

## 超声波提取金丝小枣多糖的工艺研究



LI Jin-wei

李进伟, 丁霄霖

(江南大学 食品学院, 江苏 无锡 214036)

**摘 要:** 通过分析 5 种枣的化学成分, 确定了金丝小枣为提取枣多糖的较佳原料。探讨了超声波提取枣多糖的优化工艺。通过响应面分析法考察超声波功率、提取时间、提取温度、料液比对枣多糖得率与纯度的影响, 得出枣多糖最佳的提取工艺条件为: 超声波功率 86 ~ 96 W, 提取温度 45 ~ 53 ℃, 提取时间 20 min, 料液比 1:20 (g:mL), 枣多糖得率 7.63%, 纯度 35.57%。与传统的水浴浸提法相比, 该方法不仅缩短了提取时间, 且提高了枣多糖得率与纯度。同时, 用红外光谱技术分析两种方法所得枣多糖, 可知其化学结构基本一致。

**关键词:** 超声波提取; 金丝小枣; 枣多糖

**中图分类号:** TQ91; Q949.756.2; TS202.3

**文献标识码:** A

**文章编号:** 0253 - 2417(2006)03 - 0073 - 04

## Study on Ultrasonically Assisted Extraction of Polysaccharides from Chinese Jujube

LI Jin-wei, DING Xiao-lin

(School of Food Science and Technology, Southern Yangtze University, Wuxi 214036, China)

**Abstract:** Five cultivars of Chinese jujube were analyzed to compare their chemical components. Results of tests showed that *Ziziphus jujuba cv.* (Jinsixiaozao) had higher content of soluble fiber and lower contents of protein and ash. The ultrasonically assisted extraction conditions of polysaccharides from *Z. jujuba cv.* were studied. Method of response surface regression was used to optimize the extraction under various conditions for the optimum yield and purity of polysaccharides. Analysis showed that yield and purity changed substantially with changes of extraction temperature and ultrasonic power. Optimum extraction conditions were identified to be temperature 45 to 53 ℃, ultrasonic power 86 to 96 W, time 20 min, stock ratio 1:20 (g:mL). FT-IR spectra analysis indicated that structural characteristics of the extractives obtained under ultrasonically assisted extraction were almost identical to those from the traditional method.

**Key words:** ultrasonically assisted extraction; *Ziziphus jujuba cv.*; Chinese jujube polysaccharides

红枣 (*Ziziphus jujuba cv.*) 作为药食同源植物, 在我国有悠久的食用和药用历史, 其资源十分丰富, 总量占世界资源的 90% 以上。中医认为它有补中益气、养血生津、安神镇疼和调和药效等功效。近年来, 对红枣的研究开发日益深入。现代科学研究表明, 红枣除含有丰富的维生素及 Ca、P、Fe 等矿物质元素外, 还含有生理活性极高的多糖。水浸提法是提取植物多糖常用的方法, 但这种方法提取效率较低。因此, 寻找一条效率高、成本低的新提取方法成为人们所关心的问题。近年来, 超声波技术应用于提取植物中的生物碱、苷类、生物活性物质等研究已有报道<sup>[1-5]</sup>, 表明其具有能耗低、效率高、不破坏有效成分的特点。但超声波技术应用于提取枣多糖的研究尚未见报道, 因此, 本研究探讨超声波提取枣多糖的最佳工艺条件, 为枣多糖的工业化生产提供理论指导。

### 1 材料与方 法

#### 1.1 仪器与材料

**样品:** 金丝小枣 (*Z. jujuba cv.*, Jinsixiaozao)、骏枣 (*Z. jujuba cv.*, Junzao)、牙枣 (*Z. jujuba cv.*,

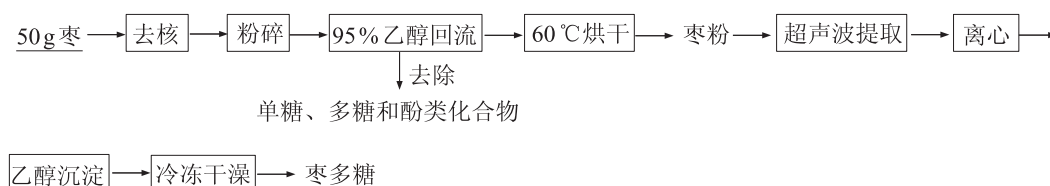
收稿日期: 2005 - 03 - 21

作者简介: 李进伟 (1972 -), 男, 山西朔州人, 博士生, 主要从事天然产物提取及功能食品方面研究。

Yazao)、尖枣(*Z. jujuba cv.*, Jianzao)、三变红枣(*Z. jujuba cv.*, Sanbianhong)购于山东农科院果树研究所。主要仪器:紫外-可见分光光度计,上海精密仪器有限公司;Nexus 富立叶变换红外光谱仪,美国 Thermo Nicolet Co.;离心机,北京医用离心机厂;DJ-04 粉碎机,上海淀久中药机械制造有限公司;旋转蒸发仪,天津玻璃仪器厂;电子分析天平,上海天平仪器厂;超声波粉碎机,宁波新芝科器研究所。

## 1.2 提取方法

枣多糖提取工艺流程如下:



## 2 结果与讨论

### 2.1 原料的筛选

通过对5种枣的化学成分检测可知:金丝小枣的还原糖含量最低即非还原糖的含量较高,其蛋白质和灰分的含量低于其它枣。非还原糖含量高有利于得率的提高,而蛋白质和灰分含量低有利于纯度的提高,故选择金丝小枣作为提取枣多糖的原料,而且金丝小枣的产量较高,很有开发前景。

表1 5种枣的化学成分(以干基计)

Table 1 Chemical components of five cultivars of Chinese jujube (on dry base)

%

成分 components	红枣 <i>Zizyphus Jujuba cv.</i>				
	金丝小枣 Jinsixiaozao	尖枣 Jianzao	牙枣 Yazao	骏枣 Junzao	三变红 Sanbianhong
总糖 total sugar	81.62 ± 3.12	84.85 ± 1.83	80.86 ± 3.55	82.17 ± 1.94	85.63 ± 0.96
还原糖 reducing sugar	57.61 ± 2.71	77.93 ± 0.61	60.24 ± 2.56	58.73 ± 1.13	67.32 ± 0.64
蛋白质 protein	5.01 ± 0.05	4.75 ± 0.03	6.86 ± 0.02	6.43 ± 0.02	6.60 ± 0.04
灰分 ash	2.26 ± 0.03	2.41 ± 0.09	2.78 ± 0.05	3.01 ± 0.06	2.56 ± 0.02

### 2.2 超声波提取枣多糖最佳条件的选择

为了确定金丝小枣多糖的最佳提取工艺条件,采用响应面分析方法进行优化提取条件。根据单因素预试验结果选出最优水平作为试验的零水平,设计4因素5水平的四元二次通用旋转回归实验,4因素分别为超声波功率、提取时间、提取温度、料液比,响应值为得率和纯度。根据中心组合设计原理,共设计31个试验点,其中可分为24个析因点和7次的零点试验,零点试验用以估计试验误差,试验结果见表2。

经回归拟和后,各试验因素对响应值的影响如下:

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_4X_4 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{14}X_1X_4 + b_{23}X_2X_3 + b_{24}X_2X_4 + b_{34}X_3X_4 + B_{11}X_1^2 + b_{22}X_2^2 + b_{33}X_3^2 + b_{44}X_4^2$$

式中, $b_0$ 、 $b_1$ 、 $b_2$ 、 $b_3$ 、 $b_4$ 、 $b_{12}$ 、 $b_{13}$ 、 $b_{14}$ 、 $b_{23}$ 、 $b_{24}$ 、 $b_{34}$ 、 $b_{11}$ 、 $b_{22}$ 、 $b_{33}$ 和 $b_{44}$ 是回归方程系数, $X_1$ 、 $X_2$ 、 $X_3$ 和 $X_4$ 是回归方程自变量,结果见表2。由SAS'RSREG程序对表2数据进行处理,可知方程的相关系数 $R^2$ 值分别达到了0.9233、0.8031(见表3),说明方程的因变量与自变量之间的回归效果显著,可以对试验进行分析和预测。由统计分析可知:提取温度、超声波功率、提取温度的二次项以及提取温度和超声波功率之间的交互作用对得率均有显著影响( $P < 0.05$ );而对于纯度来说,提取温度、超声波功率、提取时间以及超声波功率与料液比的交互作用、提取温度与超声波功率的二次项影响显著( $P < 0.05$ ,见表3)。较佳的提取工艺应该具有较高的得率和纯度,由响应面等高线重叠图(固定提取时间20 min,料液比1:20(g:mL)不变)可知(见图1),其最佳提取温度45~53℃,超声波功率86~96W。

表2 多糖得率与纯度的响应曲面法试验结果数据处理表

Table 2 Experimental data for polysaccharides yield and purity from RSM design

试验号 No.	A 温度/°C temp.	B 超声波功率/W ultrasonic power	C 时间/min time	D 料液比(g:mL) material:liquid	得率/% yield	纯度/% purity
1	50	40	15	1:15	4.42	15.92
2	50	40	15	1:25	4.95	18.44
3	50	40	25	1:15	4.46	13.07
4	50	40	25	1:25	5.39	23.87
5	50	80	15	1:15	7.63	35.57
6	50	80	15	1:25	7.66	29.87
7	50	80	25	1:15	7.49	27.40
8	50	80	25	1:25	7.25	21.44
9	70	40	15	1:15	7.17	18.09
10	70	40	15	1:25	7.29	19.66
11	70	40	25	1:15	7.80	15.18
12	70	40	25	1:25	7.91	16.97
13	70	80	15	1:15	5.80	31.20
14	70	80	15	1:25	6.51	26.28
15	70	80	25	1:15	5.46	25.43
16	70	80	25	1:25	6.43	20.71
17	40	60	20	1:20	5.49	25.52
18	80	60	20	1:20	6.77	11.64
19	60	20	20	1:20	5.64	17.54
20	60	100	20	1:20	7.01	20.37
21	60	60	10	1:20	6.03	26.28
22	60	60	30	1:20	7.49	18.44
23	60	60	20	1:10	6.64	21.49
24	60	60	20	1:30	6.88	29.38
25	60	60	20	1:20	7.11	27.92
26	60	60	20	1:20	6.65	27.19
27	60	60	20	1:20	6.76	28.01
28	60	60	20	1:20	6.44	28.84
29	60	60	20	1:20	6.42	27.00
30	60	60	20	1:20	7.08	26.90
31	60	60	20	1:20	7.34	26.76

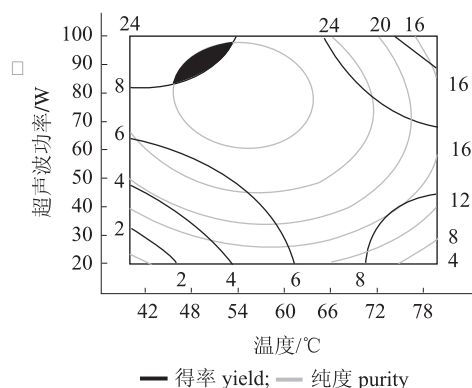


图1 得率与纯度等高线叠加图

Fig. 1 Contour plot for yield and purity as function of temperature and sonic power

### 2.3 超声波提取法与传统水浴浸提法比较

为了考察超声波提取法与传统水浴浸提法对枣多糖得率和纯度的影响,选

表3 多糖得率与纯度的响应曲面法回归系数取值<sup>1)</sup>

Table 3 Regression coefficient and analysis of the model for yield and purity of polysaccharides

相关系数 coefficient	得率 yield /%	纯度 purity /%
$b_0$	6.8286	27.5171
$b_1$	0.3200*	-1.6592***
$b_2$	0.3158*	3.4317*
$b_3$	0.1533	-1.9433***
$b_4$	0.1517	0.4650
$b_{11}$	-0.1776***	-2.0491**
$b_{22}$	-0.1288	-1.9553**
$b_{33}$	-0.0201	-1.1041
$b_{44}$	-0.0200	-0.3353
$b_{12}$	-1.0486*	-0.5788
$b_{13}$	0.0563	-0.1825
$b_{14}$	0.0413	-0.4963
$b_{23}$	-0.1688	-1.5575
$b_{24}$	-0.0138	-2.3738***
$b_{34}$	0.0238	0.5275
$R^2$	0.9233	0.8031
$F$	13.7579	4.6617
$F$ 值的显著性 significance of $F$ value	0.0001	0.0021

1) \*  $P < 0.001$ ; \*\*  $P < 0.01$ ; \*\*\*  $P < 0.05$

择这两种方法的最佳条件进行对比,结果表明:超声波提取法不仅可以缩短时间,而且得率和纯度高于传统水浴浸提法(见表4)。为了进一步证明这两种方法所得的枣多糖在结构上是一致的,对枣多糖进行了红外光谱分析。在 $3442.42\text{ cm}^{-1}$ 处有一宽而强的吸收峰,这是化学键—OH伸缩振动峰。在 $2928.06\text{ cm}^{-1}$ 处有一较弱的吸收峰,这是化学键—CH伸缩振动吸收峰。在 $1630\text{ cm}^{-1}$ 处有一尖而强的吸收峰,这是糖醛酸的伸缩振动吸收峰。在 $1406.9\text{ cm}^{-1}$ 处有一尖而较强的吸收峰,这是化学键—COOH的吸收峰。在 $1009.8\text{ cm}^{-1}$ 处有一尖而弱的吸收峰,这是化学键—OH变角振动吸收峰, $831.6\text{ cm}^{-1}$ 为 $\alpha$ -糖苷键的吸收峰<sup>[6]</sup>。两种方法所得的枣多糖的峰形位置基本相同,从而可知超声波提取法与传统水浴浸提法所得的枣多糖结构基本相同。

表4 超声波提取法与传统水浴浸提法对枣多糖影响对比表

提取方法	时间/min	得率/%	纯度/%
extraction methods	time	yield	purity
超声波提取法 ultrasonic	20	7.63	35.57
水浴浸提法 water bath	360	6.52	29.49

### 3 结论

3.1 从5种枣中选择金丝小枣作为提取枣多糖的原料,而且金丝小枣的产量较高,很有开发前景。

3.2 利用响应面分析法确定了枣多糖最佳提取条件:超声波功率 $86\sim 96\text{ W}$ ,提取温度 $45\sim 53\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,提取时间 $20\text{ min}$ ,料液比 $20:1\text{ (g:mL)}$ ,枣多糖得率 $7.63\%$ ,纯度 $35.57\%$ 。

3.3 用红外光谱分析超声波与水浴浸提这两种方法所得枣多糖,可知其化学结构基本一致。与水浴浸提法相比,超声波提取法不仅缩短了提取时间,且提高了枣多糖得率与纯度。

#### 参考文献:

- [1] 孙波,彭密军,杨晓燕. 超声波提取杜仲叶的工艺研究[J]. 林产化学与工业,1999,19(3): 67-70.
- [2] 郭孝武. 超声技术在中草药成份提取中的应用[J]. 中草药,1993,24(10):548-549.
- [3] HROMADKOVA Z, EBRINGEROVA A, VALACHOVIC P. Comparison of classical and ultrasound-assisted extraction of polysaccharides from *Salvia officinalis* L. [J]. Ultrasonics Sonochemistry, 1999,6(4):163-168.
- [4] VINATORU M. An overview of the ultrasonically assisted extraction of bioactive principles from herbs [J]. Ultrasonics Sonochemistry, 2001, 8(3): 303-313.
- [5] VALACHOVIC P, PECHOVA A, MASON T J. Towards the industrial production of medicinal tincture by ultrasound assisted extraction [J]. Ultrasonics Sonochemistry, 2001, 8(2): 111-117.
- [6] 苏克曼,潘铁英,张玉兰. 波谱解析法[M]. 上海:华东理工大学出版社,2002:94-111.

欢迎订阅 2007 年《中国胶粘剂》

核心期刊 权威杂志

中国胶粘剂

国内外公开发行 月刊

邮发代号: 4-454

定价:12元/本

联系电话: 021-64086177