙眼核粗多糖溶液清除 DPPH 后吸光度； A_2 为未添加 DPPH 的龙眼核粗多糖溶液吸光度； A_0 为空白对照吸光度。

由图 7 可知，不同批次龙眼核粗多糖的 DPPH 清除能力有一定差别，其中样品 S1 清除效果最好， IC_{50} 值为 0.010 2 mg/mL，样品 S9 清除效果最差， IC_{50} 值为 0.137 1 mg/mL。

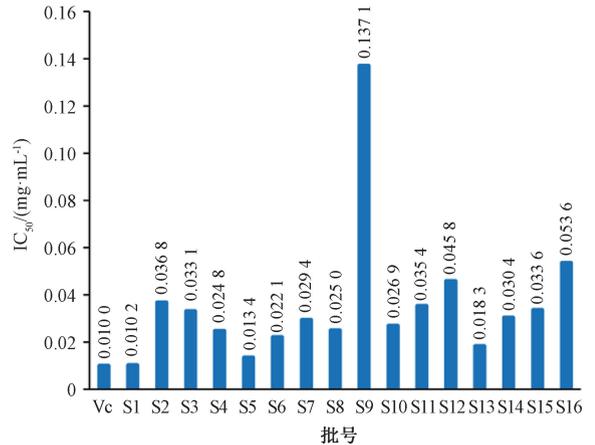


图7 龙眼核粗多糖提取物对 DPPH 自由基的 IC_{50} 值

2.8.3 ABTS⁺ 自由基清除试验 将 2.45 mmol/L 过硫酸钾溶液和 7 mmol/L ABTS 溶液按体积比 1:1 混匀，常温避光反应 12 h 得 ABTS⁺ 溶液，用无水乙醇稀释，使其在 734 nm 波长处的吸光度稳定在 0.70 ± 0.02 。取“2.8.2”项下系列质量浓度的龙眼核粗多糖溶液，与 ABTS⁺ 溶液按照体积比 1:9 充分混匀，常温下避光反应 30 min，于 734 nm 波长处测定吸光度。以 Vc 为阳性对照，纯水为空白对照，按公式 (2) 计算 ABTS⁺ 自由基清除率^[15]。

$$\text{ABTS}^+ \text{ 自由基清除率} = [1 - (A_1 - A_2)/A_0] \times 100\% \quad (2)$$

式中， A_1 为龙眼核粗多糖溶液清除 ABTS⁺ 后吸光度， A_2 为未添加 ABTS⁺ 的龙眼核粗多糖溶液吸光度， A_0 为空白对照吸光度。

由图 8 可知，不同批次龙眼核粗多糖对 ABTS⁺ 自由基的清除作用有一定差别，其中样品 S1 清除效果最好， IC_{50} 值为 0.116 0 mg/mL；样品 S9 清除效果最差， IC_{50} 值为 0.431 9 mg/mL。

2.9 α -葡萄糖苷酶抑制活性研究 分别将 550 μ L PBS、100 μ L 龙眼核粗多糖溶液（质量浓度分别为 2.1、0.53、0.13、0.03、0.01 mg/mL）、100 μ L α -葡萄糖苷酶溶液（1 U/mL）加入试管，混匀，37 $^{\circ}$ C 反应 10 min，加入 100

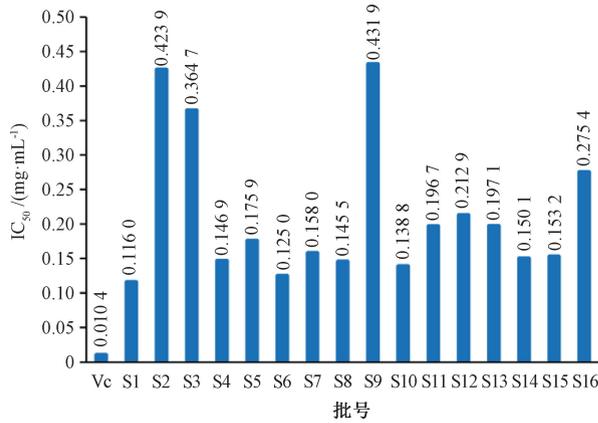


图8 龙眼核粗多糖提取物对ABTS⁺自由基的IC₅₀值

μL PNPG (1.25 mmol/L), 再次反应 20 min, 加入 400 μL 碳酸钠溶液 (0.1 mol/L) 终止反应, 于 405 nm 波长处测定吸光度。以阿卡波糖为阳性对照, 纯水为空白对照, 按公式 (3) 计算 α-葡萄糖苷酶抑制率^[16-17]。

$$\alpha\text{-葡萄糖苷酶抑制率} = [1 - (A_1 - A_2) / A_0] \times 100\% \quad (3)$$

式中, A₁ 为龙眼核粗多糖溶液抑制 α-葡萄糖苷酶后的吸光度; A₂ 为未添加 α-葡萄糖苷酶的龙眼核粗多糖溶液吸光度; A₀ 为空白对照吸光度。

由图 9 可知, 样品 S12 对 α-葡萄糖苷酶的抑制效果最好, IC₅₀ 值为 0.005 5 mg/mL, 表明其具有较好的降糖活性; 样品 S14 的抑制效果最差, IC₅₀ 值为 4.586 0 mg/mL。

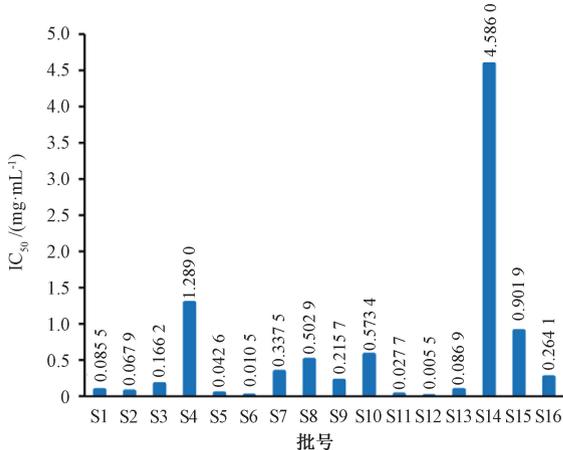


图9 龙眼核粗多糖提取物对α-葡萄糖苷酶的IC₅₀值

3 讨论与结论

单因素试验结果表明, 添加纤维素酶时提取效果最佳, 其用量为 6% ~ 8% 时, 多糖得率随着其用量增加而升高, 但用量大于 8% 时多糖得率反而降低, 可能因为酶分子过于饱和, 降低了其溶出率^[18]; 超声时间对多糖得率影响整体较小, 30 min 内后者随着前者延长而升高, 但 30 min 后反而降低, 可能原因为时间过长导致体系温度升高, 从而使多糖分解^[19]; 料液比为 1 : 20 时, 多糖得率基本饱和, 但随着料液比继续增加, 更多非多糖成分溶出, 使其得率呈下降趋势; 超声功率为 640 W 时, 多糖得率最高, 但进一

步增加该类成分结构可能被破坏, 导致其得率下降^[20]。另外, 本实验仍有不足之处, 例如所得龙眼核粗多糖为粗提物, 有待分离纯化, 并且后续可利用傅里叶红外光谱、高效液相色谱等手段鉴定其组成^[21-23]; 对龙眼核粗多糖抗氧化、体外降糖活性只进行体外试验, 其体内作用有待验证。

参考文献:

- [1] 温文俊, 梁贵强, 邓力川, 等. 岭南特色水果副产物中活性成分的提取技术及综合利用研究进展[J]. 现代食品科技, 2022, 38(12): 402-409.
- [2] 梁志, 左映平. 龙眼核中总黄酮含量测定及其抗氧化性研究[J]. 云南化工, 2010, 37(5): 14-16.
- [3] 李妍, 曾亚丽, 曹珂珂, 等. 龙眼核多酚提取工艺优化及降胆固醇作用[J]. 怀化学院学报, 2017, 36(11): 19-23.
- [4] 黄晓冬. 4种龙眼核提取物的总黄酮含量、体外抗菌活性与抗氧化活性[J]. 食品科学, 2011, 32(11): 43-47.
- [5] 王俊, 王芳. 龙眼核中原花青素的提取工艺研究[J]. 现代医药卫生, 2016, 32(5): 660-662.
- [6] 侯悦, 靳灿, 文畅, 等. 中药多糖作用机制与靶向性的研究进展[J]. 世界科学技术(中医药现代化), 2024, 26(5): 1142-1161.
- [7] 刘闯, 赵新月, 田颖颖, 等. 中药糖类成分生物活性及应用研究进展[J]. 中国中医药图书情报杂志, 2024, 48(1): 256-260.
- [8] 唐洁, 王柯, 罗聪佩, 等. 微波辅助技术提取香蕉皮粗多糖的研究[J]. 西华大学学报(自然科学版), 2009, 28(3): 79-81.
- [9] 惠春, 卢梦晓, 林大专, 等. 荔枝壳多糖传统水提法最佳工艺优化研究[J]. 中国医药导报, 2011, 8(28): 29-31.
- [10] 张莉, 赵巧丽, 刘翠芳, 等. 芒果皮渣多糖的超声波辅助提取及其抗氧化活性研究[J]. 热带农业科学, 2017, 37(10): 72-78.
- [11] 杨汝凭, 陈瑞战, 王超雪, 等. 超高压提取红心火龙果果皮多糖理化特征及抗氧化活性研究[J]. 分子科学学报, 2022, 38(3): 265-276.
- [12] 许梦粤, 曾长立, 王红波. 药食同源植物多糖提取方法、结构解析和生物活性研究进展[J]. 食品研究与开发, 2023, 44(19): 216-224.
- [13] 孙国强, 董金颖, 董建生. 苯酚-硫酸法测定灵芝菌丝多糖含量的研究[J]. 山西化工, 2024, 44(4): 50-52; 72.
- [14] 杨家珺, 刘晓凤, 古丽扎旦姆·达吾提, 等. 兰州百合多糖提取工艺优化及抗氧化活性研究[J]. 食品科技, 2024, 49(4): 229-237.
- [15] 王增丽, 付坚, 何同, 等. 青刺果抗氧化肽的酶法制备工艺优化及体外抗氧化活性分析[J]. 现代食品科技, 2024, 40(12): 49-56.
- [16] 钟凯翠, 刘思炜, 巫雨桐, 等. 海红米花色苷的提取工艺优化及其体外降糖作用研究[J]. 食品与发酵工业, 2024, 50(14): 97-103.
- [17] 陈建宇, 石朔, 苏连玉, 等. 酸浆宿萼中花色苷提取工

- 艺优化及体外降糖活性[J]. 人参研究, 2023, 35(3): 37-42.
- [18] 端木传宇, 孙洋, 张瑜, 等. 黑莓多糖酶法提取工艺优化及体外降血糖活性研究[J]. 食品工业科技, 2024, 45(22): 200-207.
- [19] 陈卫, 谷彩花, 叶兆伟, 等. 大别山艾叶多糖提取工艺优化及其吸湿保湿、抗氧化性能研究[J]. 化学试剂, 2024, 46(2): 67-73.
- [20] 王润平, 李云萍, 路小彬, 等. 探究杜仲叶多糖的超声提取优化及透析纯化工艺与抗氧化性能[J]. 饲料工业, 2024, 45(14): 87-95.
- [21] 赵小亮, 鲁云, 康兴兴, 等. 雁荡山铁皮石斛多糖的提取、结构表征与体外抗氧化活性[J]. 浙江农业学报, 2024, 36(8): 1898-1908.
- [22] 葛桑骐, 汤优颖, 周芳美, 等. 响应面优化地稔多糖提取工艺及抗氧化活性研究[J]. 食品科技, 2024, 49(4): 210-219; 228.
- [23] 赵小亮, 王宝忠, 康兴兴, 等. 藏柴胡多糖提取工艺优化、结构表征及其药理活性研究[J]. 中成药, 2024, 46(6): 1985-1990.

六郁合剂挥发油提取工艺优化

张晓清¹, 王晓杰¹, 王玉², 李颖², 赖勇², 刘畅², 楼冠华², 冯建安², 李希^{1,2*}

(1. 成都中医药大学药学院, 四川成都 611137; 2. 四川省中医药科学院中医研究所, 四川成都 610031)

摘要: 目的 优化六郁合剂挥发油提取工艺。方法 在单因素试验基础上, 以提取时间、浸泡时间、液料比为影响因素, 乙酸龙脑酯、樟脑、柠檬烯、橙皮苷、芸香柚皮苷、洋川芎内酯 I、川陈皮素含量及挥发油得率的综合评分为评价指标, AHP-熵权法结合 Box-Behnken 响应面法优化提取工艺。结果 最佳条件为提取时间 3.5 h, 浸泡时间 1.5 h, 液料比 9:1, 综合评分为 92.94 分。结论 该方法准确可行, 可为六郁合剂的质量控制提供参考。

关键词: 六郁汤合剂; 挥发油; 提取工艺; AHP-熵权法; Box-Behnken 响应面法

中图分类号: R284.2

文献标志码: B

文章编号: 1001-1528(2025)09-3063-06

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2025.09.037

六郁合剂的原方六郁汤为《四川省医疗机构制剂研究技术指南(试行)》中公布的古代经典名方^[1], 源于《医学正传》卷二引丹溪方^[2], 由陈皮、香附、苍术、川芎等 9 味中药组成, 其中 6 味药含挥发性成分, 为其主要有效物质, 具有宽胸顺气、利湿化痰功效, 主治诸郁。六郁汤采用传统煎煮方式, 虽然可将陈皮、香附、砂仁等含挥发性成分的药材后下, 但煎煮时部分会随水蒸汽挥发, 有效成分逸散, 影响疗效, 故必须将该类成分单独提取, 才能减少损失, 保证药效。

挥发油的提取工艺直接影响中药制剂的质量与疗效, 目前主流方法包括水蒸气蒸馏法^[3]、超临界 CO₂ 萃取法^[4]、有机溶剂萃取法^[5]、微波辅助提取法^[6]及压榨法^[7]。其中, 水蒸气蒸馏法工艺成熟, 成本低, 符合 2020 年版《中国药典》要求, 但高温可能导致热敏性成分破

坏; 超临界 CO₂ 萃取法选择性高, 无溶剂残留, 低温操作, 但设备成本高, 工艺复杂, 导致工业化应用受限; 有机溶剂萃取法效率较高, 但存在溶剂残留和后续纯化问题; 微波辅助提取法节能高效, 但需精确控制参数防止局部过热; 压榨法能保持成分天然构型, 但仅适用于高含油量原料。综合考量提取效率、成分稳定性、工艺可行性及生产成本, 水蒸气蒸馏法标准化程度高, 操作简便, 制剂工艺良好兼容, 故本实验采用该方法提取六郁合剂挥发油, 并通过 Box-Behnken 响应面法结合 AHP-熵权法对上述工艺进行优化, 以期为该方质量控制提供参考。

1 材料

1.1 仪器 Waters e2695 型高效液相色谱仪、Waters 2489UV/Vis 型紫外检测器(美国 Waters 公司); Agilent 7890B 型气相色谱仪(美国 Agilent 公司); SPB-3 型全自动

收稿日期: 2025-05-14

基金项目: 2023 年全国中药特色技术传承人才培养项目(国中医药人教函[2023]96号, T20234832005); 四川省科技计划项目(2024ZHYS0016); 首批四川省岐黄学者能力提升项目(川中医药函[2024]55号)

作者简介: 张晓清(1999—), 女, 硕士生, 研究方向为中药新制剂、新剂型、新技术应用。Tel: 15689024744, E-mail: zxiaoqing@163.com

*通信作者: 李希(1969—), 女, 硕士, 研究员, 主任中医师, 研究方向为中药新制剂、新剂型、新技术应用。Tel: (028) 60157310, E-mail: 1836820767@qq.com