

祁白术生物活性物质及其抗氧化、抑菌能力研究

Study on bioactive components and antioxidant, antibacterial activities of *Atractylodes macrocephala* Koidz grown in Qimen

吴永祥¹ 江海涛¹ 崔朋²

WU Yong-xiang¹ JIANG Hai-tao¹ CUI Peng²

方建新¹ 王卫东³ 胡长玉¹

FANG Jian-xin¹ WANG Wei-dong³ HU Chang-yu¹

(1. 黄山学院生命与环境科学学院, 安徽 黄山 245041; 2. 黄山学院分析测试中心, 安徽 黄山 245041;

3. 黄山峰源生物科技有限公司, 安徽 黄山 245600)

(1. College of Life and Environment Science, Huangshan University, Huangshan, Anhui 245041, China;

2. Analysis and Test Center, Huangshan University, Huangshan, Anhui 245041, China;

3. Huangshan Fengyuan Biological Science and Technology Co., Ltd., Huangshan, Anhui 245600, China)

摘要:研究祁白术甲醇粗提物及其不同极性萃取相的总酚、总黄酮含量及抗氧化、抑菌活性,考察总酚、总黄酮含量与抗氧化活性的相关性,并采用气相色谱-质谱联用(GC-MS)分析醇提物中的主要化学成分。结果表明,祁白术不同极性萃取相(正己烷相、二氯甲烷相、乙酸乙酯相、正丁醇相和水相)的总酚、总黄酮含量及其抗氧化、抑菌能力存在显著差异($P<0.05$)。乙酸乙酯相的总酚和总黄酮含量最高,分别为 (139.45 ± 0.19) mg TA/g和 (21.28 ± 2.28) mg QE/g。乙酸乙酯相表现出最强的还原能力 $[(38.95\pm 1.66)$ mg Vc/g]、ABTS自由基清除能力 $[(302.42\pm 7.51)$ mg Vc/g]、DPPH自由基清除能力 $[(51.61\pm 2.59)$ mg Vc/g]。祁白术的总酚、总黄酮含量均与还原能力、ABTS自由基清除能力及DPPH自由基清除能力呈显著正相关($P<0.05$)。甲醇粗提物及正己烷相、二氯甲烷相对大肠杆菌、金黄色葡萄球菌、枯草芽孢杆菌和绿脓杆菌均具有不同程度的抑制作用,其中正己烷相的抑菌活性最为显著,其对4种受试菌的最小抑菌浓度均为1 mg/mL。GC-MS分析了醇提物的主要化学成分,共鉴定出18种化合物,以酚、醇、烯、酮类化合物为主,主要成分有3,3'-二氨基-4,4'-二羟基联苯(33.47%)、 β -桉叶醇(28.33%)、

β -愈创木烯(5.91%)、3,3,5,6,7-五甲基-1-茚满酮(4.70%)等。

关键词:祁白术;生物活性物质;抗氧化;抑菌;相关性分析

Abstract: The total contents of phenolics and flavonoids and the relative antioxidant and antibacterial activities in different polarity fractions from *Atractylodes macrocephala* Koidz grown in Qimen (Qi Baizhu) were evaluated. The correlation between total phenolic, flavonoid contents and the antioxidant activities were analyzed. The main constituents of methanol crude extract were identified by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). The results showed that there were significant differences in the contents of total phenolics and flavonoids, antioxidant and antibacterial activities among different polarity fractions including n-hexane, dichloromethane, ethyl acetate, n-butanol and water fractions ($P<0.05$). The ethyl acetate fraction had the highest contents of total phenolics $[(139.45\pm 0.19)$ mg TA/g] and total flavonoids $[(21.28\pm 2.28)$ mg QE/g]. Moreover, it exhibited the strongest reducing power $[(38.95\pm 1.66)$ mg Vc/g], ABTS radical scavenging ability $[(302.42\pm 7.51)$ mg Vc/g], and DPPH radical scavenging ability $[(51.61\pm 2.59)$ mg Vc/g]. The contents of total phenolics and flavonoids demonstrated significant correlations with antioxidant activity ($P<0.05$). The methanol extract, n-hexane and dichloromethane fractions exerted potent inhibitory effects on *E. coli*, *S. aureus*, *B. subtilis* and *P. aeruginos*. Hexane fraction presented the best antibacterial effect, and its minimum inhibitory concentration against four common bacterial strains was 1 mg/mL. The methanol crude extract was analyzed by GC-MS, and eighteen compounds were identified, including phenols, alcohols, alkenes and esters, and the major constituents were found to be 3,3'-diamino-4,

基金项目:安徽省留学回国人员创新项目择优资助计划重点项目(编号:2017srst1);校企合作项目(编号:hxkt20170015, hxkt20170016);安徽省高校自然科学研究重点项目(编号:KJ2017A398)

作者简介:吴永祥(1987—),男,黄山学院讲师,博士。

E-mail: wyx2009sun@aliyun.com

收稿日期:2017-11-18

4'-dihydroxybiphenyl (33.47%), β -eudesmol (28.33%), β -guaiane (5.91%), and 3,3,5,6,7-pentamethyl-2H-inden-1-one (4.70%).

Keywords: Qi Baizhu; bioactive components; antioxidant; antibacterial; correlation analysis

祁白术简称祁术,为菊科植物白术(*Atractylodes macrocephala* Koidz.)的干燥根茎,因仅野生分布于安徽祁门及附近地区而得名。祁白术在当地民间被视为珍贵补品,适宜于久病体虚者和小儿体虚者进补,药效持久,补而不腻^[1]。李云志等^[2-3]采用 HPLC-ESI-TOF/MS 快速分离鉴别了野生祁白术的化学成分,表明野生祁白术与栽培白术具有不同的药效物质基础。祁白术的道地性及优良品质可能与当地地质、气候、土壤、生物等生态环境因素作用有关^[4-5]。白术含有挥发油、多糖、黄酮类、内酯类化合物、苷类等生物活性成分^[6-8],具有抑菌^[9]、抗肿瘤^[9]、抗炎症^[10]、调节脂质代谢^[11]及改善学习记忆、延缓衰老^[12]等功效。本课题组前期研究了祁白术的营养成分及多糖提取工艺,表明祁白术除可作为药用外,还能应用于功能性食品的开发^[13-14]。目前国内外学者对于白术化学成分及功效的研究都是基于栽培白术^[7,9,11-12],对祁白术不同极性萃取相抗氧化和抑菌作用的研究仍然缺乏,主要活性成分的分析与鉴定尚未见报道。

本试验拟对祁白术醇提物及其不同极性萃取相的总酚、总黄酮含量及抗氧化、抑菌活性进行研究,考察总酚、总黄酮含量与抗氧化活性的相关性,并采用气相色谱-质谱联用(GC-MS)分析醇提物中的主要化学成分,旨在阐明道地药材——祁白术的药效物质基础,同时为祁白术资源在食品、药品领域的应用提供理论参考。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料与试剂

祁白术:2017年8月于安徽省祁门县古溪乡采集,经除杂、清洗后,将60℃烘干至恒重的祁白术粉碎成粉末,过80目筛,干燥保存。

2,2-联氮-二(3-乙基-苯并噻唑-6-磺酸)二铵盐(ABTS)、1,1-二苯基-2-三硝基苯肼(DPPH)、单宁酸(tannic acid, TA)、槲皮素(quercetin, QE)、抗坏血酸(Vitamin C, Vc)、对羟基苯甲酸丙酯(propylparaben, PP):分析纯,美国 Sigma-Aldrich 公司;

营养琼脂培养基:生物试剂,北京陆桥技术有限责任公司;

所有分离用有机溶剂:分析纯,南京化学试剂有限公司;

大肠杆菌(*E. coli*, G⁻)、绿脓杆菌(*P. aeruginosa*, G⁻)、金黄色葡萄球菌(*S. aureus*, G⁺)、枯草芽孢杆菌(*B. subtilis*, G⁺):武汉大学微生物保藏中心。

1.1.2 主要仪器设备

生化培养箱:SPX-100A型,上海仙象仪器仪表有限公司;

超净工作台:DL-CJ-1N型,北京东联哈尔仪器制造有限公司;

立式压力蒸汽灭菌器:LDZF-75KB-III型,上海申安医疗器械厂;

全波长酶标仪:SpectraMax-190型,美国 Molecular Devices 公司;

气相色谱-质谱联用仪:Agilent HP7890-5975C型,美国 Agilent 公司。

1.2 试验方法

1.2.1 祁白术甲醇粗提物及各萃取相的制备 取祁白术粉末20g,按照料液比1:10(g/mL)与甲醇溶液混合,60℃恒温回流提取3h,过滤后收集上清液,剩余残渣再按照上述条件提取2次,合并3次上清液,旋转蒸发浓缩得祁白术甲醇粗提物5.51g。将甲醇粗提物混悬于蒸馏水中,按1:1体积比依次加入正己烷、二氯甲烷、乙酸乙酯和正丁醇进行萃取,每相萃取3次,分别得到正己烷相0.74g、二氯甲烷相0.29g、乙酸乙酯相0.11g、正丁醇相0.76g以及剩余的水相3.47g。按式(1)计算祁白术各萃取相的提取率。

$$R = \frac{W_f}{W_e} \times 100\%, \quad (1)$$

式中:

R——提取率,%;

W_f ——各萃取相的提取量,g;

W_e ——甲醇粗提物的提取量,5.51g。

1.2.2 总酚含量测定 采用福林酚法^[15-16]。以标准品单宁酸浓度C为横坐标,吸光值Y为纵坐标,绘制标准曲线方程 $Y=0.0022C+0.0034$, $R^2=0.999$ 。单宁酸在50~250 μ g/mL时与吸光度呈良好线性关系。根据上述标准曲线计算祁白术甲醇粗提物及各萃取相中的总酚含量,结果以每克样品中含有相当单宁酸毫克数表示,即mg TA/g。

1.2.3 总黄酮含量测定 采用铝盐显色法^[17]。以标准品槲皮素浓度C为横坐标,吸光值Y为纵坐标,绘制标准曲线方程 $Y=0.0259C-0.0157$,线性范围20~100 μ g/mL, $R^2=0.996$ 。根据上述标准曲线计算祁白术甲醇粗提物及各萃取相中的总黄酮含量,结果以每克样品中含有相当槲皮素毫克数表示,即mg QE/g。

1.2.4 抗氧化活性测定

(1) 还原能力:参考文献^[18]。以Vc为参照,绘制吸光值Y-质量浓度C的标准曲线,得 $Y=5.441C+0.200$ ($R^2=0.991$),根据标准曲线,计算祁白术甲醇粗提物及各萃取相的还原能力,计算结果以mg Vc/g表示。

(2) ABTS 自由基清除能力:参考文献^[19]。以Vc为标准品,得到吸光值(Y)与Vc质量浓度(C)的标准曲线 $Y=798.8C+11.74$ ($R^2=0.997$),根据标准曲线,计算样品对ABTS 自由基的清除效果,计算结果以mg Vc/g表示。

(3) DPPH 自由基清除能力:参考文献^[20~21]。以Vc为参照,制作吸光值Y-质量浓度C的标准曲线,得 $Y=905.7C+6.485$ ($R^2=0.990$),根据标准曲线,计算样品对DPPH 自由基的清除效果,计算结果以mg Vc/g表示。

1.2.5 抑菌活性测定 将祁白术甲醇粗提物及各萃取相用二甲基亚砜配置成10.0mg/mL溶液,将正己烷相配置成

1.0,5.0,10.0,15.0,20.0 mg/mL 不同浓度的溶液。采用滤纸片扩散法测定^[22] 祁白术甲醇粗提物及各萃取相对大肠杆菌、金黄色葡萄球菌、枯草芽孢杆菌和绿脓杆菌的抑菌圈直径。正己烷相最小抑菌浓度的测定参考文献[23~24]。以二甲基亚砜为空白对照组(CK),以对羟基苯甲酸丙酯为阳性对照组(PP)。

1.2.6 祁白术甲醇粗提物化学成分的 GC-MS 分析 色谱条件:色谱柱为 HP-5MS(5% Phenyl Methyl Silox, 30 m×0.25 mm×0.25 μm)的石英毛细管柱;无分流进样,进样量为 0.5 μL;色谱柱初始温度为 40 ℃(保持 3 min),以 4 ℃/min 升至 160 ℃(保持 3 min),以 6 ℃/min 升至 285 ℃(保持 10 min)。质谱条件:离子源为 EI 源,电子轰击能量为 70 eV,离子源温度为 230 ℃;扫描范围 m/z 为 35~450 amu 全离子扫描。通过与 NIST08 标准谱库的质谱图作对比,确定待测成分。

1.3 统计学分析

运用 SPSS 18.0 软件对试验结果进行分析。采用单因素方差分析(One-way ANOVA)中的 Duncan's 多重比较法分析数据间的显著差异, $P<0.05$ 表示差异显著;采用 Pearson's 法分析总酚、总黄酮含量与抗氧化活性之间的相关性。所有试验重复 3 次,结果表示为平均值±标准差。

2 结果与分析

2.1 总酚、总黄酮含量分析

由表 1 可知,祁白术不同极性萃取相的提取率差异显著,其中水相、正丁醇相及正己烷相的提取率较高,分别为 62.98%,13.79%,13.43%。祁白术甲醇粗提物及各萃取相均含有总酚和总黄酮等有效成分,其中总酚含量较多(28.77~139.45 mg TA/g),而总黄酮含量较少(2.06~21.28 mg QE/g)。不同溶剂对总酚含量影响的变化趋势为乙酸乙酯相>二氯甲烷相>正丁醇相>甲醇粗提物>正己烷相>水相,各萃取相均有显著性差异($P<0.05$)。乙酸乙酯相的总酚含量最高,为(139.45±0.19) mg TA/g,其次为二氯甲烷相。乙酸乙酯相从甲醇粗提物中分离的总黄酮高

表 1 祁白术不同极性萃取相的提取率及总酚、总黄酮含量[†]

Table 1 The extraction yields, contents of total phenolics and total flavonoids of different polarity fractions of Qi Baizhu

样品	提取率/%	总酚含量/ (mg TA · g ⁻¹)	总黄酮含量/ (mg QE · g ⁻¹)
甲醇粗提物	27.55	47.48±1.70 ^d	4.87±1.54 ^b
正己烷相	13.43	44.11±2.67 ^e	4.39±0.16 ^b
二氯甲烷相	5.26	98.20±0.22 ^b	6.57±1.26 ^b
乙酸乙酯相	2.00	139.45±0.19 ^a	21.28±2.28 ^a
正丁醇相	13.79	68.93±0.74 ^c	5.52±0.82 ^b
水相	62.98	28.77±0.39 ^f	2.06±0.27 ^b

[†] 同列不同上标字母表示在统计学上具有显著差异($P<0.05$)。

达(21.28±2.28) mg QE/g,是含量最少的水相[(2.06±0.27) mg QE/g]的 10.33 倍。

2.2 抗氧化活性分析

由表 2 可知,祁白术甲醇粗提物及不同极性萃取相的还原能力、对 ABTS 和 DPPH 自由基清除能力均呈显著性差异($P<0.05$)。乙酸乙酯相、正丁醇相及二氯甲烷相的还原能力较强,分别为(38.95±1.66),(14.48±0.58),(14.03±0.03) mg V_C/g。ABTS 自由基清除能力排序为乙酸乙酯相>二氯甲烷相>正丁醇相>正己烷相>甲醇相>水相,分别为(302.42±7.51),(249.63±6.37),(118.66±2.86),(75.47±1.44),(72.25±2.45),(21.10±0.07) mg V_C/g。各萃取相对 DPPH 自由基具有较强的清除能力且差异显著($P<0.05$),其中乙酸乙酯相清除能力最强[(51.61±2.59) mg V_C/g],其次为二氯甲烷相。结果表明,祁白术各萃取相的还原能力、对 ABTS 和 DPPH 自由基清除能力的变化规律具有较好的一致性,其中乙酸乙酯相的抗氧化活性最强。

表 2 祁白术不同极性萃取相的抗氧化活性[†]

Table 2 Antioxidant activity of different polarity fractions of Qi Baizhu

样品	还原能力	ABTS 自由基 清除能力	DPPH 自由基 清除能力
甲醇粗提物	6.34±0.47 ^c	72.25±2.45 ^d	9.94±0.43 ^d
正己烷相	2.22±0.57 ^d	75.47±1.44 ^d	21.77±0.68 ^c
二氯甲烷相	14.03±0.03 ^b	249.63±6.37 ^b	34.20±0.86 ^b
乙酸乙酯相	38.95±1.66 ^a	302.42±7.51 ^a	51.61±2.59 ^a
正丁醇相	14.48±0.58 ^b	118.66±2.86 ^c	19.67±0.53 ^c
水相	2.44±0.37 ^d	21.10±0.07 ^e	0.70±0.56 ^e

[†] 同列不同上标字母表示在统计学上具有显著差异($P<0.05$)。

2.3 总酚、总黄酮含量与抗氧化活性的相关性分析

由表 3 可知,还原能力与 ABTS 自由基清除能力、DPPH 自由基清除能力均呈显著相关($P<0.05$),相关系数 R 分别为 0.875,0.874。ABTS 自由基清除能力与 DPPH 自由基清除能力呈极显著相关($P<0.01$),相关系数 R 为 0.955。表明 3 种抗氧化活性检测方法较好地反映了祁白术甲醇粗提物及不同极性萃取相的抗氧化作用。

祁白术的总酚含量与总黄酮含量之间呈显著相关,相关系数 R 为 0.907。各萃取相的总酚含量与还原能力、ABTS 自由基清除能力及 DPPH 自由基清除能力均呈极显著相关($P<0.01$),相关系数 R 分别为 0.949,0.982,0.956。总黄酮含量与还原能力、ABTS 自由基清除能力及 DPPH 自由基清除能力均呈显著相关,相关系数 R 分别为 0.967,0.831,0.879。这些结果表明,总酚、总黄酮是祁白术中的主要抗氧化活性成分。目前很多研究^[25-26] 表明,许多植物中的总酚、总黄酮含量与抗氧化能力之间存在良好的相关性,与本试验结果相似。

2.4 抑菌活性分析

由表 4 可知,祁白术的甲醇粗提物、正己烷相、二氯甲烷

相及阳性对照(PP)对大肠杆菌、金黄色葡萄球菌、枯草芽孢杆菌和绿脓杆菌均有不同程度的抑制作用;乙酸乙酯相和正丁醇相对大肠杆菌、绿脓杆菌有一定的抑制作用,但对金黄色葡萄球菌、枯草芽孢杆菌无明显抑制效果;水相则对 4 种受试菌均无显著抑制作用。其中正己烷相的抑菌活性最显著($P<0.05$),在 10 mg/mL 浓度下,对受试菌的抑菌圈直径分别为大肠杆菌(10.38 ± 0.85) mm,金黄色葡萄球菌(10.13 ± 0.48) mm,枯草芽孢杆菌(9.63 ± 0.25) mm,绿脓杆菌(10.25 ± 0.50) mm。

本试验进一步测定了祁白术活性部位正己烷相不同浓度条件下对 4 种受试菌的抑制作用。由表 5 得知,空白对照

组(CK)无抑菌作用,而正己烷相在不同浓度条件下对 4 种受试菌均具有不同程度的抑制效果,且随着浓度的增大,抑制作用逐渐增强。正己烷相对 4 种受试菌的最小抑菌浓度均为 1 mg/mL,但在各个浓度条件下,对大肠杆菌和绿脓杆菌的抑制活性强于同等浓度条件下对金黄色葡萄球菌、枯草芽孢杆菌的,表明正己烷相对革兰氏阴性细菌的抑制效果优于革兰氏阳性细菌。

2.5 甲醇粗提物化学成分的 GC-MS 分析

对甲醇粗提物化学成分进行了 GC-MS 定性分析,得到总离子流图,结果见图 1。通过与 NIST08 标准谱库的质谱图作对比,鉴定出 18 种化合物,占总峰面积量的 91.24%,包

表 3 祁白术的总酚、总黄酮含量与抗氧化活性的相关性分析[†]

Table 3 Correlation analysis between total phenolic, flavonoid contents and antioxidant activity of Qi Baizhu

指标	总酚含量	总黄酮含量	还原能力	ABTS 自由基清除能力	DPPH 自由基清除能力
总酚含量	1.000				
总黄酮含量	0.907 *	1.000			
还原能力	0.949 **	0.967 **	1.000		
ABTS 自由基清除能力	0.982 **	0.831 *	0.875 *	1.000	
DPPH 自由基清除能力	0.956 **	0.879 *	0.874 *	0.955 **	1.000

† * 代表显著相关性($P<0.05$); ** 代表极显著相关性($P<0.01$)。

表 4 祁白术不同极性萃取物对 4 种菌的抑菌圈直径[†]

Table 4 Diameter of inhibitory zone of different polarity fractions of Qi Baizhu against four common bacterial strains

样品	大肠杆菌	金黄色葡萄球菌	枯草芽孢杆菌	绿脓杆菌
CK	—	—	—	—
甲醇粗提物	8.50 ± 0.58^c	8.38 ± 0.75^d	7.25 ± 0.65^d	8.75 ± 0.96^c
正己烷相	10.38 ± 0.85^b	10.13 ± 0.48^b	9.63 ± 0.25^b	10.25 ± 0.50^b
二氯甲烷相	9.00 ± 0.71^c	9.13 ± 0.25^c	8.88 ± 0.25^c	9.25 ± 0.29^{bc}
乙酸乙酯相	7.25 ± 0.29^d	—	—	8.63 ± 0.75^c
正丁醇相	6.75 ± 0.96^d	—	—	8.00 ± 1.35^c
水相	—	—	—	—
PP	11.38 ± 0.85^a	11.25 ± 0.29^a	12.25 ± 0.50^a	12.25 ± 0.29^a

† 萃取物浓度为 10 mg/mL,PP 浓度为 1 mg/mL;同列不同上标字母表示在统计学上具有显著差异($P<0.05$)。

表 5 祁白术正己烷相对 4 种菌的抑菌圈直径[†]

Table 5 Diameter of inhibitory zone of hexane fraction from Qi Baizhu against four common bacterial strains

样品	浓度/(mg·mL ⁻¹)	大肠杆菌	金黄色葡萄球菌	枯草芽孢杆菌	绿脓杆菌
CK		—	—	—	—
	1	8.75 ± 0.29^c	8.63 ± 1.25^c	8.50 ± 1.29^c	8.88 ± 0.48^c
	5	9.63 ± 0.95^{bc}	8.75 ± 0.50^c	9.00 ± 1.58^c	9.88 ± 0.75^b
正己烷相	10	10.38 ± 0.85^{ab}	10.13 ± 0.48^b	9.63 ± 0.25^{bc}	10.25 ± 0.50^b
	15	10.63 ± 1.25^{ab}	10.50 ± 0.71^{ab}	10.00 ± 0.91^{bc}	10.63 ± 0.48^b
	20	11.00 ± 0.58^a	11.00 ± 0.41^{ab}	10.88 ± 1.11^{ab}	11.63 ± 0.75^a
PP	1	11.38 ± 0.85^a	11.25 ± 0.29^a	12.25 ± 0.50^a	12.25 ± 0.29^a

† 同列不同字母表示在统计学上具有显著差异($P<0.05$)。

括 3 种酚类(35.02%)、2 种醇类(28.63%)、9 种烯类(15.42%)、3 种酮类(8.99%)、1 种酯类(3.18%)化合物。由表 6 可知,甲醇粗提物的主要化学成分为 3,3'-二氨基-4,4'-二羟基联苯(33.47%)、 β -桉叶醇(28.33%)、 β -愈创木烯(5.91%)、3,3,5,6,7-五甲基-1-茛满酮(4.70%)、癸二酸二异辛酯(3.18%)、 γ -榄香烯(3.11%)等。

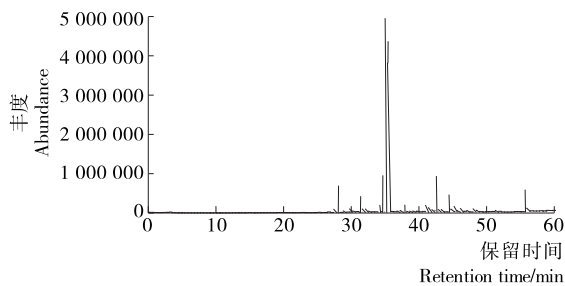


图 1 祁白术甲醇粗提物的 GC-MS 总离子流图
Figure 1 Total ion chromatogram of methanol crude extract of Qi Baizhu

表 6 祁白术甲醇粗提物的化学成分及其相对含量
Table 6 Chemical constituents and relative contents of methanol crude extract of Qi Baizhu

序号	保留时间/min	化合物	相对含量/%
1	27.748 4	(-)-异丁香烯	0.54
2	28.054 6	γ -榄香烯	3.11
3	28.895 1	α -石竹烯	0.22
4	29.865 4	β -葑澄茄烯	0.56
5	29.953 6	α -芹子烯	0.68
6	30.617 8	2,4-二叔丁基苯酚	0.36
7	31.401 3	(+)-巴伦西亚橘烯	1.95
8	34.286 1	(+)-香橙烯	1.31
9	34.618 2	β -愈创木烯	5.91
10	35.209 7	β -桉叶醇	28.33
11	35.339 4	3,3'-二氨基-4,4'-二羟基联苯	33.47
12	35.578 1	长叶烯	1.14
13	37.243 7	桉油烯醇	0.30
14	37.928 6	桔利酮	1.30
15	42.572 4	3,3,5,6,7-五甲基-1-茛满酮	4.70
16	44.611 5	1',8'-二羟基-3',6'-二甲基-2-萘乙酮	2.99
17	48.300 6	2-(3,7-二甲基-2,6-二辛烯基)-4-甲氧基苯酚	1.19
18	55.881 2	癸二酸二异辛酯	3.18

3 结论

经过试验可知,祁白术乙酸乙酯相中的总酚、总黄酮含量最高,且表现出最强的抗氧化活性。相关性分析表明,总酚、总黄酮含量与还原能力和对 ABTS、DPPH 自由基清除能力均呈显著正相关,说明总酚、总黄酮是祁白术中的主要

抗氧化活性成分。体外抑菌试验显示,正己烷相对大肠杆菌、金黄色葡萄球菌、枯草芽孢杆菌和绿脓杆菌的抑制作用最显著。经 GC-MS 分析甲醇粗提物中的主要化学成分,共 18 种化合物,以酚、醇、烯类化合物为主,其中高含量的酚类、醇类、烯类化合物可能是潜在的抑菌活性成分。本研究阐明了道地药材祁白术的药效物质基础,为祁白术资源的综合开发与利用提供了理论依据。下一步将对祁白术活性部位的分离纯化做进一步的分析,以明确祁白术抗氧化和抑菌作用的主要组分。

参考文献

[1] 岳美颖,潘媛,敖慧. 白术化学、药理与临床研究进展[J]. 亚太传统医药,2016,12(5): 66-68.

[2] 李云志,白雪. 祁白术半野生和野生品以及和栽培品化学成分相似性初步研究[J]. 时珍国医国药,2012,23(9): 2 241-2 242.

[3] 李云志,刘兰花,江洪波. 野生祁白术化学成分的 HPLC-ESI-TOF/MS 快速分离鉴别[J]. 时珍国医国药,2013,24(12): 2 931-2 932.

[4] ZHOU Jue, QU Fan, YU Yong-ping. Chemical and ecological evaluation of a genuine Chinese medicine: *Atractylodes macrocephala* Koidz[J]. African Journal of Traditional, Complementary and Alternative Medicines, 2011, 8(4): 405-411.

[5] 胡长玉,陈爱珍,张慧冲,等. 安徽野生祁白术生物学特性研究初报[J]. 黄山学院学报,2004,6(6): 80-81.

[6] LI Cui-qin, HE Lang-chong, DONG Hai-yan, et al. Screening for the anti-inflammatory activity of fractions and compounds from *Atractylodes macrocephala* Koidz[J]. Journal of Ethnopharmacology, 2007, 114(2): 212-217.

[7] 彭伟,韩婷,刘青春,等. 白术地上部分化学成分研究[J]. 中国中药杂志,2011,36(5): 578-581.

[8] LI Yun-zhi, DAI Min, PENG Dai-yin. New bisesquiterpenoid lactone from the wild rhizome of *Atractylodes macrocephala* Koidz grown in Qimen[J]. Natural Product Research, 2017, 31(20): 2 381-2 386.

[9] 张雪青,邵邻相,吴文才,等. 白术挥发油抑菌及抗肿瘤作用研究[J]. 浙江师范大学学报: 自然科学版,2016,39(4): 436-442.

[10] YAO Chun-mei, YANG Xiu-wei. Bioactivity-guided isolation of polyacetylenes with inhibitory activity against NO production in LPS-activated RAW264.7 macrophages from the rhizomes of *Atractylodes macrocephala* [J]. Journal of Ethnopharmacology, 2014, 151(2): 791-799.

[11] 彭敏,顾施健,姜淋洁,等. 白术提取物降血脂作用的有效部位研究[J]. 时珍国医国药,2011,22(10): 2 363-2 365.

[12] 石娜,苏洁,杨正标,等. 白术多糖对 D-半乳糖致衰老模型小鼠的抗氧化作用[J]. 中国新药杂志,2014,23(5): 577-581.

[13] 胡长玉,张慧冲,陈爱珍,等. 野生祁白术的营养成分分析[J]. 生物学杂志,2005,22(3): 37-38.

[14] 胡长玉,徐有志. 祁白术多糖提取工艺研究[J]. 生物学杂志,2010,27(4): 57-59.

(下转第 198 页)

- 脂紊乱相关指标的影响[J]. 中国运动医学杂志, 2013, 32(11): 1 013-1 017.
- [11] 程水明, 桂元, 沈思, 等. 茯苓皮三萜类物质抗氧化活性研究[J]. 食品科学, 2011, 32(9): 27-30.
- [12] 王青, 胡明华, 董燕, 等. 茯苓多糖对免疫抑制小鼠粘膜淋巴组织及脾脏中 CD3+ 和 CD19+ 细胞变化的影响[J]. 中国免疫学杂志, 2011, 27(3): 228-231.
- [13] LING Hui, ZHANG Yao-chun, NG Ka-yun, et al. Pachymic acid impairs breast cancer cell invasion by suppressing nuclear factor-B-dependent matrix metalloproteinase-9 expression[J]. Breast Cancer Res Treat, 2011, 126(3): 609-620.
- [14] AKIHISA T, NAKAMURA Y, TOKUDA H, et al. Triterpene acids from *Poria cocos* and their anti-tumor-promoting effect[J]. J Nat Prod, 2007, 70(6): 948-953.
- [15] 王司军. 茯苓水溶性多糖预防大鼠肾结石形成作用机制研究[D]. 济南: 山东大学, 2012: 68-72.
- [16] 侯安继, 彭施萍, 项荣. 茯苓多糖抗炎作用研究[J]. 中药药理与临床, 2003, 19(3): 15-16.
- [17] NUKAYA H, YAMASHIRO H, FUZAKAWA H, et al. Isolation of inhibitors of TPA-induced mouse ear edema from *hohen*, *Poria cocos*[J]. Chem Pharm Bull, 1996, 44(4): 847-849.
- [18] KE Rui-dian, LIN Shun-fa. Analysis of chemical composition polysaccharides from *Poria cocos* wolf and its anti-tumor activity by NMR spectroscopy[J]. Carbohydrate Polymers, 2010, 80(1): 31-34.
- [19] HUANG Qi-lin, YONG Jin, ZHANG Li-na, et al. Structure, molecular size and antitumor activities of Polysaccharides from *Poria cocos* mycelia produced in fermenter[J]. Carbohydrate Polymer, 2007, 70(3): 324-333.
- [20] 钟昔阳, 贾继伟, 王士雷, 等. 茯苓面条加工工艺中复合磷酸盐和食用碱工艺参数的响应面法优化[J]. 安徽农业科学, 2013(8): 3 659-3 662.
- [21] 程水明, 饶东, 周国钰. 茯苓面包的研制[J]. 食品工业科技, 2008(5): 180-182.
- [22] 於小波, 管俊峰. 我国茯苓药材主要产区资源调查[J]. 时珍国医国药, 2011(3): 714-716.
- [23] 杜双奎, 魏益民, 张波. 挤压膨化过程中物料组分的变化分析[J]. 中国粮油学报, 2005(3): 39-43, 47.
- [24] 魏益民, 蒋长兴. 挤压膨化工艺参数对产品质量影响概述[J]. 中国粮油学报, 2005(2): 33-36, 40.
- [25] 郑大朋. 面包糠挤压膨化工艺研究[D]. 福州: 福建农林大学, 2012.
- [26] 陈子意. 槟榔芋全粉挤压膨化特性的研究[D]. 福州: 福建农林大学, 2015.
- [27] 石磊. 颗粒度及糊化度对玉米粉理化性质的影响[J]. 咸阳: 西北农林科技大学, 2014: 10-15.
- [28] 张凌泓. 临床营养粉剂的冲调性评价及影响因素分析[D]. 武汉: 华中农业大学, 2013.
- [29] 李合生. 植物生理生化实验原理和技术[M]. 北京: 高等教育出版社, 2000: 124-125.
- [30] 党娟, 秦礼康, 金毅. 不同品种糙薏米萌芽特性比较及其工艺优化[J]. 食品与机械, 2015, 31(5): 250-255.
- [31] 胡柏, 张宇, 张晖. 红米多酚对体外碳水化合物消化和吸收的影响[J]. 现代食品科技, 2015, 31(10): 134-139.
- [32] 董群, 郑丽伊, 方积年. 改良的苯酚-硫酸法测定多糖和寡糖含量的研究[J]. 中国药理学杂志, 1996, 31(9): 550-553.
- [33] 杨鹏飞, 李保明, 王振中. HPLC 法同时测定桂枝茯苓胶囊中 4 种茯苓三萜酸成分[J]. 中草药, 2016, 47(18): 3 215-3 218.
- [34] 吴广森. 紫糯全麦粉的挤压膨化处理及其应用研究[D]. 泰安: 山东农业大学, 2015: 14-15.
- [35] 陈琳, 郑喜群, 刘晓兰. 膨化糯玉米速溶营养粉的研究[J]. 食品科技, 2011, 36(8): 161-163.
- [36] 曾洁, 李新华, 程玉来, 等. 糯玉米粉-膨化粉混粉的功能性质研究[J]. 中国粮油学报, 2006(6): 38-42.
- [37] 李佳宁. 多元营养粉的冲调性改良[D]. 无锡: 江南大学, 2009: 7-8.

(上接第 158 页)

- [15] KHOUDJA N K, BOULEKBACHE-MAKHOLOUF L, MANDANI K. Antioxidant capacity of crude extracts and their solvent fractions of selected Algerian *Lamiaceae*[J]. Industrial Crops and Products, 2014, 52: 177-182.
- [16] 严鑫, 王委, 刘量. 绞草萃取物体外抗氧化活性及其总酚含量比较[J]. 食品与机械, 2016, 32(8): 143-146.
- [17] LARRAURI M, ZUNINO M P, ZYGADLO J A, et al. Chemical characterization and antioxidant properties of fractions separated from extract of peanut skin derived from different industrial processes[J]. Industrial Crops and Products, 2016, 94: 964-971.
- [18] 吴永祥, 王祥, 江海涛, 等. 不同极性柳叶蜡梅叶萃取物总酚含量及其抗氧化、抑菌能力研究[J]. 食品与机械, 2017, 33(8): 150-154.
- [19] 付晶晶, 肖海芳, 宋元达. 金银花等 6 种植物提取物总黄酮含量与抗氧化性相关性研究[J]. 食品与机械, 2017, 33(6): 159-163.
- [20] SAHREEN S, KHAN M R, KHAN R A. Evaluation of antioxidant activities of various solvent extracts of *Carissa opaca* fruits[J]. Food Chemistry, 2010, 122(4): 1 205-1 211.
- [21] 汪光华, 唐树平, 彭名军, 等. 高良姜中 4 种黄酮化合物的体外抗氧化能力及抑菌活性研究[J]. 食品与机械, 2017, 33(5): 168-172.
- [22] DUBE P, MEYER S, MARNEWICK J L. Antimicrobial and antioxidant activities of different solvent extracts from fermented and green honeybush (*Cyclopia intermedia*) plant material[J]. South African Journal of Botany, 2017, 110: 184-193.
- [23] 高洁, 董文宾, 王勇, 等. 山皂荚多糖的提取工艺及抑菌活性[J]. 食品与机械, 2017, 33(3): 145-149.
- [24] 吴永祥, 杨庆, 李林, 等. 豆腐柴叶挥发油化学成分及其抗氧化和抑菌作用研究[J]. 天然产物研究与开发, 2018, 30(1): 45-51.
- [25] 孟醒, 李安平, 余江帆, 等. 平卧菊三七提取物体外抗氧化活性研究[J]. 食品与机械, 2016, 32(10): 145-150.
- [26] 陆俊, 罗丹, 张佳琦, 等. 三叶木通不同部位多酚、黄酮含量及抗氧化活性比较[J]. 食品与机械, 2016, 32(8): 132-135.