

潘莹. 冬枣多糖的 2 种提取工艺优化比较[J]. 江苏农业科学, 2015, 43(5): 262–265.  
doi:10. 15889/j. issn. 1002–1302. 2015. 05. 087

# 冬枣多糖的 2 种提取工艺优化比较

潘莹<sup>1,2</sup>

(1. 滨州职业学院, 山东滨州 256603; 2. 山东省黄河三角洲生态环境研究中心, 山东滨州 256603)

**摘要:**以水为提取剂, 采用超声波和微波 2 种处理技术分别对冬枣多糖进行提取, 比较 2 种方法的冬枣多糖得率。结果表明, 超声提取的最佳工艺条件为: 料液比 1 g : 10 mL、提取温度 80 ℃、提取功率 900 W、提取时间 50 min、提取 2 次, 多糖得率为 9. 343%; 微波提取的最佳工艺条件为: 在中高火 720 W, 料液比 1 g : 35 mL、提取时间 50 s、提取 1 次, 多糖得率为 5. 682%。可见, 与微波提取法相比, 超声方法提取冬枣多糖得率更高。

**关键词:**冬枣; 多糖; 超声提取; 微波提取; 最佳工艺条件

**中图分类号:** R284. 2      **文献标志码:** A      **文章编号:** 1002–1302(2015)05–0262–03

冬枣 (*Zizyphus jujuba* cv. Dongzao) 为我国北方地区主要特色水果之一, 其主要分布于山东、河北等地, 冬枣果形美观, 色泽鲜艳, 果肉脆嫩多汁, 富含 19 种人体所需的氨基酸和多种维生素, 含有丰富的钙、钾、铁、锌、铜等多种矿物质微量元素和较多的药用物质如多糖、黄酮类、环磷酸腺苷等, 具有很高的食疗价值和多种保健功效, 因而备受人们喜爱<sup>[1–2]</sup>。多糖广泛分布于自然界中, 是植物中的重要活性物质, 有研究显示具有免疫调节、抗肿瘤、抗衰老、降血糖等多种功效<sup>[3]</sup>。超声提取法<sup>[4–5]</sup>和微波提取法<sup>[6–7]</sup>是近年来发展起来的提取方法, 具有选择性高、能耗低、效率高等优点, 已被广泛应用于多糖的提取。本试验以冬枣多糖得率为指标, 对料液比、提取温度、超声提取功率、提取时间、提取次数进行单因素试验, 分别采用  $L_9(3^4)$ 、 $L_9(3^3)$  正交试验法对超声提取技术、微波提取技术进行工艺优化, 并对 2 种最优工艺进行了比较, 以期对冬枣多糖的开发利用提供参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与试剂

冬枣购于山东省沾化县; 葡萄糖、无水乙醇、苯酚、浓硫酸均为国产分析纯, 试验用水均为蒸馏水。

### 1.2 仪器

KQ–1000DE 型数控超声波清洗器 (江苏昆山市超声仪器有限公司); MN–S520WFS 型微波炉 (上海松下微波炉有限公司); TU–1810 紫外可见分光光度计 (北京普析通用仪器有限公司); SHB–B95A 型循环水式多用真空泵 (上海豫康科教仪器设备有限公司); RE–52AAA 型旋转蒸发器 (上海嘉鹏科技有限公司)。

### 1.3 冬枣多糖提取工艺流程

冬枣预处理 (60 ℃ 烘干, 粉碎, 过 60 目筛, 准确称取

2 g)→超声或微波提取→离心→减压浓缩→乙醇沉淀→离心→粗多糖沉淀。

### 1.4 葡萄糖标准曲线的制备

准确称取在 105 ℃ 下干燥至恒质量的葡萄糖 100 mg, 用蒸馏水定容至 100 mL, 再取 10 mL 用蒸馏水定容至 100 mL 得 100 μg/mL 葡萄糖标准溶液。分别吸取 0. 0、0. 1、0. 2、0. 4、0. 6、0. 8、1. 0 mL 于试管中, 补足蒸馏水至 2 mL, 再加入 5% 苯酚溶液 1 mL, 摇匀, 迅速加入浓硫酸 5 mL, 摇匀, 室温显色 5 min 左右, 置沸水浴保温 15 min。以第一管不加葡萄糖标准溶液管为空白对照, 在 490 nm 处测定吸光度  $D$ , 以葡萄糖浓度  $C$  (μg/mL) 为横坐标、吸光度  $D$  为纵坐标绘制标准曲线:  $D=0. 008\ 3C-0. 044\ 1$ ,  $r^2=0. 997\ 4$ 。

### 1.5 冬枣多糖得率的测定

取粗多糖沉淀, 用蒸馏水定容至 100 mL, 再取出 4 mL 稀释定容至 100 mL, 分别取 1 mL, 补足水至 2 mL, 按照“1. 4”的方法测定吸光度, 根据吸光度和稀释的倍数计算冬枣多糖得率。

### 1.6 超声波提取冬枣多糖单因素试验

料液比为 1 g : 10 mL、1 g : 15 mL、1 g : 20 mL、1 g : 25 mL、1 g : 30 mL, 提取温度为 40、50、60、70、80 ℃, 提取功率为 500、600、700、800、900、1 000 W, 提取时间为 30、40、50、60、70 min, 提取次数为 1、2、3 次, 考察料液比、提取温度、提取功率、提取时间、提取次数对冬枣多糖得率的影响。

### 1.7 超声提取冬枣多糖的正交试验设计

在单因素试验的基础上进行  $L_9(3^4)$  正交试验, 因素及水平如表 1 所示。

表 1 超声波提取冬枣多糖的正交试验因素水平

水平	A: 料液比 (g : mL)	B: 提取温度 (℃)	C: 提取功率 (W)	D: 提取时间 (min)
1	1 : 10	60	700	30
2	1 : 15	70	800	40
3	1 : 20	80	900	50

### 1.8 微波提取冬枣多糖单因素试验

提取功率为 180、360、540、720、900 W, 料液比 1 g : 15 mL、1 g : 20 mL、1 g : 25 mL、1 g : 30 mL、1 g : 35 mL、1 g : 40 mL,

收稿日期: 2014–06–13

基金项目: 山东省高校科技计划 (编号: J13LE61); 滨州学院科研基金 (编号: BZXLY1103)。

作者简介: 潘莹 (1982—), 女, 湖北荆门人, 硕士研究生, 讲师, 主要从事天然产物活性成分研究。E–mail: panying111@163. com。

提取时间为 20、30、40、50 s, 提取次数为 1、2、3 次, 考察提取功率、料液比、提取时间、提取次数对冬枣多糖得率的影响。

### 1.9 微波提取冬枣多糖正交试验设计

选取提取功率、料液比、提取时间进行  $L_9(3^3)$  正交试验, 因素及水平如表 2 所示。

表 2 微波提取冬枣多糖正交试验因素水平

水平	A: 提取功率 (W)	B: 料液比 (g : mL)	C: 提取时间 (s)
1	360	1 : 25	30
2	540	1 : 30	40
3	720	1 : 35	50

### 1.10 2 种冬枣多糖提取法比较

分别按照超声波与微波提取法的最佳工艺提取并测定多糖得率, 比较 2 种方法的提取效率。

## 2 结果与分析

### 2.1 超声波提取冬枣多糖试验结果

2.1.1 不同因素对冬枣多糖得率的影响 (1) 料液比。由图 1 可知, 随着溶剂的增加, 多糖得率逐渐下降, 当料液比由 1 g : 25 mL 变成 1 g : 30 mL 时, 多糖得率几乎没有变化。可能是因为随着溶剂的增加, 超声波提取的阻力增大, 提取效率降低<sup>[8]</sup>, 所以最佳料液比为 1 g : 10 mL。(2) 提取温度。由图 2 可知, 随着提取温度的增加, 多糖得率逐渐增加, 在温度由 60 ℃ 增加到 80 ℃ 时, 多糖得率增加最明显, 这可能与温度增加多糖分子运动加剧有关, 多糖易被提取出来。但由于超声波清洗器最高温度不超过 80 ℃, 所以选择最佳提取温度为 80 ℃。(3) 提取功率。由图 3 可知, 随着超声功率的增加, 多糖得率先增加后减小, 这可能由于超声功率偏低, 冬枣多糖提取不完全, 功率过大, 使部分多糖的高分支结构受到破坏, 反而使得率降低, 所以最佳提取功率为 800 W。(4) 提取时间。由图 4 可知, 随着提取时间的增加, 多糖得率逐渐增加, 当提取时间由 50 min 增加到 70 min 时, 多糖得率几乎没有变化, 所以最佳提取时间为 50 min。(5) 提取次数。由图 5 可知, 当提取 1、2、3 次时, 多糖得率逐渐增加, 其中提取 2 次时多糖得率为提取 1 次时的 1.46 倍, 提取 3 次时为提取 1 次时的 1.56 倍。考虑到能耗, 最佳提取次数为提取 2 次。

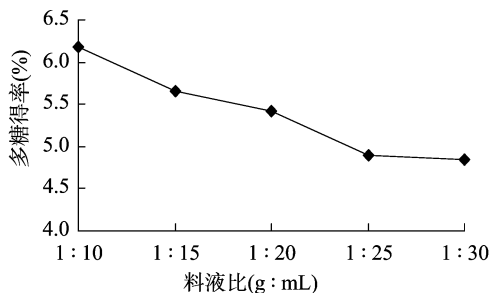


图1 料液比对冬枣多糖得率的影响

2.1.2 超声法正交试验结果 由表 3 可知, 影响多糖得率因素的顺序是料液比 > 提取时间 > 提取功率 > 提取温度, 最佳提取工艺条件为  $A_1B_3C_3D_3$ , 即料液比为 1 : 10、提取温度为 80 ℃、提取功率为 900 W、提取时间为 50 min, 提取 2 次。与组合  $A_1B_3C_2D_2$  进行验证性试验比较后发现,  $A_1B_3C_3D_3$  的多糖得

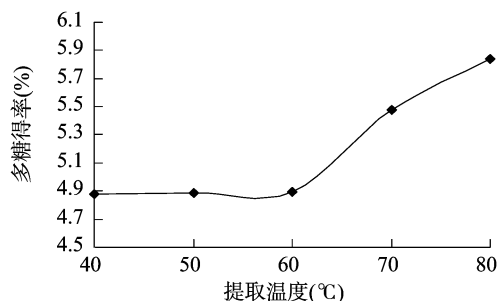


图2 提取温度对冬枣多糖得率的影响

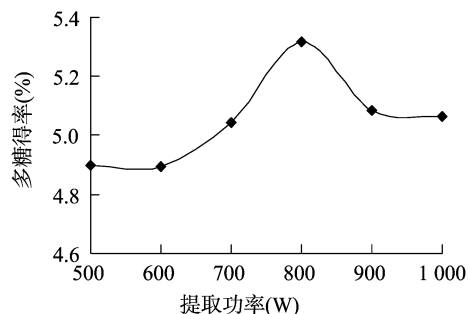


图3 提取功率对冬枣多糖得率的影响

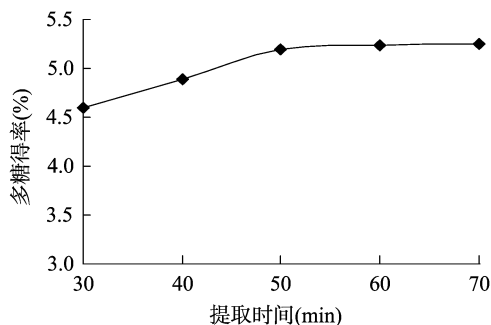


图4 提取时间对冬枣多糖得率的影响

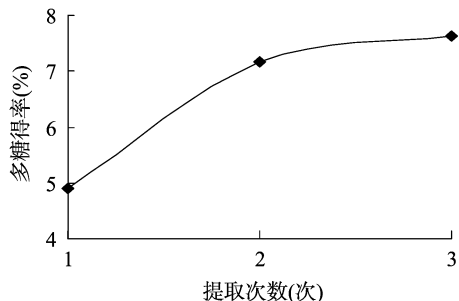


图5 提取次数对冬枣多糖得率的影响

率为 9.343%, 而  $A_1B_3C_2D_2$  的得率为 8.500%。因此, 确定超声提取冬枣多糖的最佳工艺条件为: 料液比为 1 g : 10 mL、提取温度为 80 ℃、提取功率为 900 W、提取时间为 50 min, 提取 2 次。

将超声提取正交试验的结果经方差分析可知, 影响冬枣多糖提取的 4 因素即料液比、提取温度、提取功率、提取时间差异不显著。

### 2.2 微波提取试验结果

2.2.1 不同因素对冬枣多糖得率的影响 (1) 提取功率。由图 6 可知, 随着功率的增加, 冬枣多糖得率是先增加后减小, 当功率为中高火档即 720 W 时多糖得率最高, 而由 720 W (中高火) 增加到 900 W (高火) 时多糖得率降低, 可能是因为

表 3 超声提取冬枣多糖正交试验结果

试验号	A:料液比	B:提取温度	C:提取功率	D:提取时间	多糖得率 (%)
1	1	1	1	1	8.110
2	1	2	2	2	8.027
3	1	3	3	3	9.343
4	2	1	2	3	8.064
5	2	2	3	1	8.285
6	2	3	1	2	7.543
7	3	1	3	2	6.651
8	3	2	1	3	7.289
9	3	3	2	1	7.206
$k_1$	8.493	7.608	7.648	7.867	
$k_2$	7.964	7.867	7.766	7.407	
$k_3$	7.049	8.031	8.093	8.232	
$R$	1.444	0.423	0.445	0.825	

浸提液较长时间处于高温下,多糖会发生降解<sup>[8]</sup>。所以,最佳提取功率为 540~720 W。(2)料液比。由图 7 可知,当料液比由 1 g:15 mL 变为 1 g:35 mL 时,冬枣多糖得率逐渐增加,可能是浸提液增加,有利于多糖溶出,当料液比由 1 g:35 mL 变为 1 g:40 mL 时,多糖得率逐渐下降,可能在相同功率和时间下,增加溶剂量,反而达不到提取温度,考虑后期浓缩成本,所以最佳料液比为 1 g:35 mL。(3)提取时间。由图 8 可知,随着提取时间的延长,多糖得率逐渐增加,但由于微波炉在 1 g:25 mL 时高火 900 W 下提取 50 s,部分溶液已喷出,所以选择最佳提取时间为 40 s。(4)提取次数。由图 9 可知,随着提取次数增加,多糖得率增加,当提取次数由 1 次增加为 2 次时,多糖得率增加 0.065%;当变为 3 次时,增加 0.179%,说明随着提取次数的增加,多糖得率增加缓慢,考虑到提取成本,最佳提取次数选择为 1 次。

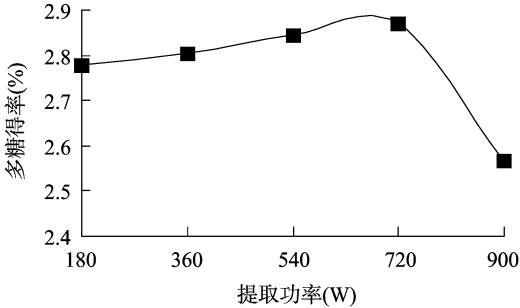


图6 微波提取功率对冬枣多糖得率的影响

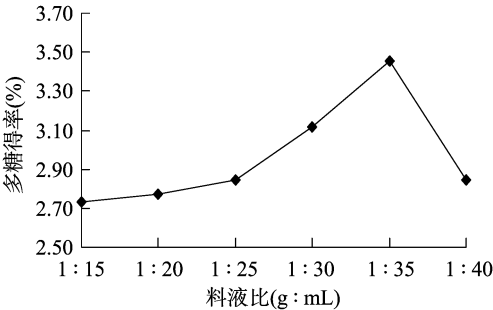


图7 微波提取料液比对冬枣多糖得率的影响

2.2.2 微波提取法正交试验结果 由表 4 可知,影响多糖得率因素从强到弱依次为提取功率>料液比>提取时间,其中

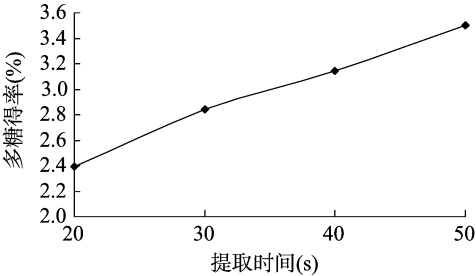


图8 微波提取时间对冬枣多糖得率的影响

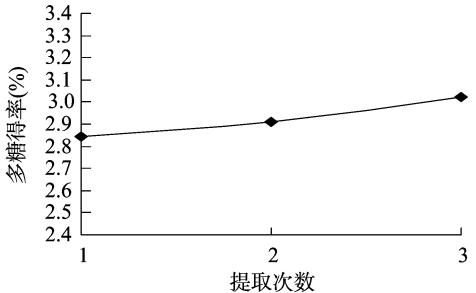


图9 微波提取次数对冬枣多糖得率的影响

表 4 微波提取冬枣多糖的正交试验结果

试验号	A:提取功率	B:料液比	C:提取时间	多糖得率 (%)
1	1	1	1	2.806
2	1	2	2	3.113
3	1	3	3	3.231
4	2	1	2	3.101
5	2	2	3	3.263
6	2	3	1	3.455
7	3	1	3	4.217
8	3	2	1	3.978
9	3	3	2	4.481
$k_1$	3.050	3.375	3.413	
$k_2$	3.273	3.451	3.565	
$k_3$	4.225	3.722	3.570	
$R$	1.175	0.347	0.157	

最佳提取工艺条件为  $A_3B_3C_3$ ,即提取功率为 720 W,料液比为 1 g:35 mL,提取时间 50 s,提取 1 次。与组合  $A_3B_3C_2$  进行验证性试验比较, $A_3B_3C_2$  的多糖得率为 4.481%,而  $A_3B_3C_3$  的得率为 5.682%。因此,确定微波提取冬枣多糖的最佳工艺条件为:提取功率为 720 W、料液比为 1 g:35 mL、提取时间 50 s、提取 1 次。

将微波提取正交试验的结果经方差分析可知,影响冬枣多糖提取的 3 因素中,微波功率对提取效果具有明显影响,而料液比和提取时间对提取效果没有明显影响。

2.3 超声波提取法与微波提取法的比较

将超声波提取法和微波提取法分别按照其最佳工艺提取,多糖得率分别为 9.343% 和 5.682%,说明超声波提取法提取枣多糖效果优于微波提取法。

3 结论

通过研究 2 种提取方法,发现超声提取冬枣多糖的最佳

朱德艳. 葛根黄酮不同提取方法比较[J]. 江苏农业科学, 2015, 43(5): 265–267.

doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2015.05.088

# 葛根黄酮不同提取方法比较

朱德艳

(荆楚理工学院, 湖北荆门 448000)

**摘要:**通过正交试验确定乙醇回流法、大孔树脂吸附法、CO<sub>2</sub> 超临界萃取法提取湖北荆门地区葛根黄酮的最佳提取条件, 并比较 3 种不同方法的提取率。结果表明, CO<sub>2</sub> 超临界萃取法提取率高于其他 2 种方法, 但大孔树脂吸附法适合应用到葛根黄酮产业化生产中。

**关键词:**葛根黄酮; 提取; 正交试验

**中图分类号:** R284.2    **文献标志码:** A    **文章编号:** 1002-1302(2015)05-0265-03

葛根作为富含异黄酮的食用草本植物, 被列入 2010 年版中国药典, 在中药中广泛使用, 具有解肌、退热、生津、透疹、升阳、止泻之功效, 还具有改善血液循环、解痉、降血糖等功效<sup>[1-5]</sup>。葛根的主要成分之一是异黄酮类化合物, 而异黄酮类化合物在防治心脑血管疾病、降低血糖、增强免疫力等方面都有显著效果<sup>[6]</sup>, 同时葛根黄酮还可作为保健食品开发的原料, 用于解酒、延缓更年期、降低糖尿病引起的并发症等<sup>[7]</sup>。因此葛根黄酮的提取与功能应用的研究是目前热点之一, 本试验选取乙醇回流法、大孔树脂吸附法、CO<sub>2</sub> 超临界萃取法 3 种方法进行葛根黄酮提取率比较研究, 以找出不同方法的最优组合。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与试剂

葛根来自湖北省仙之灵有限公司(自然晾干, 粉碎); 芸

香苷标准品, 中国药品生物制品检定所, 批号为 100080-200707; 其他试剂均为分析纯。

### 1.2 主要仪器设备

AB104-N 电子分析天平(上海梅特勒-托利多仪器有限公司), TU-1901 双光束紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司), 电热恒温鼓风干燥箱(上海精密实验设备有限公司), HA220-50-06 超临界萃取装置(江苏南通华安超临界萃取有限公司), 旋转蒸发仪(上海申生科技有限公司), F120 型粉碎机(北京市永光明医疗仪器厂), SHZ-3 循环水多用真空泵(上海沪西分析仪器有限公司)。

### 1.3 试验方法

**1.3.1 总黄酮含量的测定** 芸香苷标准溶液的配制: 准确称取芸香苷标准品 10.0 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加 30% 乙醇适量, 超声波使其全部溶解, 放冷后加 30% 乙醇至刻度, 摇匀, 既得浓度为 200 μg/mL 的芸香苷标准溶液。

测定波长的选择: 取芸香苷标准溶液 2.0 mL, 加 30% 乙醇至 6 mL, 加 5% NaNO<sub>2</sub> 溶液 1.0 mL, 摇匀, 放置 10 min, 加 10% Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 溶液 1.0 mL, 摇匀, 放置 10 min, 再加 10% NaOH 溶液 10 mL, 加 30% 乙醇至 25 mL, 摇匀, 放置 10 min。以相应试剂作空白, 在 370~700 nm 波长范围测定吸光度, 结果表明, 在 500 nm 处有最大吸光度。

收稿日期: 2014-06-10

基金项目: 荆楚理工学院湖北省新农村发展研究院项目(编号: Z201404)。

作者简介: 朱德艳(1977—), 女, 湖北恩施人, 硕士, 副教授, 主要从事生物制药技术研究。E-mail: zhudeyan@163.com。

工艺条件: 料液比 1 g: 10 mL、提取温度 80 ℃、提取功率 900 W、提取时间 50 min、提取 2 次, 多糖得率为 9.343%, 其中影响多糖得率因素从强到弱依次为料液比 > 提取时间 > 提取功率 > 提取温度。微波提取法的最佳工艺条件: 提取功率为 720 W, 料液比 1 g: 35 mL、提取时间 50 s、提取 1 次, 多糖得率为 5.682%, 其中影响多糖得率的因素从强到弱依次为提取功率 > 料液比 > 提取时间。与微波提取法相比, 超声提取 1 次多糖得率为微波提取法的 1.12 倍, 但微波提取所用时间仅为超声提取法的 1/60, 可见微波提取法能节约时间。按照 2 种提取方法的最佳工艺提取, 超声法提取得率高于微波法。

## 参考文献:

[1] 朱向秋, 刘长江, 魏建梅. 冬枣采后果实呼吸强度和维生素 C、糖

含量变化的研究[J]. 特产研究, 2006, 28(4): 39-40, 43.

[2] 王百千, 宋利霞. 枣果实主要营养成分分析[J]. 河北果树, 2012(1): 51-52.

[3] 申利红, 王建森, 李雅, 等. 植物多糖的研究及应用进展[J]. 中国农学通报, 2011, 27(2): 349-352.

[4] 魏然, 陈义伦, 邹辉, 等. 超声波提取条件对圆铃大枣多糖提取率的影响[J]. 食品与发酵工业, 2013, 39(11): 253-257.

[5] 李进伟, 丁霄霖. 超声波提取金丝小枣多糖的工艺研究[J]. 林产化学与工业, 2006, 26(3): 73-76.

[6] 李新明, 张光茂, 张俊, 等. 响应面法优化红枣多糖的微波提取工艺研究[J]. 北方园艺, 2011(9): 49-52.

[7] 李粉玲, 蔡汉权, 林泽锋. 橘红皮多糖的微波提取研究[J]. 中国食品添加剂, 2010(3): 125-130.

[8] 曾哲灵, 奚光兴, 葛晓环. 两种苦瓜藤多糖提取工艺的比较分析[J]. 食品工业科技, 2013, 34(10): 285-288, 308.