

# 不同方法提取大枣多糖工艺的优化研究

林勤保, 赵国燕

(山西大学现代化学研究所, 山西 太原 030006)

**摘要:** 采用热水浸提、微波和超声波强化提取等3种不同方法提取大枣多糖。结果表明, 微波和超声波法提取大枣多糖具有快速、安全、简便、成本低且得到的多糖提取率高, 而成分又不被破坏的优点。其中微波辅助提取法的最佳提取率达1.137%, 超声波法为0.982%, 热水浸提法则为0.889%。

**关键词:** 大枣; 多糖; 提取; 微波; 超声波

## Study on the Different Extraction Process of Polysaccharide from Chinese Date

LIN Qin-bao, ZHAO Guo-yan

(The Institute of Modern Chemistry, Shanxi University, Taiyuan 030006, China)

**Abstract:** Several extraction processes were used respectively, such as the traditional hot water extraction method, microwave method and supersonic method, the content of polysaccharide were determined by phenol-sulfuric method to optimize the extraction process of polysaccharide. The optimum conditions of extraction were obtained on the basis of single factor test, it indicates that: the latter two methods are simple, convenient and efficient.

**Key words:** Chinese date; polysaccharide; extraction; microwave; supersonic wave

中图分类号: TS201.1

文献标识码: B

文章编号: 1002-6630(2005)09-0368-04

大枣多糖是大枣的主要功效成分之一。大枣是鼠李科(*Rhamnaceae*)枣属植物枣树(*Ziziphus Jujuba Mill*)的果实。近代药理研究表明, 大枣具有抗变态反应、中枢神经抑制作用、保肝、增强肌力及抑制癌细胞的增殖等作用, 对治疗肝炎、降血压、补血、健脑、抗癌和健脾强身具有特殊的效果<sup>[1,2]</sup>。大枣的主要功效成分有多糖、蛋白质、氨基酸、维生素、生物碱、皂苷及矿物质等<sup>[3]</sup>。大枣多糖是大枣中重要的生物活性物质, 具有明显的抗补体活性和促进淋巴细胞增殖作用, 对提高抗体免疫力具有重要的作用。随着进一步深入研究的进行, 大枣多糖将受到越来越多的重视<sup>[4]</sup>。近年来, 人们围绕着大枣多糖的提取分离结构鉴定药理等方面展开了深入细致的研究。而大枣多糖的提取方法是首要问题, 一种快速简便安全成本低纯度高而又不破坏成分的提取纯化方法是我们一直探索和研究的。大枣多糖的提取多采用传统的热热水浸提方法。近年来, 微波和超声波<sup>[4~6]</sup>已应用于多糖的提取。这两种方法操作简单, 可大大缩短提取时间。本研究首次将微波和超声波方法应用于大枣多糖的提取, 并对其工艺条件进行简单优化, 旨在为工业化提取大枣多糖提供新方法。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与设备

大枣 市购(用时去核)。

台式干燥箱; 722型可见分光光度计; 电热恒温水浴锅; 搅拌器; 离心机; WD800TL21-3型格兰仕微波炉; CWG-2型手持糖量计; KQ2200DB型数控超声波清洗器 ( $W_{\text{B}}=80\text{W}$ )(昆山市超声仪器有限公司; Scout11电子天平; 分液漏斗。

### 1.2 试剂与溶液

浓硫酸: 分析纯, 95.5%。

80%苯酚: 80g苯酚(分析纯重蒸馏试剂)加20g水使之溶解。

6%苯酚: 临用前以80%苯酚配制。

标准葡聚糖 *Dextran*, 瑞典 *Pharmacia*。

### 1.3 分析方法<sup>[1][7]</sup>

多糖测定 苯酚-硫酸法。

多糖提取率(%)= 提取液中多糖的含量 / 大枣干物质的质量 × 100%

粗多糖中的脂肪采用索氏抽提法脱除。

收稿日期: 2005-07-15

基金项目: 山西省青年科技基金(20041030)

作者简介: 林勤保(1968-), 男, 硕士生导师, 博士, 研究方向为食品科学与技术。

粗多糖中的蛋白采用三氯乙酸-正丁醇法脱除。

脱色采用强碱性苯乙烯系阴离子树脂处理。

### 1.4 制作标准曲线

准确称取标准葡聚糖 20mg 于 500ml 容量瓶中, 加水至刻度, 分别吸取 0.4、0.6、0.8、1.0、1.2、1.4、1.6 及 1.8ml, 各以水补至 2.0ml, 然后加入 6% 苯酚 1.0ml 及浓硫酸 5.0ml, 静置 10min, 摇匀, 室温放置 20min 以后, 于 490nm 测光密度, 以 2.0ml 水按同样显色操作为空白, 横坐标为多糖微克数, 纵坐标为光密度值, 得标准曲线。

### 1.5 样品含量测定

吸取样品液 1.0ml(相当于 40 $\mu$ g 左右的多糖), 按 2.1 中的步骤操作, 测光密度, 以标准曲线计算多糖含量。

### 1.6 工艺流程

#### 1.6.1 常规热水浸提工艺条件的确定

准确称取常温下去核大枣 100g → 放入具塞圆底烧瓶, 加入适量蒸馏水并混匀 → 按各种设定条件(时间、温度、液固比)进行提取 → 离心过滤 → 滤液反复醇析 → 脱脂 → 脱蛋白 → 脱色 → 取样品测多糖含量。

#### 1.6.2 微波辅助提取工艺条件的确定

准确称取常温下去核大枣 100g → 放入具塞圆底烧瓶, 加入一定量的蒸馏水并混匀 → 按各种条件(时间、功率、液固比)进行微波提取 → 离心过滤 → 滤液反复醇析 → 脱脂 → 脱蛋白 → 脱色 → 测样品中多糖含量。

#### 1.6.3 超声波辅助提取工艺条件的确定

准确称取常温下去核大枣 100g → 放入具塞圆底烧瓶, 加入一定量的蒸馏水并混匀 → 按各种条件(时间、温度、液固比、功率)进行超声提取 → 离心过滤 → 滤液反复醇析 → 脱脂 → 脱蛋白 → 脱色 → 测样品中多糖含量。

## 2 结果与讨论

### 2.1 热水提取工艺条件的单因素分组实验

#### 2.1.1 时间对大枣多糖提取率的影响

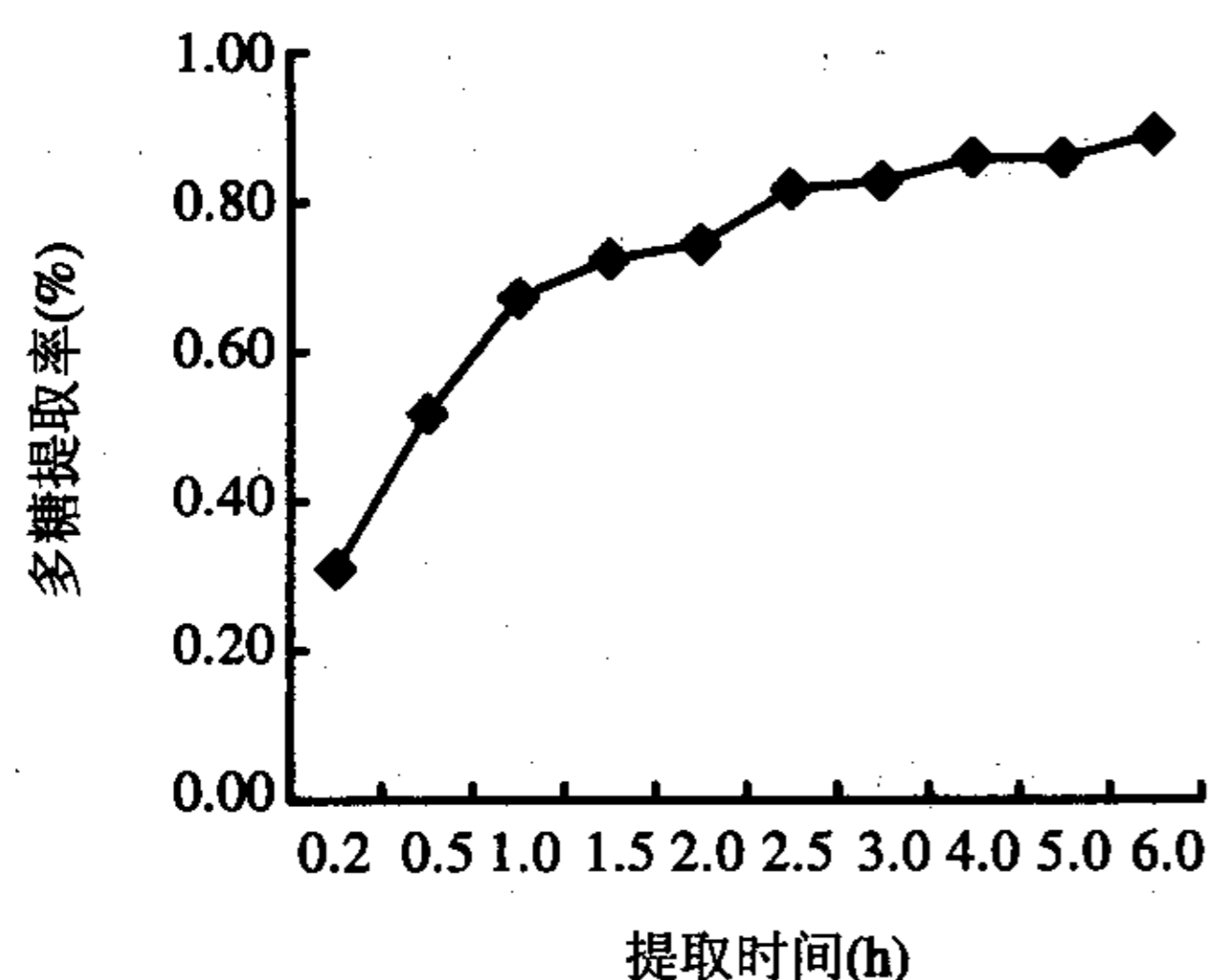


图1 提取时间对大枣多糖提取率的影响

Fig.1 Effects of extraction time on extraction rate

从图 1 可以看出, 在 2.5h 的提取时间内, 大枣多糖的提取率随时间的增加而明显增大; 随着时间的更多增加, 多糖的提取率增加变缓, 到 6h 时, 提取率基本达到最大值。因此, 加热水提法选择提取时间 6h 为宜。

#### 2.1.2 温度对大枣多糖提取率的影响

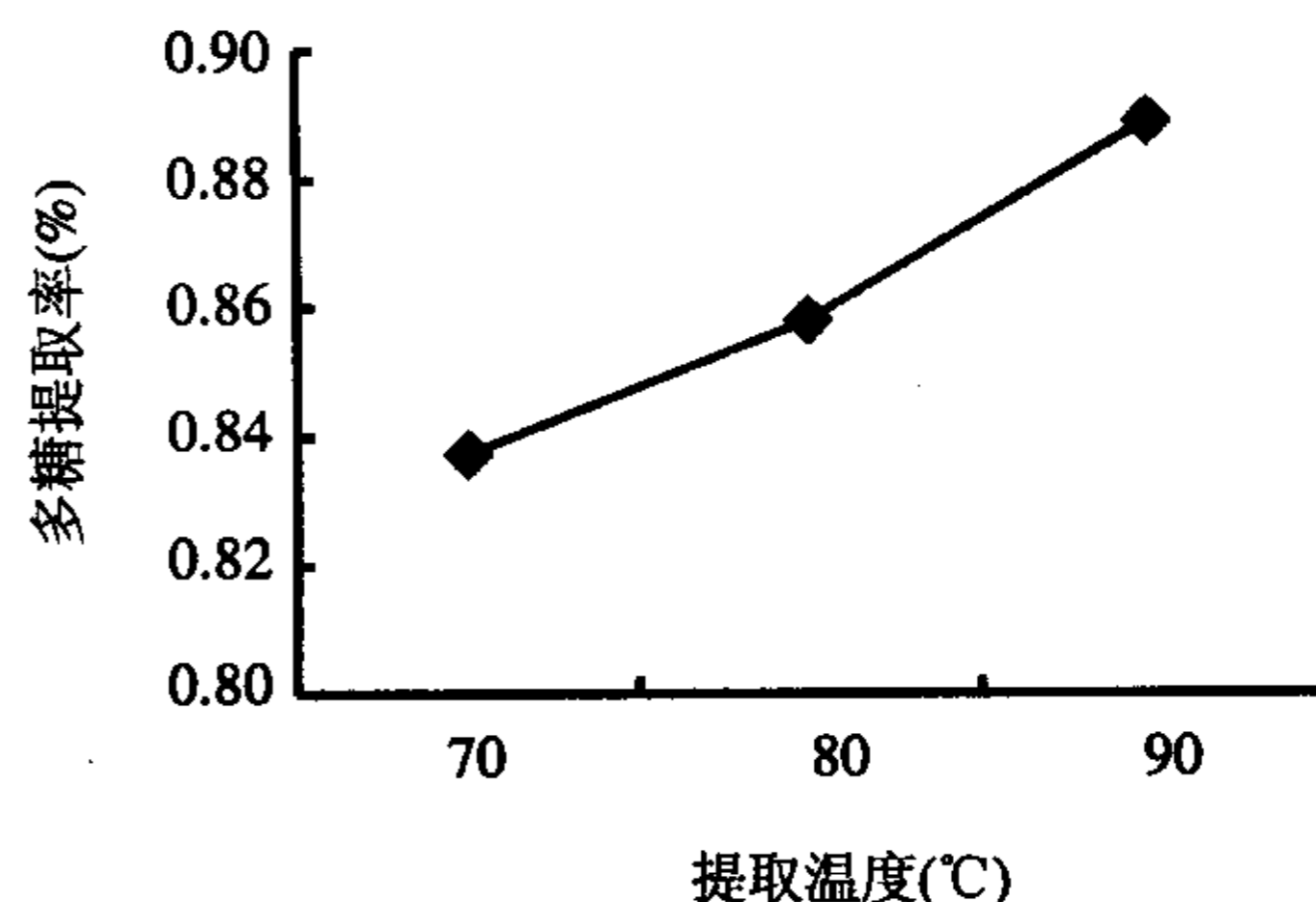


图2 温度对大枣多糖提取率的影响

Fig.2 Effects of extraction temperature on extraction rate

从图 2(液固比为 6:1, 各提取 6h)可以看出, 在所选取的三个温度下, 随着温度的升高, 多糖的提取率随之提高, 90 $^{\circ}$ C 时提取率最大。由于热水浸提本身条件的限制, 温度不宜再升高, 所以水提加热法选取温度为 90 $^{\circ}$ C 为宜。

#### 2.1.3 液固比对大枣多糖提取率的影响

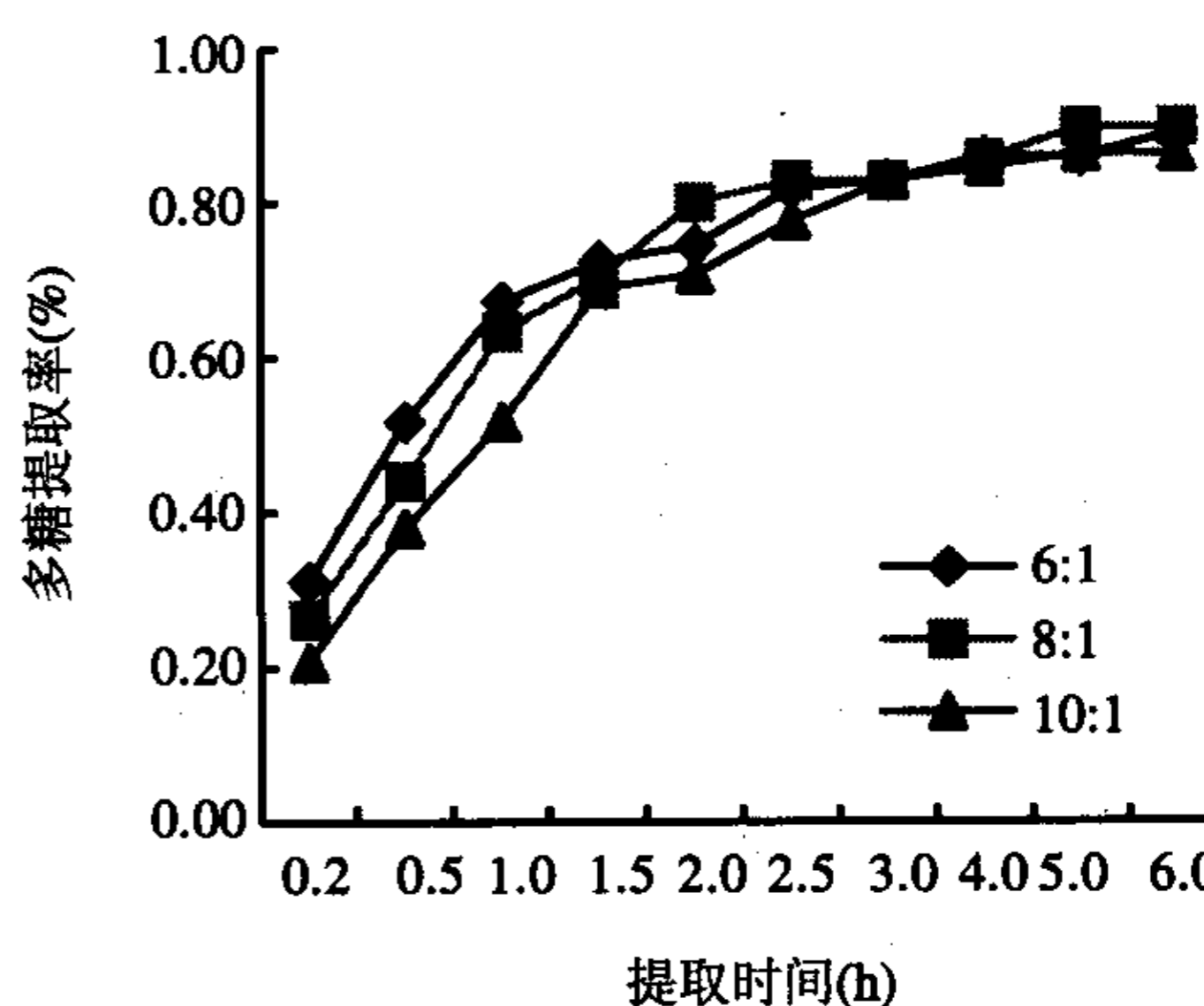


图3 液固比对大枣多糖提取率的影响

Fig.3 Effects of extraction liquid-solid rate on extraction rate

由图 3(90 $^{\circ}$ C)可以看出, 在所选取的液固比 6:1、8:1 和 10:1 的情况下, 多糖的提取率没有明显的区别, 所以考虑到经济等因素, 选取最佳液固比为 6:1。

### 2.2 微波辅助提取工艺条件的单因素分组实验

#### 2.2.1 时间对大枣多糖提取率的影响

由图 4(液固比为 10:1, 微波功率为 480 瓦)可知, 随着提取时间的增长, 前 30min 之内多糖的提取率随之增加, 并且增加的比较明显, 在 30min 后, 多糖提取率随时间而增加的趋势变缓, 当提取时间达到 40min 时,

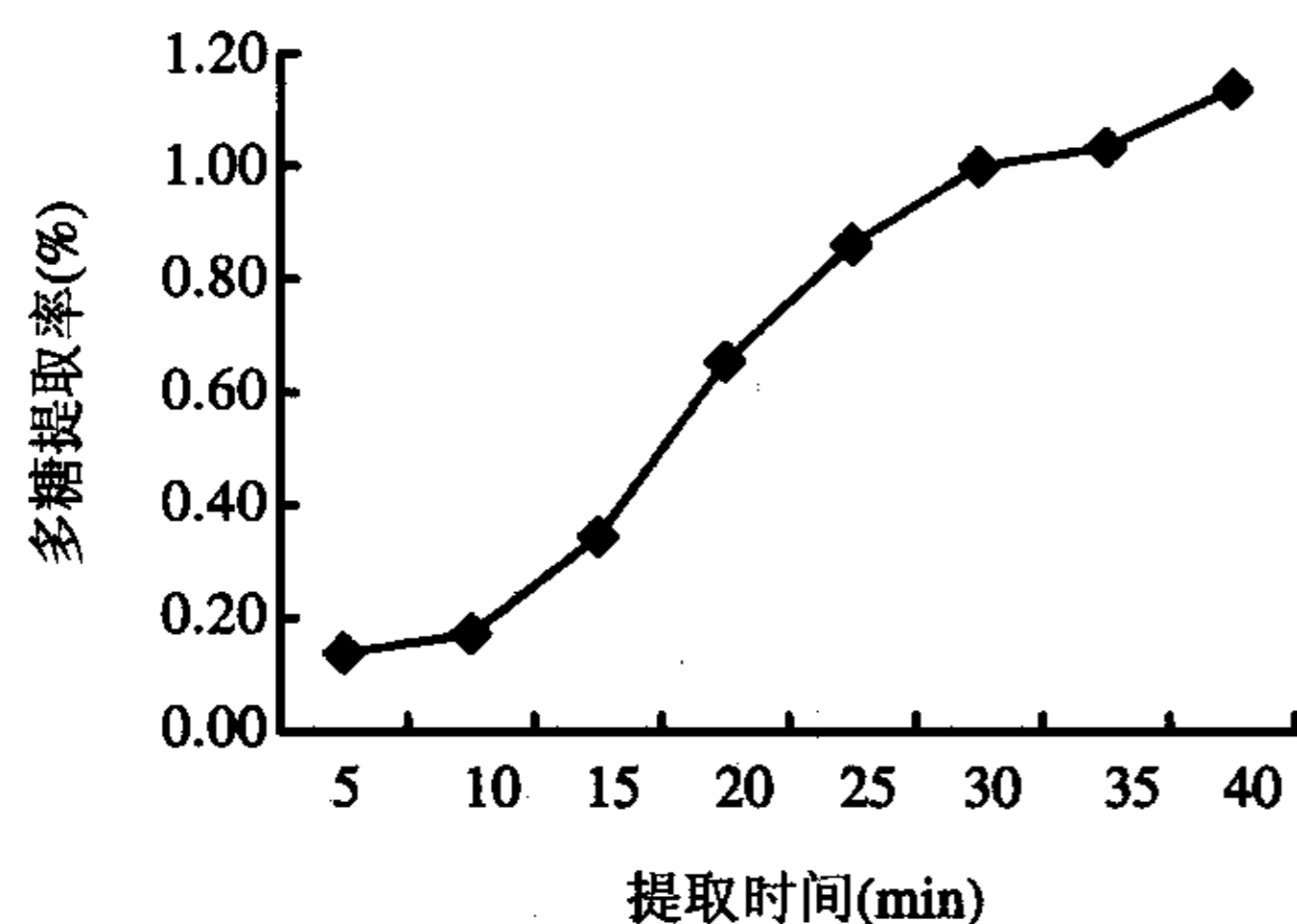


图4 提取时间对大枣水溶性糖分提取率的影响

Fig.4 Effects of microwave extraction time on extraction rate

多糖已基本提取出来。因此,可选择提取时间为40min。

### 2.2.2 功率对大枣多糖提取率的影响

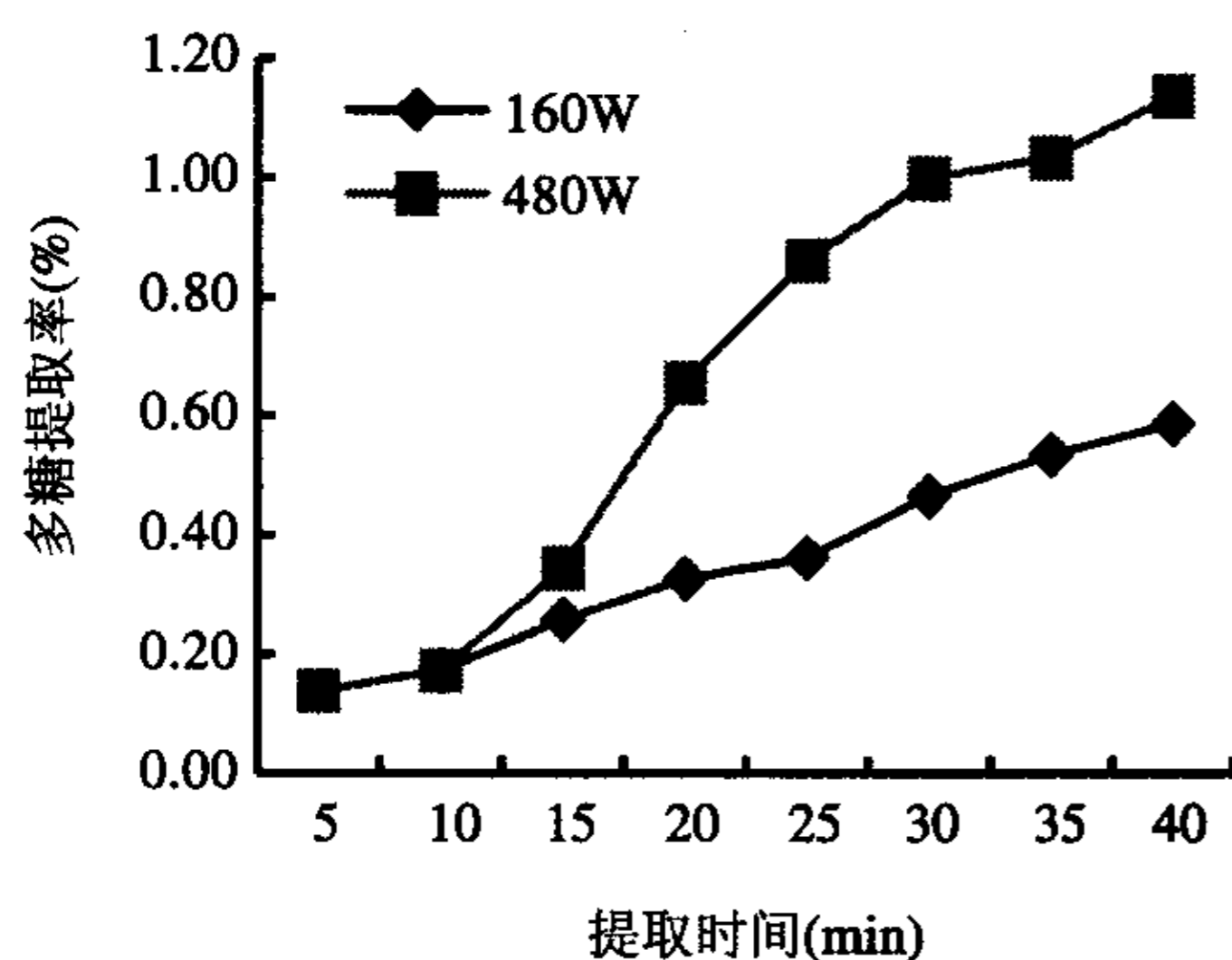


图5 功率对大枣多糖提取率的影响

Fig.5 Effects of microwave extraction power on extraction rate

由图5(液固比皆为10:1)可知,在同样的提取时间内,480W下多糖的提取率要明显高于160W下多糖的提取率。由于功率继续增大时,提取液剧烈沸腾,不能保证实验的准确性。因此,选择提取功率为480W为宜。

### 2.2.3 液固比对大枣多糖提取率的影响

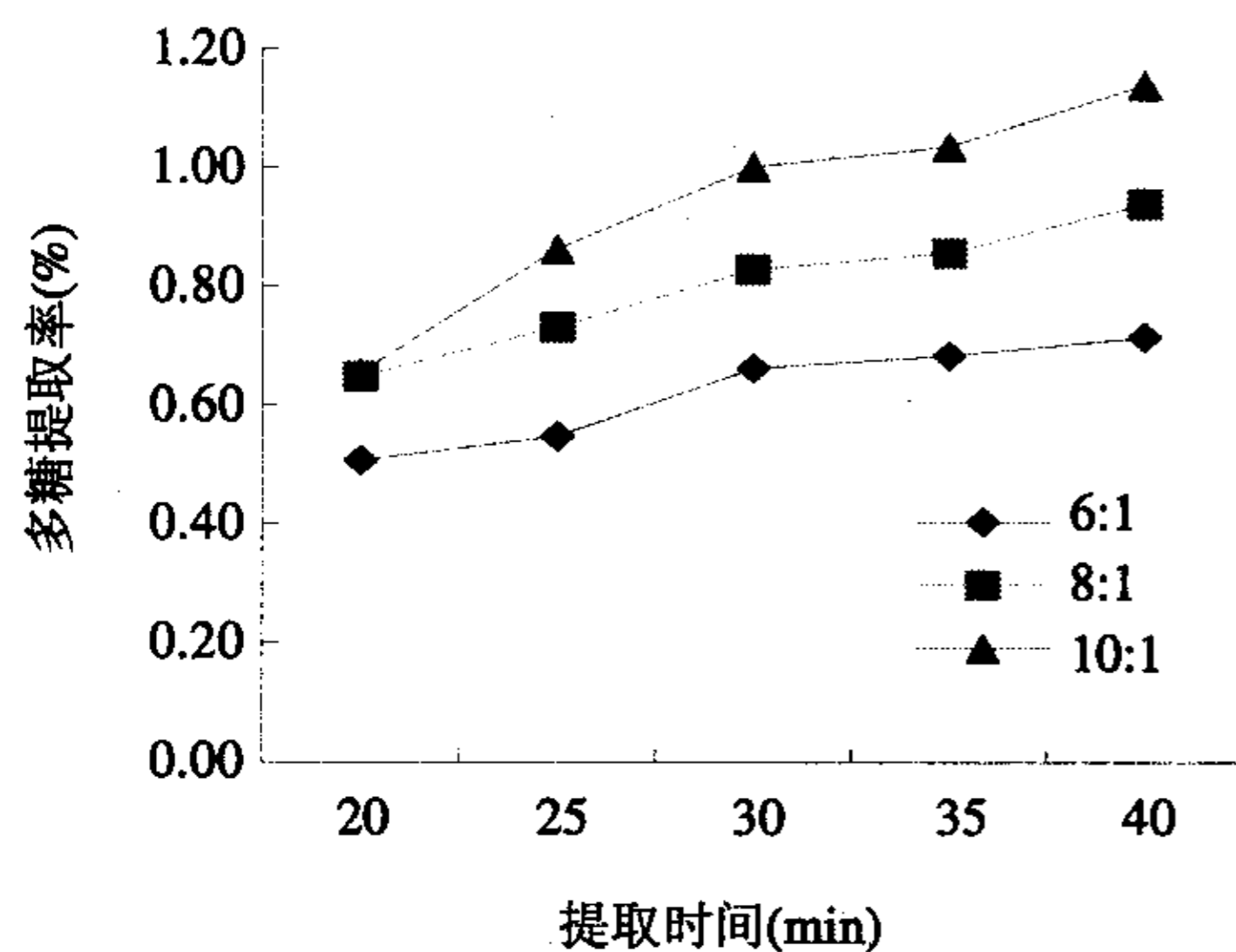


图6 液固比对大枣多糖提取率的影响

Fig.6 Effects of microwave extraction liquid-solid rate on extraction rate

由图6(功率为480W)可以看出,采取微波辅助提取时用10倍量的水提可以得到最大的提取率。

由以上实验得出,微波法提取大枣多糖的最适工艺条件为:提取时间40min;提取功率480W;液固比为10:1。

## 2.3 超声波辅助提取工艺条件的单因素分组实验

### 2.3.1 时间对大枣多糖提取率的影响

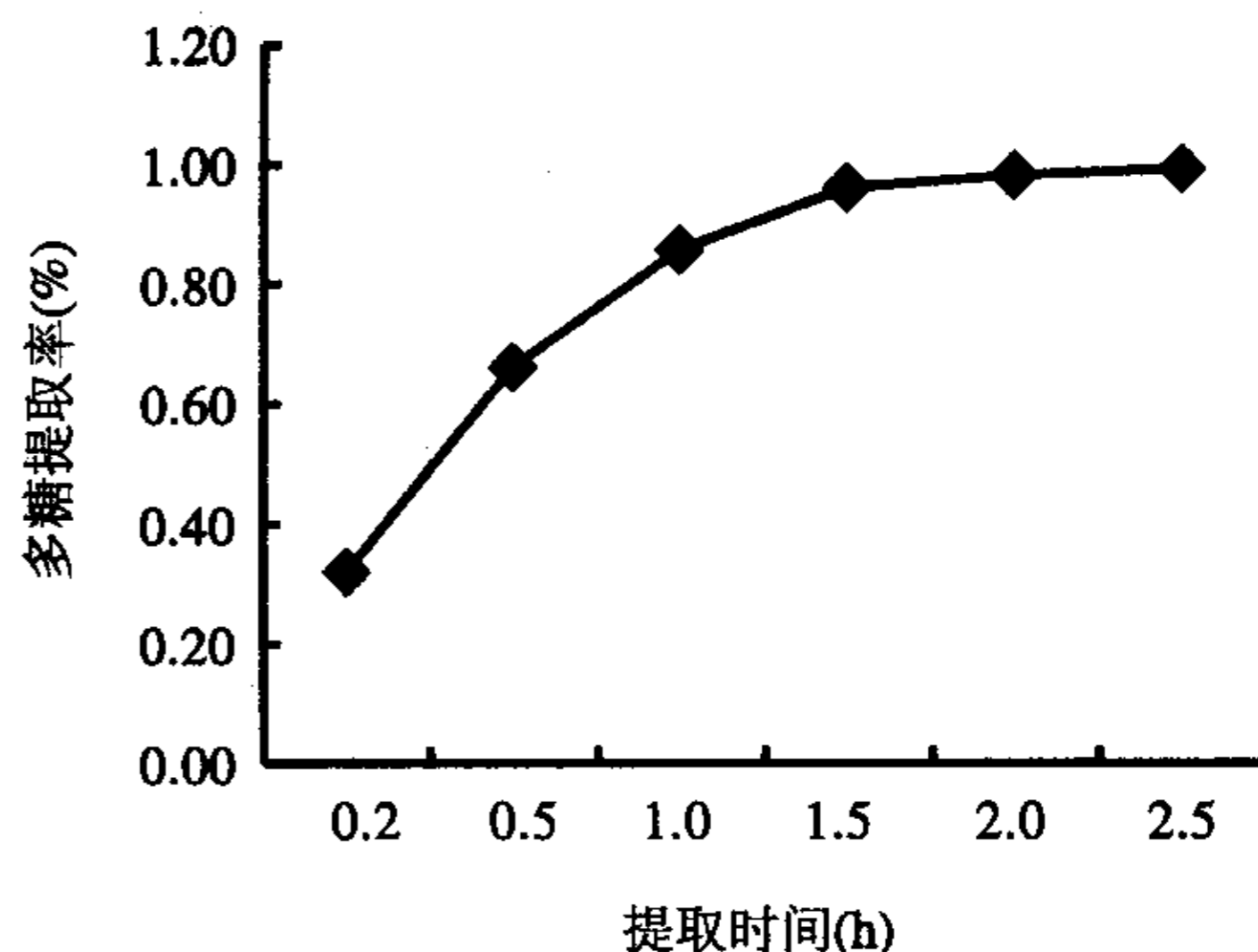


图7 提取时间对大枣多糖提取率的影响

Fig.7 Effects of ultrasonic extraction time on extraction rate

由图7(70℃ 64W下,液固比为6:1)可以看出,在2h的提取时间内,提取时间越长,大枣多糖提取率就越大;而当提取时间超过2h后,多糖提取率增加变缓,提取率基本上达到最大值。因此可选择提取时间为2h。

### 2.3.2 温度对大枣多糖提取率的影响

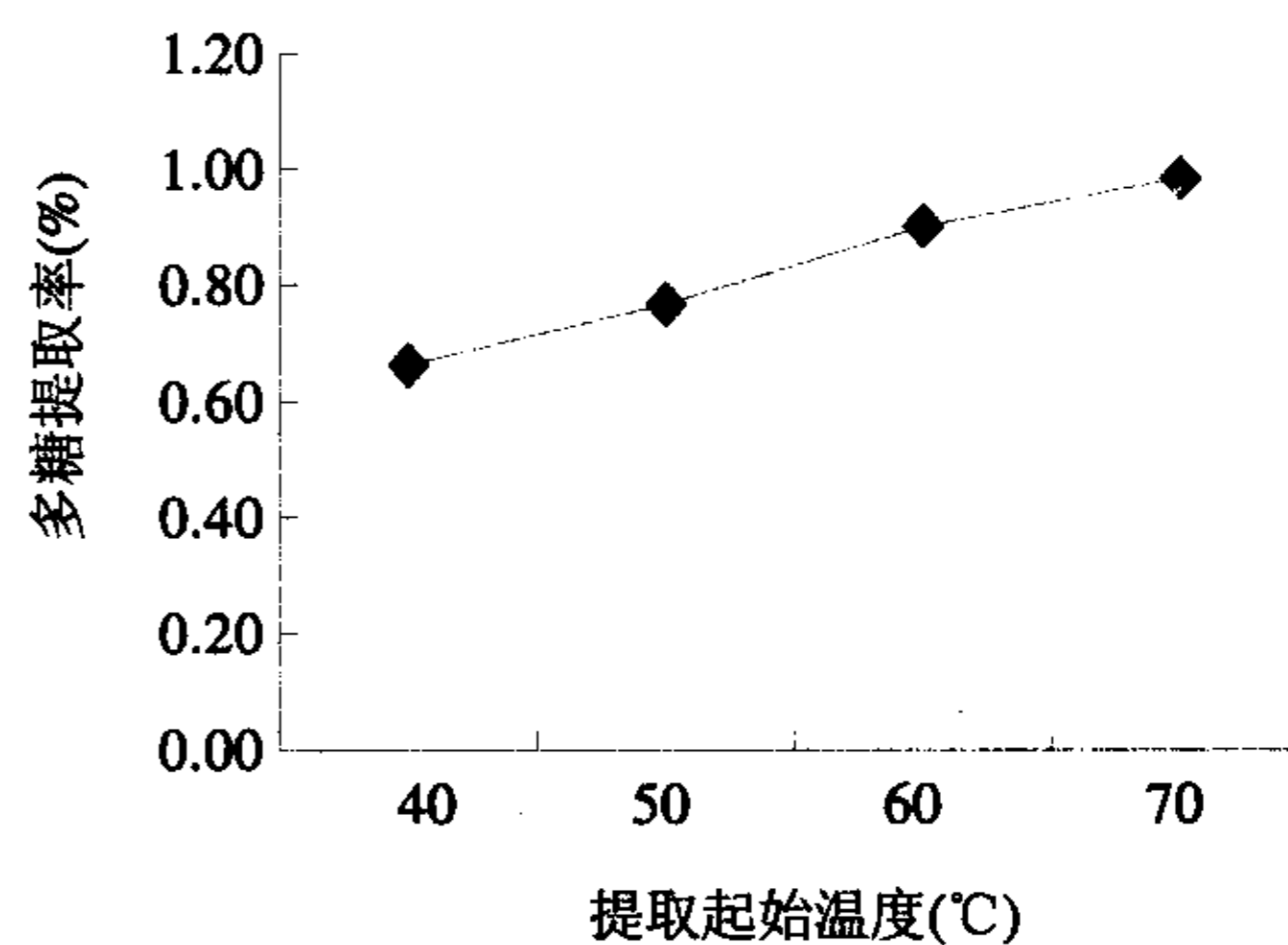


图8 提取温度对多糖提取率的影响

Fig.8 Effects of ultrasonic extraction temperature on extraction rate

从图8(各在64W,液固比为6:1下超声提取2h)可以看出,从40℃开始,在所选取的提取起始温度范围内,随着起始温度的升高,大枣多糖提取率不断增加,由于实验超声设备的限制,温度只能升高到70℃,所以本实验选择最适提取温度为70℃。

### 2.3.3 液固比对大枣多糖提取率的影响

由图9(70℃,64W下各超声提取2h)可以看出,在

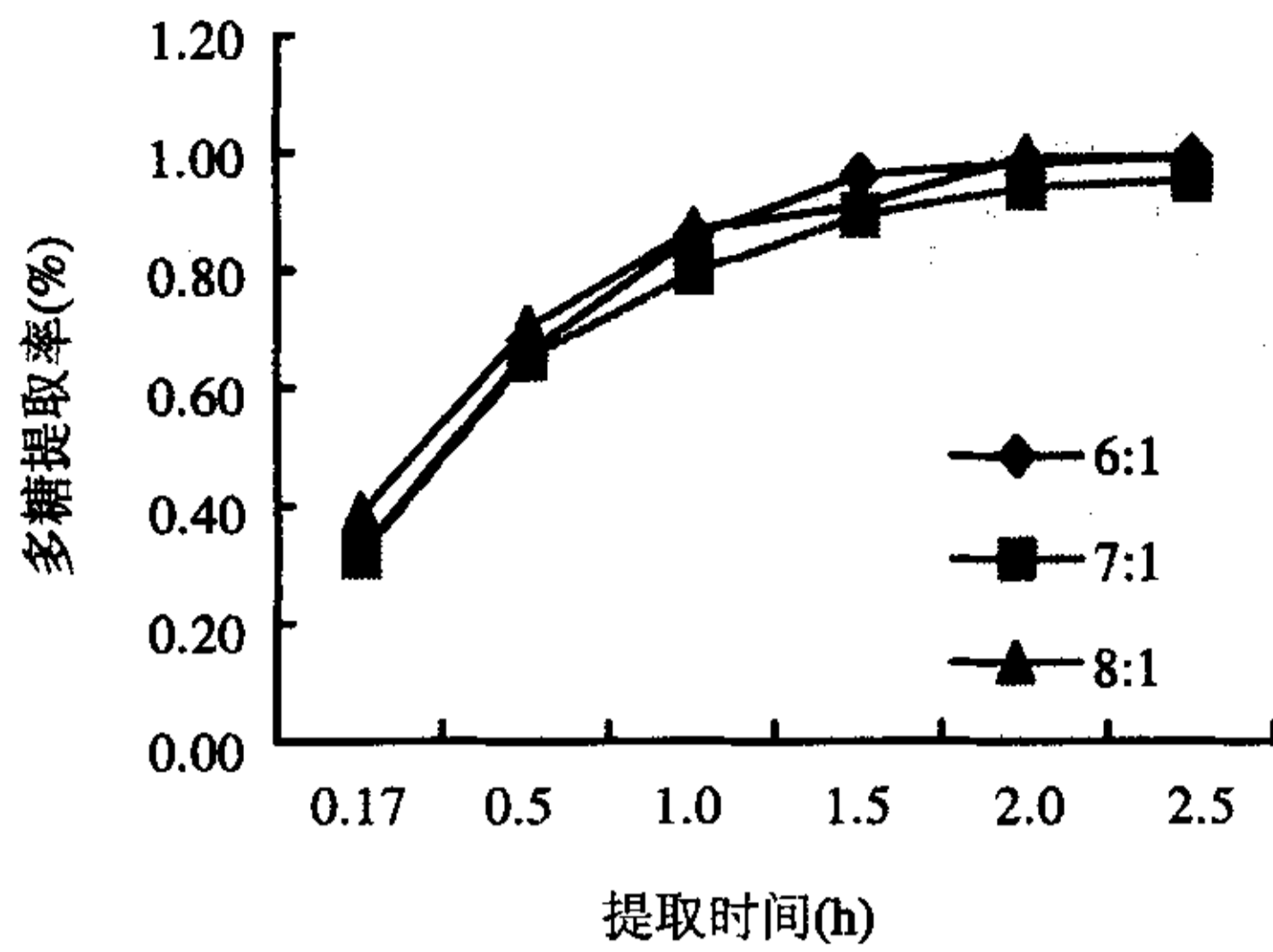


图9 液固比对大枣多糖提取率的影响

Fig.9 Effects of ultrasonic extraction liquid-solid rate on extraction rate Fig

所选择液固比范围内, 所得提取率没有一个具明显优势的液固比。综合考虑成本和时间等因素, 确定液固比为6:1为宜。

2.3.4 功率对大枣多糖提取率的影响

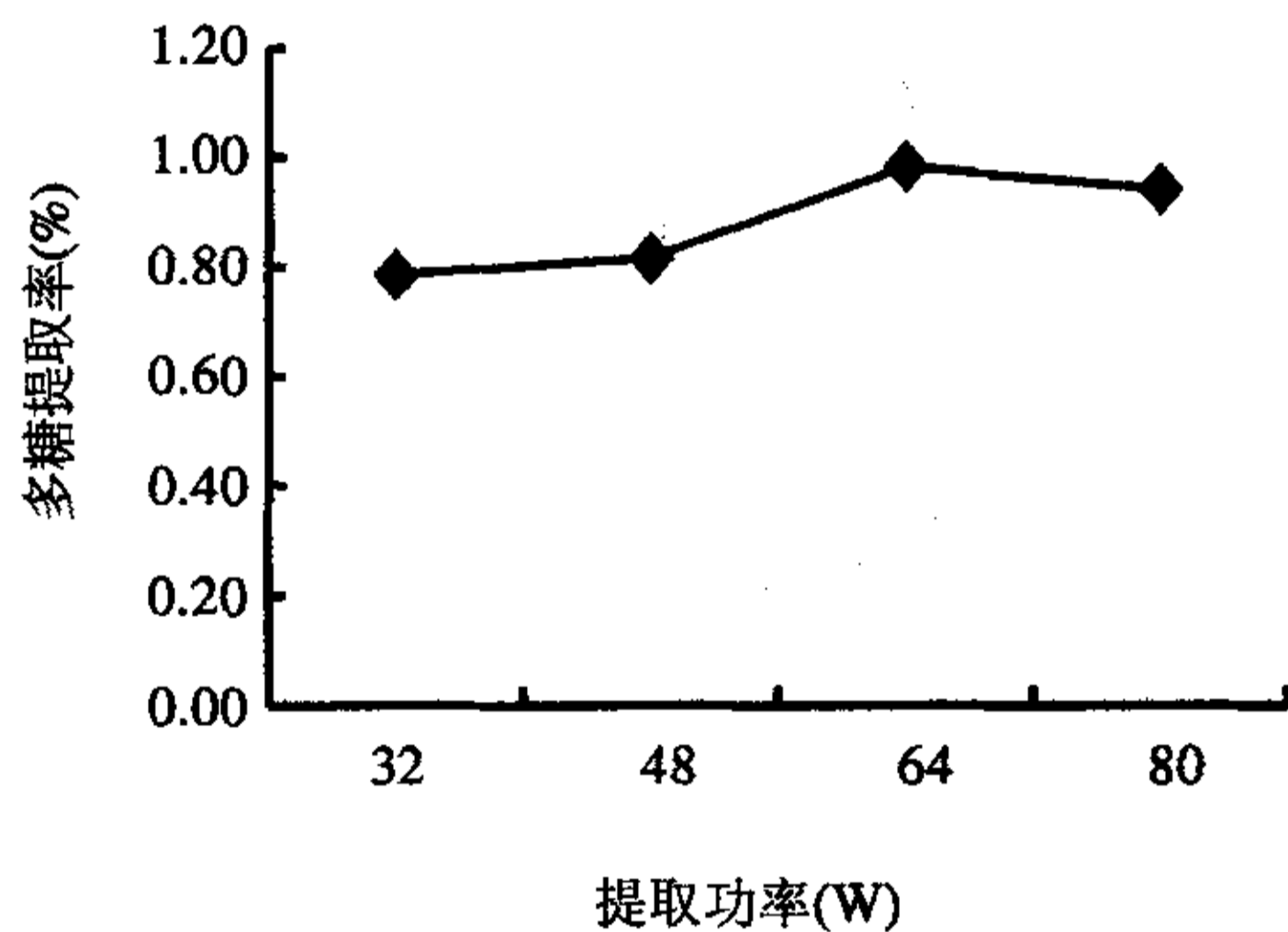


图10 提取功率对大枣多糖提取率的影响

Fig.10 Effects of ultrasonic extraction power on extraction rate Compare of three different extraction methods

由图10(70℃, 液固比为6:1各超声提取2h)可以看出, 在功率从32W到64W的范围内, 随着功率的增大, 多糖的提取率不断增大, 但到了80W时多糖的提取率反而下降。所以选取提取功率为64W比较适宜。

三种提取方法结果比较表

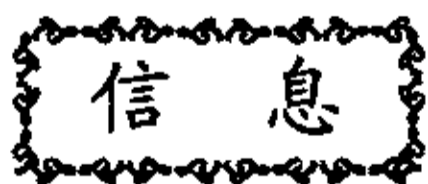
提取方法	液固比	时间	温度(℃)	多糖提取率(%)
加热水提法	6:1	6h	90	0.889
微波强化法	10:1	40min	-	1.137
超声强化法	6:1	2h	70	0.982

3 结论

从上表可以看出, 微波和超声波强化提取都明显地缩短了提取时间, 降低了提取温度, 并且提高了多糖的提取率, 所以微波和超声波提取法都具有迅速、节能、提取率高等优点, 是两种较好的大枣多糖的提取方法, 其中, 微波的优势更为明显, 其所用提取时间最短而提取率又明显高于另两种方法, 所以微波是三种提取方法中最优的, 其次是超声波法提取。二者都具有良好的应用前景。

参考文献:

- [1] 林勤保, 高大维, 于淑娟, 等. 大枣多糖的分离和纯化[J]. 食品工业科技, 1998, (4): 20-21.
- [2] 尚红伟, 王华敏, 徐谊, 等. 大枣多糖的提取工艺研究[J]. 食品研究与开发, 2002, 23(3): 29-31.
- [3] 杨云, 谢新年, 孟江, 等. 酶法提取大枣多糖的研究[J]. 工艺技术, 2003, 24(10): 93-95.
- [4] 江和源, 蒋迎. 茶叶多糖的微波辅助提取技术研究[J]. 食品科技, 2003, (10): 17-19.
- [5] Sun R C, Sun X F, Ma X H. Effect of Ultrasound on the Structural and Physicochemical Properties of Organosolv[J]. Soluble Hemicelluloses from wheat Straw. Ultrason Sonochem, 2002, 9(2): 95.
- [6] Hromadkova Z, Ebringerova A, Valachovic P. Ultrasound-assisted extraction of water-soluble polysaccharides from the roots of valerian(Valeriana officinalis L.)[J]. Ultrason Sonochem, 2002, 9(1): 37.
- [7] 张维杰. 糖复合物生化研究技术(第二版)[M]. 杭州: 浙江大学出版社, 2003. 11-12.



美乔治亚州全面发现大豆锈病

据美国农业部官方大豆锈菌网站消息证实, 美国乔治亚州又有两个郡发现了大豆锈菌, 从而使2005年迄今美国东南部发现大豆锈菌地区的数目达了16个。

消息称, 乔治亚州新发现锈菌的地区比先前发现地区更接近于北部, 表明了锈菌仍在向北部地区蔓延的趋势。由于锈菌孢子适宜在阴暗、潮湿的中温环境中生存, 7月29~31期间东南部地区出现的降雨机会将可能促成其进一步扩散。不过, 影响地区目前仍很有可能仅限于美国东南部各州。

美国农业部已经提醒豆农加强防治措施, 因为目前大豆作物正处在结荚生长期, 这也是最易受到锈菌侵害的阶段。