

刘钱薇,葛小东,张 钱,等. 山芝麻多糖的超声辅助提取工艺优化及对 α -葡萄糖苷酶的抑制活性[J]. 江苏农业科学,2017,45(5):183-188.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2017.05.052

山芝麻多糖的超声辅助提取工艺优化及对 α -葡萄糖苷酶的抑制活性

刘钱薇^{1,2,3}, 葛小东⁴, 张 钱³, 程德林⁴, 许 伟^{2,3}, 邵 荣^{2,3}, 云 志¹

(1. 南京工业大学化学化工学院, 江苏南京 210000; 2. 盐城工学院海洋与生物工程学院, 江苏盐城 224000;

3. 江苏海洋滩涂生物化学与生物技术重点建设实验室, 江苏盐城 224000; 4. 盐城市康林达生物科技有限公司, 江苏盐城 224000)

摘要:以山芝麻粉为原料,以蒸馏水为提取剂,以多糖提取率为考察指标,采用超声辅助法提取山芝麻多糖。在单因素试验的基础上,设计响应面试验优化山芝麻多糖提取的工艺条件,并考察山芝麻多糖对 α -葡萄糖苷酶的抑制率。结果表明,最佳工艺条件为提取时间 42 min、提取温度 83 $^{\circ}\text{C}$ 、液料比 32 mL:1 g,在此最优条件下,山芝麻多糖的提取率达到 7.676%。山芝麻多糖的紫外、红外谱图分析可知,主要官能团有 O—H 键、糖类中甲基的 C—H 对称和非对称键、C=O 键和吡喃型糖环。比较同浓度下阿卡波糖片和山芝麻多糖对 α -葡萄糖苷酶的抑制率发现,当浓度大于 30 $\mu\text{g/mL}$ 时,山芝麻多糖的抑制率高于阿卡波糖片。综合分析可知,山芝麻多糖有明显的降血糖功效,研究结果可为山芝麻降糖产品的开发提供参考。

关键词:山芝麻多糖;提取;响应面法; α -葡萄糖苷酶

中图分类号: R284.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2017)05-0183-05

山芝麻(*Helicteres angustifolia* L.)为梧桐科植物,其味苦、性寒,可解表清热、解毒消肿。山芝麻始载于《生草药性备要》^[1],是民间常用的中草药。国内目前对山芝麻的研究主要着眼于抗炎、抗病毒^[2]。潘英采用山芝麻、地胆草等制成复方感冒颗粒,用于治疗感冒^[3];郭宏炳等采用岗梅、水杨梅和山芝麻制成复方岗梅冲剂,用于急性咽喉炎的治疗^[4];黄权芳等采用血清药理学方法,在乙型肝炎病毒(HBV)的体外细胞培养系统中进行山芝麻抗 HBV 作用观察^[5]。日本筑波大学张振亚等发现,山芝麻的水提取物和醇提取物具有降血糖、抗肿瘤的功效^[6-9]。山芝麻作为一种中药材,在总体药效方面得到了广泛的认可,但对于其有效活性成分的提取分离研究还不够深入。近年来研究表明,部分天然植物多糖具有降血糖^[10]、降血脂^[11]、抗氧化^[12]、抗凝血^[13]、抗衰老^[14]、增强免疫^[15]等多重功效,使其成为科研人员关注的重点。

超声波法提取多糖具有分散破坏植物组织、加快溶剂萃取、缩短浸提时间等优点,既弥补了传统水提法的高能耗、低提取率的缺点,也避免了酶提法的耗时和超临界萃取法对设备的高要求^[16]。本研究采用超声辅助法提取山芝麻多糖,并采用响应面法优化提取工艺,同时比较同浓度山芝麻多糖、阿卡波糖片对 α -葡萄糖苷酶的抑制率。

1 材料与方法

1.1 材料

试验原料为山芝麻根。

试验试剂:无水葡萄糖、浓硫酸、苯酚、无水乙醇、无水碳酸钠、磷酸氢二钠、磷酸二氢钠、4-硝基苯基- β -D-吡喃葡萄糖苷、谷胱甘肽、溴化钾,购自国药科技有限公司; α -葡萄糖苷酶,购自美国 Sigma 公司;阿卡波糖片,购自德国拜耳公司。以上试剂均为分析纯。

1.2 主要仪器设备

主要仪器与设备:XO-SM50 超声微波组合反应系统,南京先欧生物科技有限公司;TGLL-18K 高速冷冻离心机,太仓市华美生化仪器厂;EYELAN-1100 旋转蒸发仪,埃朗科技国际贸易(上海)有限公司;FD-1A-5D 冷冻干燥箱,北京博医康医疗有限公司;IRTracer-100 傅里叶变换红外光谱仪,日本岛津公司;UV2310 II 紫外可见分光光度仪,上海天美科学仪器有限公司。

1.3 试验方法

1.3.1 原料预处理 将山芝麻根洗净,于 50 $^{\circ}\text{C}$ 烘干、粉碎,过 100 目筛,再将粉末于 95% 乙醇中浸泡 48 h,去除其中的杂质,于 50 $^{\circ}\text{C}$ 烘干备用。

1.3.2 葡萄糖标准曲线绘制 称取适量经过 105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥的无水葡萄糖,加蒸馏水配成浓度为 0.1 mg/mL 的葡萄糖标准溶液,分别精确量取葡萄糖对照品溶液 0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6、0.7、0.8 mL 于 8 支试管中,分别加蒸馏水至总体积为 2.0 mL,另加 2.0 mL 蒸馏水于 1 支试管中作为空白对照。采用改良的硫酸-苯酚法^[17-18],在 490 nm 处测吸光度,以稀释的葡萄糖标准浓度 C (mg/mL) 为横坐标,以 $D_{490\text{ nm}}$ 为纵坐标,绘制标准曲线方程: $D_{490\text{ nm}} = 0.8435C + 0.1703$, $r^2 =$

收稿日期:2016-08-22

基金项目:江苏省产学研前瞻性项目(编号:BY2015057-29)。

作者简介:刘钱薇(1992—),女,江苏泰州人,硕士研究生,主要从事天然植物有效成分提取及结构研究。E-mail:794760611@qq.com。

通信作者:云 志,博士,教授,博士生导师,主要从事天然资源加工、化工分离研究。E-mail:zyun9999@163.com。

0.993。

1.3.3 山芝麻多糖提取及其多糖含量测定 精确称取 10 g 山芝麻根粉末(经“1.3.1”节方法处理),在不同提取温度、时间、料液比条件下提取山芝麻多糖,对提取液进行离心(8 000 r/min,15 min),取上清液,测定提取液的体积;取 1 mL 粗多糖溶液,稀释至 50 mL,采用硫酸-苯酚法测定其多糖含量($D_{490\text{ nm}}$),根据标准曲线计算山芝麻多糖提取率。剩余的提取液于 55 ℃减压蒸馏至原体积的 1/8~1/10,在浓缩液中加入 4 倍体积的无水乙醇(最终乙醇体积分数为 80%),并于 4 ℃下静置过夜、离心,得到固体沉淀物,加少量水至固体沉淀物完全溶解,冷冻干燥得山芝麻粗多糖。多糖的提取率(Y)按式(1)计算:

$Y = (D_{490\text{ nm}} - 0.1703) \times 50V / (m \times 0.8435) \times 100\%$ 。(1)式中: Y 为多糖的提取率,%; V 为提取液体积,mL; m 为山芝麻原料的质量,g。

1.3.4 α -葡萄糖苷酶的抑制率测定 量取 1 mL 多糖样品溶液于试管中,加入 2 mL 67 mmol/L pH 值 6.8 的磷酸盐缓冲溶液,再加入 0.1 mL 1 μ /mL α -葡萄糖苷酶,混匀后于 37 ℃温孵 10 min;然后加入 0.1 mL 3 mmol/L 谷胱甘肽溶液,再加入 0.25 mL 10 mmol/L 4-硝基苯基- β -D-吡喃葡萄糖苷起始反应。该反应于 37 ℃进行 20 min,加入 2 mL 0.1 mol/L Na_2CO_3 终止反应,用紫外分光光度计测定 400 nm 处的吸光度 $D_{400\text{ nm}}$ ^[19]。试验分组设计见表 1。

表 1 不同试验组的设计

组别	磷酸盐缓冲液 (pH 值=6.86)	α -葡萄糖 苷酶	α -葡萄糖 苷酶抑制剂	吸光度
空白组	+	-	+	D_{C_2}
对照组 1	+	-	-	D_{C_1}
对照组 2	+	+	-	D_0
待测样品组	+	+	+	D_i

注:“+”表示加入试剂,“-”表示未加入试剂。

山芝麻多糖对 α -葡萄糖苷酶的抑制率(Y)按式(2)计算:

$$Y = \frac{(D_0 - D_{C_2}) - (D_i - D_{C_1})}{(D_0 - D_{C_2})} \times 100\%。(2)$$

1.3.5 山芝麻多糖紫外光谱分析 将山芝麻多糖样品充分溶解于超纯水中,离心后取上清液,用紫外可见分光光度计扫描其水溶液在 200~400 nm 范围内的吸收光谱。

1.3.6 山芝麻多糖红外光谱分析 将干燥的山芝麻多糖与溴化钾(KBr)混合研磨后压片,采用红外光谱检测器在 4 000~400 cm^{-1} 范围内进行扫描。

1.3.7 单因素试验 分别称取 10 g 山芝麻粉,按液料比 15 mL:1 g、20 mL:1 g、25 mL:1 g、30 mL:1 g、35 mL:1 g、40 mL:1 g 加入蒸馏水,70 ℃超声 40 min,离心(8 000 r/min,15 min),取上清液,测量提取液体积。

分别称取 10 g 山芝麻粉,液料比为 30 mL:1 g,在 70 ℃环境下超声,时间分别为 25、30、35、40、45、50 min,离心(8 000 r/min,15 min),取上清液,测量提取液的体积。

分别称取 10 g 山芝麻粉,液料比为 30 mL:1 g,分别在 50、60、70、80、90、100 ℃超声 40 min,离心(8 000 r/min,15 min),取上清液,测定提取液的体积。

以上试验结束后,均取 1 mL 粗多糖溶液稀释至 50 mL,采用硫酸-苯酚法测定其多糖含量,并计算多糖提取率。

1.3.8 响应面试验 综合单因素试验结果,根据 Box-Benhknen 的中心组合试验设计原理^[20],采用响应面法在 3 因素 3 水平上对山芝麻多糖的提取条件进行优化。试验因素和水平见表 2。

表 2 响应面分析因素及水平

水平	因素		
	A:液料比(mL:g)	B:提取时间(min)	C:提取温度(℃)
-1	25:1	35	70
0	30:1	40	80
1	35:1	45	90

2 结果与分析

2.1 单因素试验中各因素对多糖提取率的影响

由图 1-a 可知,当液料比从 15 mL:1g 增加到 30 mL:1 g 时,多糖提取率明显提高。原因是随着溶剂的增加,液固间质量浓度差增加,传质推动力加大,传质速率和提取率也相应提高^[21]。当液料比达到 30 mL:1 g 时,多糖的扩散达到极点,多糖提取率达到 7.334%,这与郭希娟等超声提取南瓜多糖的工艺研究中的最佳液料比 34 mL:1 g 接近^[22]。随着液料比进一步提高到 40 mL:1 g,多糖提取率略有下降,这是由于固体内部存在传质极限,达到极限时即使增加溶剂,传质推动力也不会加大,且溶剂对超声有吸收损耗,降低了超声对细胞壁的破坏^[23]。考虑到浸提液在后续工序中需要浓缩,从节约原料角度考虑选择液料比为 30 mL:1 g。

由图 1-b 可知,随着提取时间的延长,多糖提取率在 40 min 前增加较为明显,40 min 后多糖提取率略有下降。超声的机械作用及空化效应加快了分子运动,使山芝麻细胞壁被破坏,加快溶质溶出,而超声时间过短,超声效应不明显,多糖提取率也较低^[24]。在 40 min 多糖提取率达到极点,达到 7.502%,这与诸爱士等用超声提取海藻多糖工艺研究中的最佳提取时间 45 min 接近^[25]。超声时间超过 40 min 时,提取出的山芝麻多糖会在超声作用下断键,使多糖提取率有所降低^[26]。为减少能耗,节省时间,本研究选择提取时间为 40 min。

由图 1-c 可知,在 80 ℃之前,随温度的升高,多糖提取率不断提高。原因是随着温度的升高,分子运动加快,使得溶剂交换速度增加,从而提高多糖提取率^[27]。在 80 ℃时,提取率达到最大值,这与刘岩等超声辅助提取大蒜多糖工艺研究中的最佳提取温度 85 ℃接近^[28]。温度超过 80 ℃时,山芝麻多糖提取率缓慢下降,可能是由于温度过高,多糖会断键,使提取率降低^[29]。因此,本研究选择提取温度为 80 ℃。

2.2 响应面试验结果与分析

2.2.1 回归方程建立与回归模型分析 响应面试验设计及试验结果汇总如表 3 所示。在单因素试验结果基础上,以液料比(A)、提取时间(B)、提取温度(C)为自变量,以多糖提取率 Y 为响应值,采用 Design-Expert 8.0 程序对所得数据进行非线性回归,获得二次多项式回归模型,去掉不显著项,其回归模型可以简化为 $Y = 7.58 + 0.59A + 0.21B + 0.32C - 0.84A^2 - 0.27B^2 - 0.52C^2$ 。

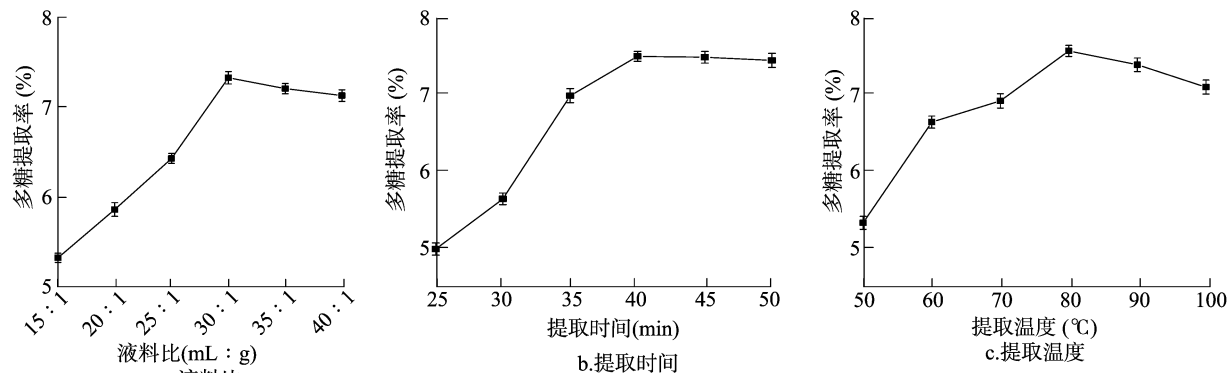


图1 各因素对山芝麻多糖提取率的影响

表 3 Box – Behnken 试验设计及结果

试验号	A:液料比	B:提取时间	C:提取温度	提取率 (%)
1	-1	-1	0	5.357
2	1	-1	0	7.107
3	-1	1	0	5.807
4	1	1	0	7.557
5	-1	0	-1	4.956
6	1	0	-1	6.766
7	-1	0	1	5.658
8	1	0	1	7.468
9	0	-1	-1	6.315
10	0	1	-1	6.685
11	0	-1	1	6.877
12	0	1	1	7.247
13	0	0	0	7.835
14	0	0	0	7.517
15	0	0	0	7.233
16	0	0	0	7.942
17	0	0	0	7.353

该回归模型及模型系数显著性验证结果见表 4,可知该模型的 P 值为 0.000 2,表明该模型山芝麻多糖提取率的试验值和拟合值的拟合度很好;该模型失拟项的 P 值 = 0.981 7 > 0.1,表明二级模型是合理的,可以用于分析和预测山芝麻多糖提取的工艺条件。

表 4 回归模型的方差分析结果

方差来源	自由度	平方和	均方	F 值	P 值	显著性
模型	9	12.34	1.37	24.81	0.000 2	**
A	1	6.34	6.34	114.71	<0.000 1	**
B	1	0.34	0.34	6.09	0.043 0	*
C	1	0.8	0.8	14.46	0.006 7	**
AB	1	0.0	0.0	0.0	1.0	—
AC	1	0.0	0.0	0.0	1.0	—
BC	1	0.0	0.0	0.0	1.0	—
A ²	1	3.00	3.00	54.29	0.000 2	**
B ²	1	0.32	0.32	5.76	0.047 4	*
C ²	1	1.14	1.14	20.61	0.002 7	**
失拟项	3	0.015	0.004 933	0.053	0.981 7	—
误差项	4	0.37	0.093	—	—	—
总离差	16	12.72	—	—	—	—

注:“**”表示差异极显著 ($P < 0.01$),“*”表示差异显著 ($0.01 < P < 0.05$),“—”表示差异不显著; $R^2 = 0.997 6$ 。

对模型系数显著性分析可知,A、C、A²、C² 对山芝麻多糖提取率的影响是极显著的,B、B² 对山芝麻多糖提取率的影响是显著的。因素的 F 值可以判定因素对响应值的显著性, F 值越大,表明该因素对山芝麻多糖提取率的影响越显著。一次项中各因素对山芝麻多糖提取率影响的显著性大小顺序为料液比(A) > 提取温度(C) > 提取时间(B)。

2.2.2 响应面试验中双因素交互作用影响 图 2 - a ~ 图 2 - f 分别直观地给出了各个因子交互作用的响应面和等高线。等高线的形状可反映交互效应的强弱,椭圆形表示 2 个因素交互作用较强,而圆形则反之^[30]。山芝麻多糖提取率随液料比增加先升高后略降低,这是由于溶剂的增加使传质推动力增加,而达到传质极限时,传质推动力不再增加且细胞壁破损程度减弱。山芝麻多糖提取率随提取时间先快速升高后趋于平缓,原因是超声可以加快溶质从细胞内到溶剂的扩散和渗透过程,而山芝麻中的多糖含量是固定的,40 min 后山芝麻多糖提取率趋于平缓。从图 2 也可以看出,提高温度可提高山芝麻多糖提取率,但温度超过 80 °C 时,山芝麻多糖提取率呈下降趋势。因为提高温度可以加快分子运动,加快溶质扩散到溶剂中,而过高的温度则会使多糖键断裂,影响提取率。

2.3 最佳工艺验证试验

经过 Design - Expert 设计得到山芝麻多糖提取的最佳条件:液料比 32.64 mL : 1 g、提取时间 41.86 min、提取温度 83.05 °C,在此条件下的山芝麻多糖提取率达 7.897%。考虑到实际操作的可性,将提取条件修正为液料比 32 mL : 1 g、提取时间 42 min、提取温度 83 °C,在此条件下进行 3 次重复试验,得到的山芝麻多糖平均提取率为 7.676%,验证性试验与设计试验的结果误差为 1.67%,表明该模型是可行的。

2.4 山芝麻多糖紫外谱图分析

从图 3 可以看出,在 200 ~ 400 nm 范围内,曲线整体呈下降趋势,符合多糖特征;在 280 nm 处有弱吸收峰,表明含有少量的蛋白质^[31]。

2.5 山芝麻多糖红外谱

从图 4 可以看出,3 412 cm⁻¹处有强宽峰,可能为山芝麻多糖主要官能团 O—H 伸缩振动引起;2 926 cm⁻¹的峰由糖类中的甲基 C—H 对称和非对称伸缩振动引起;1 621cm⁻¹处为 C=O 振动吸收峰;1 329cm⁻¹为 C—H 弯曲振动吸收峰;1 258 cm⁻¹ 为 C—H 变角振动吸收峰;1 046 cm⁻¹附近存在吡喃型糖环,这些均为糖的特征吸收峰^[32]。

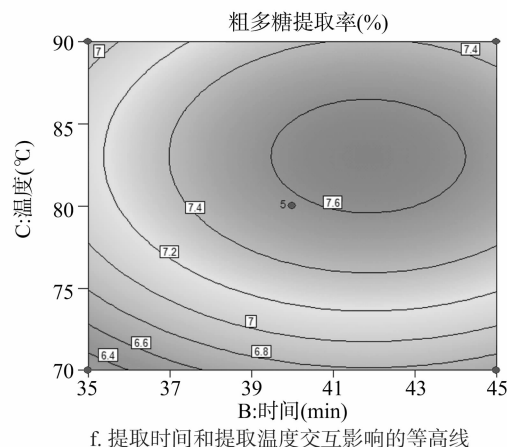
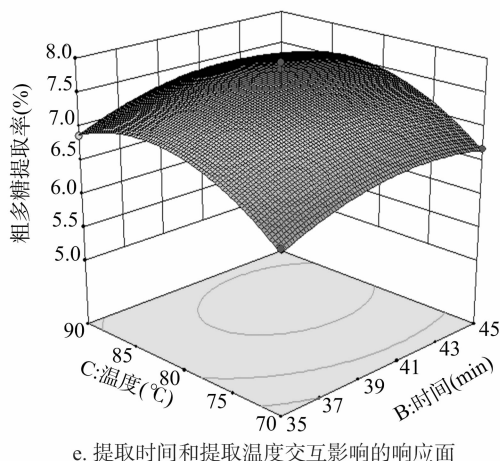
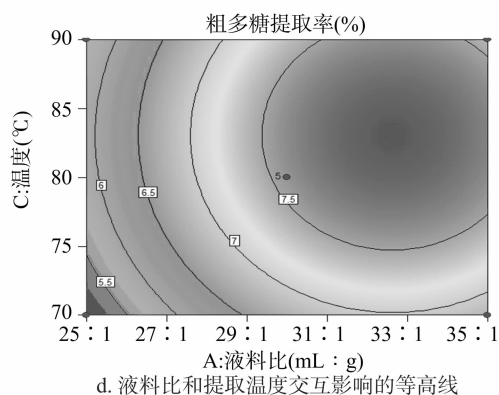
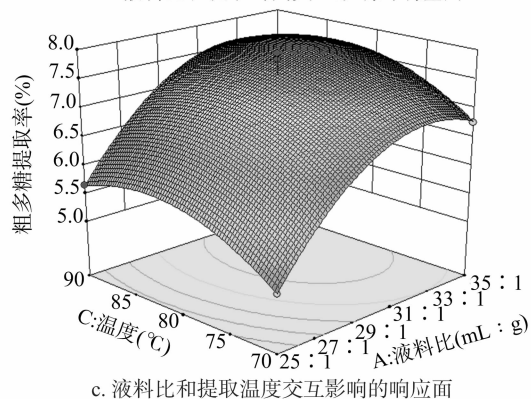
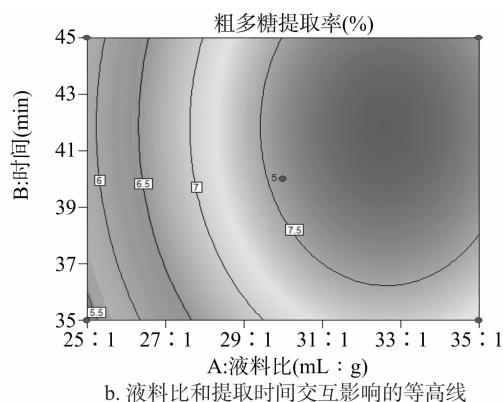
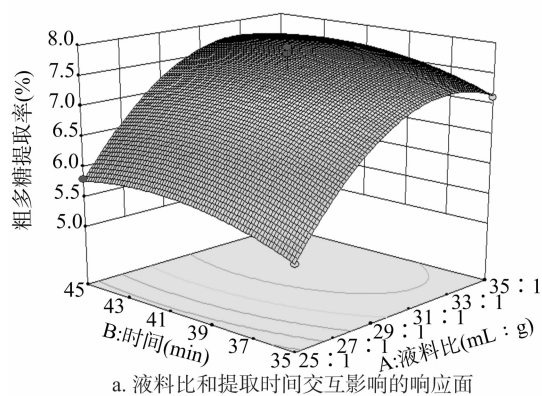
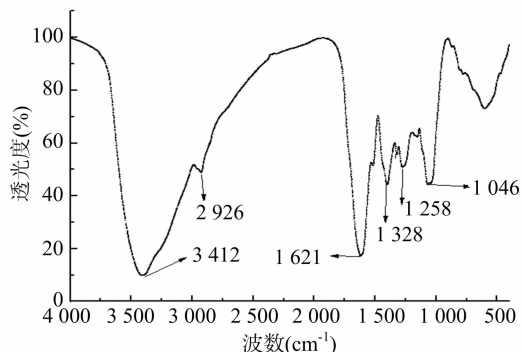
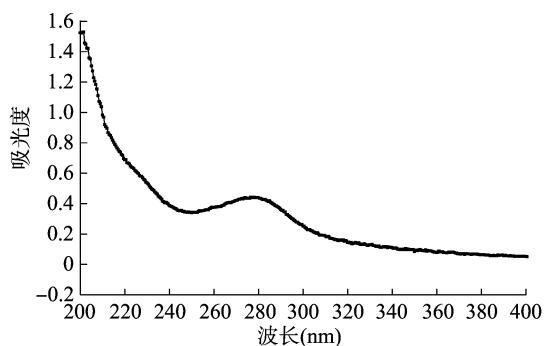


图2 因素间的交互作用对山芝麻多糖提取率的影响



2.6 山芝麻多糖对 α -葡萄糖苷酶的抑制活性

阿卡波糖是市面上较为常见的治疗糖尿病的口服药物,其治疗原理是抑制小肠内的 α -葡萄糖苷酶,从而抑制多糖

降解,减缓糖的吸收。以阿卡波糖作为对照,分别以阿卡波糖片、山芝麻多糖浓度为横坐标,对应的抑制率为纵坐标,绘制柱形图。从图5可以看出,当浓度 $\geq 30 \mu\text{g/mL}$ 时,同浓度山

芝麻多糖对 α -葡萄糖苷酶的抑制率高于阿卡波糖片,表明山芝麻多糖有一定的降糖潜力。

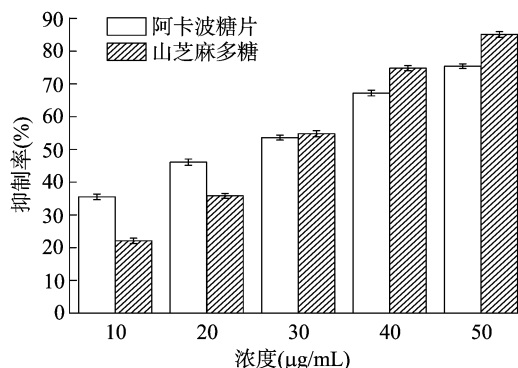


图5 阿卡波糖片、山芝麻多糖对 α -葡萄糖苷酶抑制率比较

3 结论

在单因素试验的基础上,将响应面法应用于优化山芝麻多糖的提取。结果表明,液料比、提取时间、液料比的平方项和提取时间的平方项对多糖提取率的影响显著或极显著,一次项中各因素的显著性大小依次为液料比(A) > 提取温度(C) > 提取时间(B)。得到多糖提取的最佳条件:液料比 32 mL : 1 g、提取时间 42 min、提取温度 83 $^{\circ}\text{C}$,多糖的实际提取率为 7.676%。所得试验数据为山芝麻多糖提取工艺放大提供了参考。

对山芝麻多糖的紫外谱图、红外谱图分析可得,提取的山芝麻多糖含有少量的蛋白质,主要官能团有 O—H、糖类中的甲基的 C—H、C=O、吡喃型糖环。比较同浓度下的阿卡波糖片和山芝麻多糖对 α -葡萄糖苷酶抑制率可知,当浓度 $\geq 30 \mu\text{g/mL}$ 时,山芝麻多糖对 α -葡萄糖苷酶有更高的抑制率。综上所述,超声辅助法提取山芝麻多糖是可行的,且提取的山芝麻多糖具有明显的降糖功效,研究结果可为进一步开发降糖食品和药品奠定基础。

参考文献:

- [1] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草(第 5 卷)[M]. 上海:上海科学技术出版社,1998:384-385.
- [2] 广东省食品药品监督管理局. 广东省中药材标准[M]. 广州:广东科技出版社,2004:16-17.
- [3] 潘英. 复方感冒颗粒剂的制备及临床观察[J]. 医学文选, 1999,18(3):399-400.
- [4] 郭宏炳,林文戈. 复方岗梅冲剂剂的制备及临床疗效观察[J]. 广东医学院学报,1996,16(1):66-67.
- [5] 黄权芳,韦刚,杨辉,等. 山芝麻含药血清对 HepG2. 2. 15 细胞 HBV 复制的抑制作用[J]. 时珍国医国药,2012,23(7):封3-封4.
- [6] Li K J, Yang X, Hu X S, et al. In vitro antioxidant, immunomodulatory and anticancer activities of two fractions of aqueous extract from *Helicteres angustifolia* L. root[J]. Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers, 2016, 61: 75-82.
- [7] Hu X S, Cheng D L, Zhang Z Y. Antidiabetic activity of *Helicteres angustifolia* root[J]. Pharmaceutical Biology, 2016, 54(6): 938-944.
- [8] Li K J, Yu Y, Sun S, et al. Functional characterisation of anticancer

- activity in the aqueous extract of *Helicteres angustifolia* L. roots[J]. PLoS One, 2016, 11(3): e0152017.
- [9] Hu X, Cheng D, Li K, et al. Glucose consumption and α -glucosidase inhibitory activities of aqueous root extract of *Helicteres angustifolia* [J]. European Review for Medical and Pharmacological Sciences, 2016, 20(7): 1423-1429.
- [10] Chen X H, Bai X, Liu Y H, et al. Anti-diabetic effects of water extract and crude polysaccharides from tuberous root of *Liriope spicata* var. *prolifera* in mice[J]. Journal of Ethnopharmacology, 2009, 122(2): 205-209.
- [11] Zhou X, Song G H, Zhang X M, et al. Beneficial effects of crude extract of *Eupatorium lindleyanum* DC. in hyperlipidemia and atherosclerosis[J]. Biotechnology & Biotechnological Equipment, 2016, 30(1): 151-157.
- [12] Ding Q Y, Yang D, Zhang W N, et al. Antioxidant and anti-aging activities of the polysaccharide TLH-3 from *Tricholoma lobayense* [J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2016, 85: 133-140.
- [13] Muschin T, Budragchaa D, Kanamoto T, et al. Chemically sulfated natural galactomannans with specific antiviral and anticoagulant activities[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2016, 89: 415-420.
- [14] Jiang J Y, Kong F S, Li N S, et al. Purification, structural characterization and *in vitro* antioxidant activity of a novel polysaccharide from Boshuzhi[J]. Carbohydrate Polymers, 2016, 147: 365-371.
- [15] Fang Q, Wang J F, Zha X Q, et al. Immunomodulatory activity on macrophage of a purified polysaccharide extracted from *Laminaria japonica*[J]. Carbohydrate Polymers, 2015, 134: 66-73.
- [16] 钟玲,尹蓉莉,张仲林. 超声提取技术在中药提取中的研究进展[J]. 西南军医, 2007, 9(6): 84-87.
- [17] 徐晓飞,陈健. 多糖含量测定的研究进展[J]. 食品科学, 2009, 30(21): 443-448.
- [18] Wang D F, Zhou X L, Li L, et al. A rapid quantitative method for polysaccharides in green tea and oolong tea[J]. European Food Research and Technology, 2008, 226(4): 691-696.
- [19] Wang P C, Zhao S, Yang B Y, et al. Anti-diabetic polysaccharides from natural sources: A review[J]. Carbohydrate Polymers, 2016, 148: 86-97.
- [20] Box G P, Hunter W G. Statistics for experiments: an introduction to design, data analysis and model building[M]. New York: John & Wiley, 1990.
- [21] Hammi M K, Hammami M, Rihouey C, et al. Optimization extraction of polysaccharide from Tunisian *Zizyphus lotus* fruit by response surface methodology: composition and antioxidant activity[J]. Food Chemistry, 2016, 212: 476-484.
- [22] 郭希娟,马萍,张桂芳. 响应面法在南瓜多糖超声提取中的应用[J]. 粮油加工, 2010, 8: 143-146.
- [23] Qu Y, Li C X, Zhang C, et al. Optimization of infrared-assisted extraction of *Bletilla striata* polysaccharides based on response surface methodology and their antioxidant activities[J]. Carbohydrate Polymers, 2016, 148: 345-353.
- [24] Zhang G W, He L, Hu M M. Optimized ultrasonic-assisted extraction of flavonoids from *Prunella vulgaris* L. and evaluation of antioxidant activities *in vitro* [J]. Innovative Food Science & Emerging Technologies, 2011, 12(1): 18-25.

杨秀娟,吴静娜,王运儒,等. 邻苯二甲酸酯(PAEs)胁迫栽培薤菜的检测分析及其迁移规律[J]. 江苏农业科学,2017,45(5):188-192.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2017.05.053

邻苯二甲酸酯(PAEs)胁迫栽培薤菜的检测分析 及其迁移规律

杨秀娟, 吴静娜, 王运儒, 杜国冬, 农耀京

(农业部亚热带果蔬质量监督检验测试中心/广西壮族自治区亚热带作物研究所/

农业部农产品质量安全风险评估实验室,广西南宁 530001)

摘要:应用液相色谱-质谱联用技术,优化、建立 22 个邻苯二甲酸酯(PAEs)成分的检测体系,在此基础上,对 PAEs 胁迫土壤栽培、水栽培的薤菜茎叶、根、土壤、水等进行检测,研究 PAEs 成分迁移规律。结果表明:不同样品中 PAEs 成分的检出率为 40.91%~95.45%,邻苯二甲酸二丁酯(DBP)、邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP)、邻苯二甲酸二异癸酯(DIDP)、邻苯二甲酸二甲酯(DMP)、邻苯二甲酸二苯酯(DPHP)为检测样品中共有的检出成分;随 PAEs 胁迫浓度的提高,叶-茎中 DIBP 含量整体呈减少趋势,根中 DIBP 含量整体呈增加趋势;栽培方式、分析样品种类是影响 DIBP 检出的主效应因子。

关键词:薤菜;土壤栽培;水栽培;邻苯二甲酸酯(PAEs);迁移;邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP)

中图分类号: TS207 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2017)05-0188-05

塑化剂别称增塑剂,是工业上广泛用于增强柔韧性的高分子材料助剂^[1-2]。商品化的增塑剂品种繁多,原料以来源于石油化工的邻苯二甲酸酯(PAEs)为最多。由于 PAEs 与塑料分子间以氢键或范德华力连接而容易迁移到环境中,近年来在生态环境中常检出 PAEs,PAEs 已成为严重威胁人类健康的常见污染物^[2-3]。目前,在大气、水体、土壤、生物乃至人体等自然、人类环境中普遍发现 PAEs 的存在,全球主要工业国家环境中也已普遍检出 PAEs,PAEs 被称为第 2 个全球性“多氯联苯(PCB)污染物”^[4-5]。有研究表明,工业废水排放及农用塑料薄膜、驱虫剂、塑料垃圾等经雨水淋洗、土壤浸润等是 PAEs 类化合物产生的直接途径,而 PAEs 类化合物进入大气,经沉降、雨水淋洗进入土壤、水体环境是间接途

径^[6-12]。农业基质中 PAEs 类化合物的分布、组分与其溶解度关系密切,溶于水的难易程度与其分子量大小呈正相关。由于土层的吸附和过滤作用,地下水中 PAEs 含量一般低于地表水,而作物叶片形状、根系类型、所含亲脂性物质种类及其含量等也会影响作物对 PAEs 的吸收、累积^[13]。2011 年,我国卫生部公布了 17 种 PAEs 类物质为违法添加的非食用物质,并对行业标准《食品中邻苯二甲酸酯测定》进行审订。科研人员不断努力改进样品的前处理技术,并采用先进的仪器提高工作效率和准确性,以精准地检测出更微量的 PAEs 类物质,但质检部门仍无法判定 PAEs 类物质在食品中是否为故意违法添加,还是从各类媒介载体迁移、残留而来,我国的 PAEs 类物质检测标准有待不断完善,限量标准还存在很多空白。

有研究表明,通过数学模型可以预测 PAEs 向食品的迁移过程^[14]。针对 PAEs 在农业环境中的分布、迁移转化及植物吸收特点^[15],探讨 PAEs 组分在农业环境中的迁移、转化规律及植物吸收途径、在可食部位的累积机理等,进一步修正风险评估模型,将为农业生产中 PAEs 的动态监测提供更多数据信息,为 PAEs 污染的修复提供理论依据。

收稿日期:2016-05-19

基金项目:广西热作所科研业务费专项(编号:桂热研 201501)。

作者简介:杨秀娟(1982—),女,硕士,助理研究员,主要从事农产品质量安全检测及风险评估。Tel:(0771)2539085;E-mail:yangxiujuan595@sina.com。

通信作者:农耀京,高级农艺师,主要从事农产品质量安全检测及风险评估。Tel:(0771)2539085;E-mail:njy009@126.com。

[25] 诸爱士,葛宁,张栋. 超声辅助海藻多糖提取[J]. 浙江科技学院学报,2016,28(3):211-215.

[26] Prakash Maran J, Mekala V, Manikandan S. Modeling and optimization of ultrasound-assisted extraction of polysaccharide from *Cucurbita moschata* [J]. Carbohydrate Polymers, 2013, 92(2):2018-2026.

[27] 陆娟,常清泉,王思齐,等. 响应面法优化核桃青皮粗多糖超声提取工艺研究[J]. 北方园艺,2015(22):125-129.

[28] 刘岗,葛勤. 超声辅助大蒜多糖提取研究[J]. 资源开发与市场,2012,28(3):208-210,261.

[29] 王莹,王华,丁宁,等. 响应曲面法优化水溶性银杏叶多

糖提取工艺[J]. 江苏农业科学,2015,43(5):268-270.

[30] Karazhiyan H, Razavi S M, Phillips G O. Extraction optimization of a hydrocolloid extract from cress seed (*Lepidium sativum*) using response surface methodology [J]. Food Hydrocolloids, 2011, 25(5):915-920.

[31] 焦中高. 红枣多糖的分子修饰与生物活性研究[D]. 杨凌:西北农林科技大学,2012:36-40.

[32] Kacurakova M, Capek P, Sasinkova V, et al. FT-IR study of plant cell wall model compounds: pectic polysaccharides and hemicelluloses [J]. Carbohydrate Polymers, 2000, 43(2):195-203.