

超声波萃取植物多糖的研究

张 桂, 赵国群

(河北科技大学, 河北 石家庄 050018)

摘 要: 研究了利用超声波萃取枸杞多糖的提取工艺, 采用分光光度比色法测枸杞多糖含量, 通过正交实验对超声波辅助水浸提枸杞多糖的提取工艺进行了系统研究, 确定了最佳工艺, 即: 在 50℃, 1:60 的料水比, 浸泡 2.5h, 超声波提取 5min, 得多糖最高提取率为 50.36%。

关键词: 超声波萃取; 枸杞; 枸杞多糖(LBP)

The Studied of Extracting Lycium Barbarum Polysaccharide by Ultrasound

ZHANG Gui, ZHAO Guo-qun

(Biological Science and Engineering College, Hebei University of Science and Technology, Shijiazhang 050018, China)

Abstract: The extraction technique of Lycium Barbarum Polysaccharide by ultrasound Optimum extraction for LBP was at 50℃ and 60 volume of adding water keep for 2.5h, then extracted by ultrasound for 5min, the extraction rate was 50.36 % ,which were obtained by orthogonal test. Furthermore the contents of Lycium Barbarum Polysaccharides(LBP) was analysed by spectrophotometric methods.

Key words: ultrasound extraction; lycium barbarum; lycium barbarum polysaccharide(LBP)

中图分类号: O644.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2005)09-0302-04

枸杞, 总称“枸杞菜”或“枸杞子”, 成熟果实被称为枸杞或枸杞子, 又名干枸杞, 类纺状锤形, 略扁, 长 5~18mm, 直径 3~8mm, 表面鲜红色或暗红色, 果皮坚韧, 皱缩, 肉果质, 肉润有弹性, 肉含扁肾形种子, 味甜, 微酸, 有天然果香^[1]。

枸杞的成分见表 1。

枸杞多糖是枸杞中的主要功能因子, 枸杞多糖溶于水, 尤其溶于热水, 不溶于乙醇、甲醇、丙醇、正丁醇等有机溶剂, 硫酸蒽酮试验呈阳性^[2], 其作用主要有以下几个方面: 对机体的免疫调节作用、抗疲劳作用、保肝和抗脂质氧化作用、对神经内分泌调节网络的影响^[3]、抗癌抗瘤作用^[3]、抗衰老作用、抗应激作用

^[4]、辐射保护作用^[4]、辅助治疗^[5]、其他作用。

超声萃取得最主要机理是由于超声波产生的空化效应^[6,7]。超声空化是指液体中的微小泡核在超声波作用下被激活, 表现为泡核的振荡、生长、收缩乃至崩溃等一系列动力学过程。

泡核在瞬态空化崩溃时可形成高达 5000 K 以上的局部热点, 压力可达数十乃至上百个兆帕, 随着高压的释放, 将在液体中形成强大的冲击波(均相)或高速射流(非均相)。在萃取过程中, 这种强大的冲击流能够有效地减小、消除溶剂与水相之间的阻滞层, 从而加大了传质效率。同时, 冲击流对动植物细胞组织产生一种物理剪切力, 使之变形、破裂、并释放出内含物, 这

收稿日期: 2005-06-08

作者简介: 张桂(1951-), 女, 教授, 研究方向为食品保鲜与加工。

[3] 吴惠勤, 等. 银杏叶中银杏黄酮含量的 HPLC 测定[J]. 分析测试学报, 2001, 21(6): 53-54.

[4] 姜国芳, 谢宗波, 乐长高. 银杏叶黄酮类化合物的研究进

展[J]. 时珍国医国药, 2004, 15(5): 306-308.

[5] 王延峰, 封德顺. 超声法提取银杏叶黄酮的研究[J]. 食品科学, 2002, 22(8): 166-167.

表1 枸杞的营养成分表成分

项目单位	枸杞干果	枸杞鲜果
水分(g/100g)	13.54	81.7
灰分(g/100g)	4.72	0.92
粗蛋白(g/100g)	11.03	3.21
粗脂肪(g/100g)	6.15	3.21
粗纤维(g/100g)	7.02	1.89
胡萝卜素(mg/100g)	16.8	21.9
VE(mg/100g)	12.22	1.06
VB ₁ (mg/100g)	0.39	0.078
VB ₂ (mg/100g)	0.309	0.14
VC(mg/100g)	94.76	42.6
尼克酸(mg/100g)	4.32	0.67
总糖(g/100g)	49.1	11.2
K(g/100g)	2.4	0.58
Na(g/100g)	0.12	0.029
Ca(g/100g)	0.19	0.052
Mg(g/100g)	2.30	0.61
Fe(mg/100g)	16	6.8
Cu(mg/100g)	1.04	0.27
Mn(mg/100g)	0.22	0.046
Zn(mg/100g)	1.35	0.38
P(g/100g)	0.27	0.072

大大加速了萃取过程。

另外，超声波的许多次级效应如热效应、溶化、扩散、击碎、化学效应、生物效应、凝聚效应等也能加速植物有效成份在溶剂中的扩散释放，促进植物有效成分与溶剂混合，有利于萃取。

1 材料与方法

1.1 原料

市购宁夏枸杞，颗粒饱满，呈暗红色，无虫害。

1.2 主要试剂

石油醚、丙酮、乙醇(95%)等均为分析纯试剂。

1.3 主要仪器和设备

VIS-7220 型可见分光光度计、SHB-B95 循环水式多用真空泵、KS-80D 型超声波清洗仪、SCT-3A 快速水分测定仪、旋转式蒸发器等。

1.4 萃取工艺

枸杞→干燥→粉碎→脱脂→脱单糖、低聚糖→超声波前的浸泡→超声波萃取→过滤→滤液浓缩→醇沉→过滤→干燥→得枸杞多糖粗品→测定

1.4.1 干燥

枸杞在烘箱内 60℃烘干 4h，置于真空干燥器中干燥 12h，然后进行粉碎。

1.4.2 粉碎

粉碎至 50% 能通过 60 目筛即可。

1.4.3 脱脂

由于脂类的存在会妨碍可溶性糖类的去除，同时色

素的存在也会影响多糖含量的测定。因此必须用有机溶剂将脂类脱去，采用索氏抽提法用丙酮 - 石油醚(1:1, V/V)70℃回流脱脂，回流速度在每小时 12~18 次，每次 4 h。

1.4.4 脱单糖、低聚糖

枸杞中总糖含量高达 49.1%，其中很大一部分是单糖和低聚糖，故应除去单糖和低聚糖才有利于多糖的提取。采用 80% 乙醇直接回流，回流两次，每次 2 h。经过抽滤去掉单糖和低聚糖。注意抽滤时间不易太长(10min 之内为宜)，否则有些成分会粘附在滤纸上。

1.4.5 超声波前的浸泡

把脱脂、脱糖后的枸杞在自然的条件下风干后，根据正交试验表，进行浸泡。

1.4.6 超声波辅助水浸提

影响超声波辅助水浸提的因素有很多。主要考察超声波萃取的时间、温度、超声波萃取前的浸泡时间、料液比四个因素对于枸杞多糖提取率的影响，见表 2。

表2 超声波辅助水浸提因素水平表

水平	因素			
	A 萃取时间(min)	B 浸泡时间(h)	C 料液比(W/V)	D 浸泡温度(℃)
1	5	0	1:20	20
2	10	2.5	1:40	50
3	15	4	1:60	70

1.4.7 过滤

用布氏漏斗和四层纱布过滤，分离残渣和滤液。

1.4.8 浓缩

真空浓缩，将滤液在 0.08MPa、80℃下进行浓缩，直至浓缩液体积为 20ml 左右。

具体条件：萃取时间是指在超声波中的时间；浸泡时间是指在超声波萃取之前的浸泡时间；料液比是指物料和蒸馏水的质量 / 体积比；浸泡温度是指在超声波之前浸泡时的温度，这个温度在超声波萃取时可以保持。

1.4.9 醇沉

基于多糖是极性大分子化合物，可溶于水而不溶于醇的特点。待浓缩液冷却至室温后，边搅拌边向浓缩液中加入 5 倍体积的 95% 的乙醇，进行醇沉，于冰箱中冷藏静置 10h。

1.4.10 分离多糖

利用真空抽率，将醇沉的枸杞多糖和乙醇分离。

1.4.11 干燥

将枸杞多糖挥干溶剂后放入干燥箱中，温度是 60℃，直到恒重为止。

1.4.12 测定

从所得的枸杞多糖中，称取一定量进行溶解，然后用硫酸 - 苯酚法测定枸杞多糖的含量。

1.5 实验方案

采用四因素三水平的正交实验见表 3，确定最优的萃取工艺条件。

表 3 超声波萃取枸杞多糖正交试验表

实验号	因素			
	A 提取时间(min)	B 浸泡时间(h)	C 料液比(W/V)	D 浸泡温度(℃)
1	1(5)	1(0h)	1(1:20)	1 (20)
2	1	2(2.5h)	2(1:40)	2 (50)
3	1	3(4h)	3(1:60)	3 (70)
4	2 (10)	1	2	3
5	2	2	3	1
6	2	3	1	2
7	3(15)	1	3	2
8	3	2	1	3
9	3	3	2	1

1.6 枸杞多糖测定(硫酸 - 苯酚法)

1.6.1 标准曲线的制备

吸取葡萄糖标准溶液 0、20、40、60、80、100 μl，分别置于试管中，各加蒸馏水使体积为 2ml，再加苯酚试液 1.0ml，摇匀，迅速滴加浓硫酸 5.0ml，摇匀后放置 5min，置沸水浴中加热 15min，取出冷却至室温。于 490nm 处测吸光度，绘制标准曲线，得葡萄糖浓度(c)与吸光度 A 曲线。

1.6.2 样品液中多糖含量的计算

称取 50mg 的已经干燥好的枸杞多糖的粗品，用蒸馏水溶解后定容 50ml，吸取 1 μl 样液，按“标准曲线制作”的方法测吸光度。查标准曲线得样品液中葡萄糖含量。

枸杞中多糖含量的计算式为：
 $w \% = c \times d \times f / m \times 100\%$
其中：
f: 3.19 葡萄糖换算多糖的换算因素(国标)；
d: 多糖稀释因素；
c: 多糖液中葡萄糖含量(μg/ml)；
m: 枸杞样的重量(μg)。

2 结果与分析

2.1 硫酸 - 苯酚法测定得到的标准曲线方程

所测得的葡萄糖含量 c 与吸光度 A 的数据记录见表 5，标准曲线方程为： $A=0.0027c+0.012$ ，其中 $R^2=0.9931$ 。

2.2 样品中多糖含量的测定

枸杞原料溶液的吸光度 A 分别为：0.012、0.011、0.013，计算平均值为：0.012

表 5 葡萄糖含量 C 与吸光度

吸光度	0.000	0.067	0.155	0.233	0.355	0.453	0.5317
葡萄糖含量(mg/ml)	0	20	40	60	80	100	200

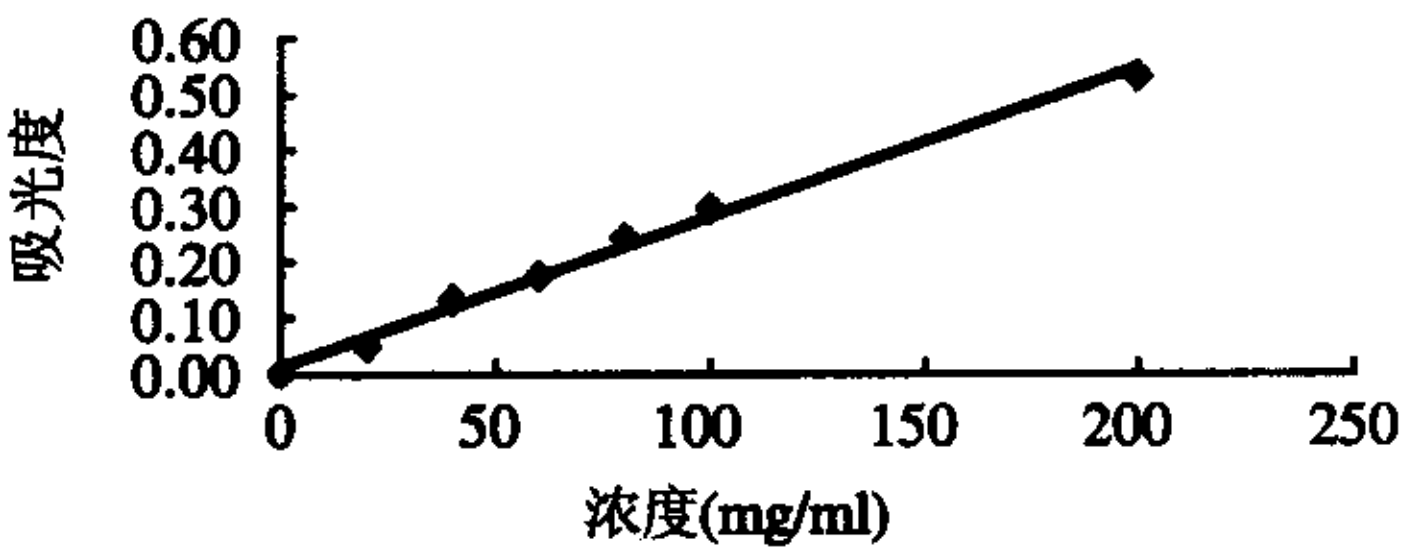


图 1 葡萄糖标准曲线

按下式计算： $w \% = c \times d \times f / m \times 100 \%$
 $c = 216.43 \times A + 4.43$

计算得原料中枸杞多糖含量为 4.6%。

2.3 正交实验结果

根据正交实验表，得到测定结果，见表 6。

表 6 超声波萃取枸杞多糖正交试验的直观分析结果

实验号	因素				提取率
	A 提取时间 (min)	B 浸泡时间 (h)	C 料液比 (W/V)	D 浸泡温度 (℃)	
1	1(5)	1(0h)	1(1:20)	1(20)	24.15
2	1	2(2.5h)	2(1:40)	2(50)	38.60
3	1	3(4h)	3(1:60)	3(70)	48.55
4	2 (10)	1	2	3	25.56
5	2	2	3	1	45.50
6	2	3	1	2	37.58
7	3(15)	1	3	2	38.69
8	3	2	1	3	37.82
9	3	3	2	1	24.33
K ₁	37.12	29.47	33.18	31.33	
K ₂	36.21	40.66	29.52	38.31	
K ₃	33.61	36.82	44.25	37.31	
R	2.60	11.20	14.73	6.98	

通过表 6 可以得到枸杞多糖提取的影响因素主次顺序依次为：

C(料液比) → B(浸泡时间) → D(浸泡温度) → A(提取时间)

从表 6 还可以看出，以第 3 号试验的提取率最好，其处理组合为 A₁ B₃ C₃ D₃。同时也可以看出影响提取率最大的因素是料液比，其次是浸泡时间和浸泡温度，影响最小的因素是提取时间。影响因素与提取率之间的趋势可见图 2。

由图 2 分析可得，超声波萃取枸杞多糖的理论最优提取条件为：A₁ B₂ C₃ D₂，即超声波中的萃取时间为 5min、超声波前的浸泡时间 2.5h、料液比为 1:60、浸泡温度为 50℃时的萃取率最好，通过实验测定，理论最优的萃取条件下萃取率为 50.36%，而实际最好的萃取

黑米中天然色素分离工艺的研究

邓开野，武国君，王大为*

(吉林农业大学食品工程学院, 吉林 长春 130118)

摘要: 采用有机溶剂萃取, 确定了提取黑米中色素萃取的萃取剂及条件。结果表明: 采用含有 0.5% 苹果酸的 70%~80% 乙醇溶液为萃取剂, 将黑米粉碎 10min 左右, 和萃取剂混合后, 加热到 70℃ 为止, 加热过程中长时间搅拌, 萃取后采用离心分离得到的大量的色素分离液, 放入冰箱中 4℃ 条件下保存, 萃取效果最好。

关键词：黑米；色素；萃取

Extraction Method of Pigments in Black Rice

DENG Kai-ye, WU Guo-jun, WANG Da-wei*

(College of Food Engineering, Jilin Agricultural University, Changchun 130118, China)

Abstract: This experiment was conducted to establish the efficient extraction condition for pigments in black rice. Efficiency of the pigments extraction was maximal when the content ratio of mixed solvent of methanol (3): ethanol (7) was 70%. In black rice pigment, 70%~80% ethanol containing 0.5% malic acid showed the best extraction efficiency and stability with a maximum absorbance wavelength at 538nm. The relative optical density of the pigments increased until the solvent temperature was reached at 70°C. The higher amount of the pigment was extracted from the longer stirring time of the solvent. 10min was enough for the grinding

收稿日期: 2005-06-08

* 通讯作者

作者简介: 邓开野(1968-), 女, 博士, 研究方向为活性成分分离提取及保健食品的开发。

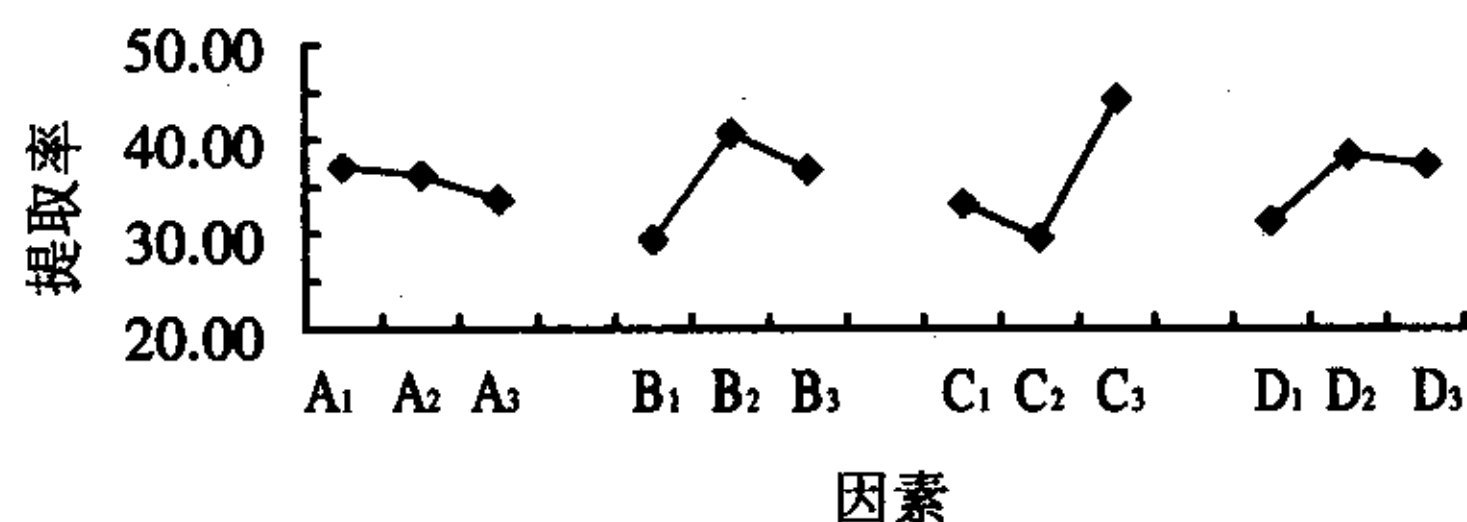


图2 影响因素与提取率之间的直观分析图

率是 48.55%，说明了实际情况不如理论分析的最优的提取率好。

3 结 论

3.1 实验证明，超声波萃取枸杞多糖是可行的。

3.2 枸杞多糖的最佳提取条件为：90℃，1:60 的料水比，超声波前浸泡 4h，超声波萃取 5min，影响萃取率首要的因素是料水比。其次是浸泡时间和浸泡温度。

3.3 测得原料枸杞中总多糖的含量为 4.6%，最高提取

率为 50.36%。比传统法的结果要高 30% 左右。

参考文献:

- [1] 毛昭娣. 枸杞子的保健功能和在食品开发中的应用[J]. 杭州食品科技, 1995, (2): 6-8.
- [2] 王玲, 李欣, 钱玉昆. 枸杞多糖的分离、纯化、分析及免疫作用的研究[J]. 昆明医学院学报, 1995, 16(2): 29-31.
- [3] 刘宁, 栗克善, 刘春山. 枸杞的实验研究概况[J]. 中国药业, 2002, 11(2): 77-78.
- [4] 赵之平, 陈澄华. 超声传质过程机理[J]. 化工设计, 1997, (6): 10-12.
- [5] 薛立文, 李以暖. 枸杞多糖的营养和保健功能[J]. 广东微量元素科学, 2000, 7(6): 1-4.
- [6] 葛飞. 超声波技术在食品工业中的应用[J]. 肉类工业, 1999 (9): 43-45.
- [7] 王铮敏. 超声波在植物有效成分提取中的应用[J]. 三明高等专科学校学报, 2002, 19(4): 45-52.