

不同方法提取雪莲果多糖工艺的优化研究

郭香凤,侯典云,张玉先,徐金龙,史国安

(河南科技大学,河南 洛阳 471003)

摘要:为确定雪莲果多糖提取的最佳条件,研究了热水提取、微波提取和超声波提取3种方法从雪莲果干粉中提取多糖的最佳工艺条件。结果表明:3种方法在最佳条件下雪莲果多糖得率高低顺序为:超声波法>微波法>热水法。影响微波法提取的各因素作用高低顺序为:料液比>提取温度>提取时间,提取多糖的最佳条件为料液比1:25、温度90℃、时间35 min,多糖得率为3.24%。超声波法提取多糖的各因素顺序为:提取时间>料液比>提取温度,提取多糖的最佳条件为料液比1:25、温度75℃、时间50 min,多糖得率为3.42%。通过紫外吸收光谱分析可知,所得粗多糖产品的纯度较高。

关键词:雪莲果;多糖;热水提取;微波提取;超声波提取

中图分类号:TQ461

文献标识码:A

文章编号:1002-2767(2014)07-0106-05

雪莲果(*Smallanthus sonchifolius*)是原产于南美洲安第斯山脉的菊科多年生草本植物的块根,在当地是一种常见的水果,其味甜,但是热量不高^[1]。雪莲果含有20多种人体必需的氨基酸、丰富的矿物质及大量可溶性纤维,属低热食品,能有效降低血糖和血脂,清理肠胃并治疗高血压,特别适合糖尿病人和减肥者食用^[1-3]。雪莲果根含有大量的水分及糖类,主要是菊糖和低聚果糖,作为一种优良的膳食纤维,可促进肠道蠕动、润肠通便、防止便秘、降低体内致癌化合物含量;还可作为人体内益生菌(主要是双歧杆菌)的增殖因子,增加益生菌的数量,抑制有害微生物的生长,维持肠道微生态平衡^[4-6]。由于多糖^[7-9]具有现代人青睐的药理作用和国外成功的研究与使用经验,2004年我国云南省成功的从原产地引种了雪莲果,发展态势迅猛^[10-11]。目前仅有少量的雪莲果多糖的提取工艺研究报道^[12-13]。该文通过对传统热水提取法与微波提取法和超声波提取法进行比较研究,从料液比、提取温度、提取时间3个方面确定了雪莲果多糖提取的最佳条件,以期对雪莲果资源的综合利用提供理论指导。

收稿日期:2014-03-12

基金项目:国家自然科学基金资助项目(31372098);河南科技大学大学生SRTP资助项目(2009131)

第一作者简介:郭香凤(1964-),女,河南省浉池县人,硕士,副教授,从事农产品贮藏加工与采后生物学研究。E-mail: gxfeng40@163.com。

通讯作者:史国安(1963-),男,河南省伊川县人,博士,教授,从事生物化学与植物资源利用研究。E-mail: gashi1963@126.com。

1 材料与方法

1.1 材料

供试雪莲果取于洛阳市当地伏牛山区生产基地。

供试试剂有活性炭、氯仿、正丁醇、无水乙醇、磷酸等,均为分析纯试剂。

供试设备有小型三用水浴箱,北京西城区医疗器械厂;GZX-GF101-3-BS-II型电热恒温鼓风干燥箱,上海贺德实验设备有限公司;WD800A万能粉碎机,天津市泰斯特仪器有限公司;TL23型微波炉,格兰仕电器有限公司;JY92-II型超声波细胞粉碎机,上海新芝生物技术研究; pH3-3C酸度计,金坛市荣华仪器制造厂;SHZ-A水浴恒温振荡器,上海博迅实业有限公司医疗设备厂;TU-1810紫外可见分光光度计,北京普析通用食品有限责任公司;LD4-2型低速离心机,北京医用离心机厂。

1.2 方法

1.2.1 雪莲果预处理 将新鲜的雪莲果洗净→100℃下热处理5 min→去皮、切片→60℃下烘干→粉碎、过60目筛得雪莲果干粉→4℃冰箱中储藏备用。

1.2.2 雪莲果粗多糖提取方法 雪莲果干粉加水浸泡→采用不同方法提取(热水提取、微波提取、超声波提取),过滤得滤液→石灰乳法除去纤维滤渣和果胶,离心得上清液→sevag法除蛋白质,重复3次,离心得上清液→活性炭脱色,重复3次,过滤得滤液→浓缩至原体积的1/3→加入3倍体积无水乙醇沉淀→4℃冰箱中放置24 h后离

心得滤饼→真空干燥后即得雪莲果粗多糖、称重。

(1)热水提取。精确称取 5 g 雪莲果干粉,选取料液比(A)、浸提温度(B)、浸提时间(C)进行 3 因素 3 水平正交试验,粗多糖提取处理方法分别得到雪莲果粗多糖并称重。热水浸提正交试验的因素水平见表 1。

表 1 热水提取正交试验因素水平
Table 1 Factors and levels of the orthogonal test by hot water extraction

水平 Levels	因素 Factors		
	A 料液比 Solid-liquid ratio	B 温度/℃ Temperature	C 时间/min Time
1	1:15	70	40
2	1:20	80	60
3	1:25	90	80

(2)微波提取。精确称取 5 g 雪莲果干粉,选取料液比(A)、微波处理温度(B)、微波处理时间(C)进行 3 因素 3 水平正交试验,按粗多糖提取处理方法分别得到雪莲果粗多糖并称重。微波浸提正交试验的因素水平见表 2。

表 2 微波提取正交试验因素水平
Table 2 Factors and levels of the orthogonal test by microwave extraction

水平 Levels	因素 Factors		
	A 料液比 Solid-liquid ratio	B 温度/℃ Temperature	C 时间/min Time
1	1:15	70	25
2	1:20	80	35
3	1:25	90	45

(3)超声波提取。精确称取 5 g 雪莲果干粉,选取料液比(A)、超声波处理温度(B)、超声波处

理时间(C)进行 3 因素 3 水平正交试验,按粗多糖提取处理方法分别得到雪莲果粗多糖并称重。超声波浸提正交试验的因素水平见表 3。

表 3 超声波提取正交试验因素水平
Table 3 Factors and levels of the orthogonal test by ultrasonic extraction

水平 Levels	因素 Factors		
	A 料液比 Solid-liquid ratio	B 温度/℃ Temperature	C 时间/min Time
1	1:15	75	30
2	1:20	85	40
3	1:25	95	50

1.2.3 雪莲果粗多糖含量测定 将所得产品溶于水,利用 DNS 比色法,以葡萄糖为标准品,测定提取液中粗多糖含量,计算粗多糖得率。

粗多糖得率(%)= 试验得到多糖的质量/称取原料的质量×100

2 结果与分析

2.1 热水提取法条件的优化

表 4 可知,影响热水提取的各因素作用主次顺序为 A>B>C,即料液比>提取温度>提取时间。热水提取的最佳工艺条件是 A₂B₂C₂,即料液比 1:20,热水提取温度 80℃,热水提取时间 60 min。与试验中得率最高的组合 A₂B₂C₃相比,差异主要表现在热水浸提的时间缩短。二者之间的验证试验结果表明,A₂B₂C₂的粗多糖得率均值为 3.033%,A₂B₂C₃的得率均值为 3.072%,且两者差异不显著。为了能充分的提取雪莲果粗多糖,试验选择 A₂B₂C₃作为最佳工艺,即料液比 1:20,热水提取温度 80℃,热水提取时间 80 min。

表 4 热水提取正交试验结果
Table 4 Results of the orthogonal test by hot water extraction

序号 No.	A 料液比 Solid-liquid ratio	B 温度/℃ Temperature	C 时间/min Time	得率/% Yield rate
1	1	1	1	2.57
2	1	2	2	2.86
3	1	3	3	2.62
4	2	1	2	2.86
5	2	2	3	3.07
6	2	3	1	2.90

续表 4

Continuing Table 4

序号 No.	A 料液比 Solid-liquid ratio	B 温度/℃ Temperature	C 时间/min Time	得率/% Yield rate
7	3	1	3	2.74
8	3	2	1	2.98
9	3	3	2	2.85
k ₁	2.683	2.723	2.817	
k ₂	2.943	2.970	2.857	
k ₃	2.857	2.790	2.810	
R	0.260	0.247	0.047	

2.2 微波提取法条件的优化

由表 5 可知,影响微波提取的各因素作用主次顺序是 A>B>C,即料液比>提取温度>提取

时间。微波提取的最佳工艺条件是 A₃B₃C₂,即料液比 1:25,提取温度 90℃,提取时间 35 min。

表 5 微波提取正交试验结果

Table 5 Results of the L₉(3³)orthogonal test by microwave extraction

序号 No.	A 料液比 Solid-liquid ratio	B 温度/℃ Temperature	C 时间/min Time	得率/% Yield rate
1	1	1	1	2.77
2	1	2	2	2.82
3	1	3	3	2.71
4	2	1	2	3.12
5	2	2	3	2.99
6	2	3	1	3.22
7	3	1	3	3.19
8	3	2	1	2.98
9	3	3	2	3.24
k ₁	2.767	3.027	2.990	
k ₂	3.110	2.930	3.060	
k ₃	3.137	3.057	2.963	
R	0.370	0.127	0.097	

2.3 超声波提取法条件的优化

由表 6 可知,影响超声波提取的各因素作用主次顺序是 C>A>B,即提取时间>料液比>提

取温度。超声波法提取的最佳工艺条件是 A₃B₁C₃,即料液比 1:25,提取温度 75℃,提取时间 50 min。

表 6 超声波提取正交试验结果

Table 6 Results of the L₉(3³)orthogonal test by ultrasonic extraction

序号 No.	A 料液比 Solid-liquid ratio	B 温度/℃ Temperature	C 时间/min Time	得率/% Yield rate
1	1	1	1	2.62
2	1	2	2	2.83
3	1	3	3	3.01
4	2	1	2	3.15

续表 6

Continuing Table 6

序号 No.	A 料液比 Solid-liquid ratio	B 温度/℃ Temperature	C 时间/min Time	得率/% Yield rate
5	2	2	3	3.39
6	2	3	1	2.71
7	3	1	3	3.42
8	3	2	1	2.94
9	3	3	2	3.36
k ₁	2.820	3.063	2.757	
k ₂	3.083	3.053	3.113	
k ₃	3.240	3.027	3.273	
R	0.420	0.037	0.517	

2.4 3 种提取方法的比较

由表 7 可知,在 3 种提取雪莲果粗多糖的方法中,热水提取时使用的提取温度偏高,时间较长,粗多糖得率相对较低;微波提取温度高时间短,粗多糖得率较热水提取法提高了 5.53%;超

声波提取时所采用的提取温度最低,操作更容易控制,粗多糖得率最高,为 3.42%,较热水提取和微波提取的分别增加了 11.4%和 5.56%,提取效率相对较高。

表 7 3 种雪莲果多糖提取方法的最高得率比较

Table 7 Comparison of three extractions on the highest polysaccharide yields from *Smallanthus sonchifolius*

提取工艺 Extraction processes	料液比 Solid-liquid ratio	温度/℃ Temperature	时间/min Time	得率/% Yield rate
热水提取法 Hot water extraction	1:20	80	80	3.07
微波提取法 Microwave extraction	1:25	90	35	3.24
超声波提取法 Ultrasonic extraction	1:25	75	50	3.42

从图 1 可看出,在 3 种方法最佳提取条件下,雪莲果多糖经提取、纯化后得到的多糖外观呈微黄色絮状固体、易吸湿、微甜、无臭、易溶于水。经 190~300 nm 紫外光谱扫描,260 和 280 nm 处均未见吸收峰,表明提取的雪莲果多糖中没有多酚、

蛋白质和核酸的干扰,粗多糖纯化效果比较好。

3 结论与讨论

雪莲果实干基中糖类物质含量达 90%以上,主要是由低聚果糖、蔗糖、果糖和葡萄糖等低聚糖类和单糖类物质组成,不含有淀粉,其中低聚果糖是主要的功能性低聚糖类物质,其含量占其果实干基的 45%~65%,占雪莲果低聚糖总量的 80%~90%^[7]。李冉冉等^[13]研究表明雪莲果鲜基多糖含量为 0.563%。雪莲果低聚糖贮藏过程中容易降解,其含量波动较大^[14]。雪莲果多糖含量明显较低聚果糖低,不同产地、不同贮藏条件和时期下的雪莲果多糖差异较大^[15]。

该研究以雪莲果干粉为原料,研究了热水、微波和超声波 3 种方法提取雪莲果多聚果糖的最佳工艺条件。结果表明:料液比、提取温度、提取时间是影响雪莲果提取的重要因素。与传统热水提取法相比,微波法和超声波法提取多糖有缩短

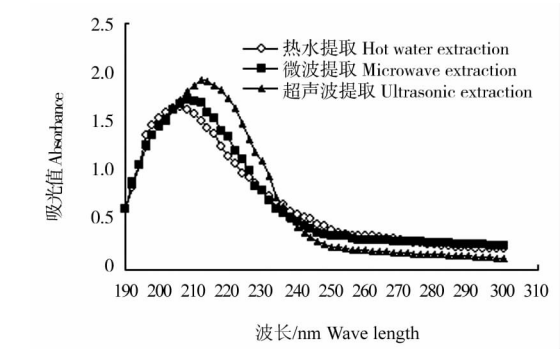


图 1 雪莲果粗多糖的紫外吸收光谱

Fig. 1 Ultraviolet absorption spectrogram of crude polysaccharide from *Smallanthus sonchifolius*

时间、节省能源及提高效率的优点,而超声波提取法与微波提取法相比效率更高。影响微波提取的各因素作用主次顺序是:料液比>提取温度>提取时间,提取多糖的最佳条件为料液比 1:25,提取温度 90℃,提取时间 35 min,多糖得率为 3.24%;影响超声波提取的各因素作用主次顺序是:提取时间>料液比>提取温度,超声波法提取多糖的最佳条件为固液比 1:25,提取温度 75℃,提取时间 50 min,多糖得率为 3.42%。微波法和超声波法提取雪莲果多糖的得率显著低于其水溶性低聚糖,其中多次除蛋白及脱色等纯化步骤可能是多糖损失的重要原因,需要在生产工艺的选择时引起重视。通过光谱分析对粗多糖的紫外吸收光谱的对比分析,间接证明所提取的物质为多糖;提取所得产品外观呈微黄色絮状固体、易吸湿、微甜、无臭、易溶于水,在 260 和 280 nm 处均未见吸收峰,表明样品中不含大分子蛋白质、多肽和核酸,纯度较高。

参考文献:

- [1] Genta S, Cabrera W, Habib N, et al. Yacon syrup: Beneficial effects on obesity and insulin resistance in humans[J]. Clinical Nutrition, 2009, 28: 182-187.
- [2] Campos D, Betalleluz-Pallardel I, Chirinos R, et al. Prebiotic effects of yacon (*Smallanthus sonchifolius* Poepp. & Endl), a source of fructooligosaccharides and phenolic compounds with antioxidant activity[J]. Food Chemistry, 2012, 135: 1592-1599.
- [3] Lobo AR, Colli C, Alvares EP, et al. Effects of fructans-containing yacon (*Smallanthus sonchifolius* Poepp & Endl) flour on caecum mucosal morphometry, calcium and magnesium balance, and bone calcium retention in growing rats[J]. Br J Nutr, 2007, 97: 776-85.
- [4] Graefe S, Hermann M. Effects of post-harvest treatments on the carbohydrate composition of Yacon roots in the Peruvian Andes[J]. Field Crops Res, 2004, 86: 157-165.
- [5] Ojansivu I, Ferreira CL, Salminen S, et al. Yacon, a new source of prebiotic oligosaccharides with a history of safe use[J]. Trends in Food Science & Technology, 2011, 22: 40-46.
- [6] Leung M Y K, Liu C, Koon J C M, et al. Polysaccharide biological response modifiers[J]. Immunology Letters, 2006, 105(2): 101-114.
- [7] 钱林, 丁长河, 李里特, 等. 雪莲果的化学组分及其功能性[J]. 食品研究与开发, 2006, 27(6): 179-180.
- [8] 陈燕, 王文平, 曾艺琼. 雪莲果的化学成分研究及应用[J]. 贵州工业大学学报: 自然科学版, 2008, 37(4): 175-177.
- [9] 周文辉. 菊糖及低果聚糖的代谢及生理特性[J]. 广州食品工业科技, 2004, 20(2): 155-159.
- [10] 杨燕红, 覃伟远. 雪莲果丰产栽培技术[J]. 现代农业科技, 2008(23): 49-51.
- [11] 郝燕燕, 张美霞. 我国雪莲果栽培现状及发展前景[J]. 山西农业科学, 2011, 39(4): 383-385, 388.
- [12] 王照波, 周文美, 徐子婷, 等. 雪莲果水溶性低聚糖的提取工艺[J]. 贵州农业科学, 2010, 8(2): 173-176.
- [13] 李冉冉, 陆国权, 陈洁, 等. 响应面优化雪莲果多糖提取的初步研究[J]. 中国食品工业, 2012, (12): 60-63.
- [14] 任焯, 武莹, 马长华, 等. 雪莲果中的糖类成分及冷藏状态下含量的动态变化[C]. 膳食纤维与人体健康及应用技术研讨会, 2009: 73-80.
- [15] Itaya NM, Carvalho MAM, Figueiredo-Ribeiro CL. Fructosyl transferase and hydrolase activities in rhizophores and tuberous roots upon growth of *Polymnia sonchifolia* (Asteraceae)[J]. Physiol Plant, 2002, 116: 451-459.

Optimization Research on Extraction Process of Polysaccharide from *Smallanthus sonchifolius*

GUO Xiang-feng, HOU Dian-yun, ZHANG Yu-xian, XU Jin-long, SHI Guo-an
(Henan University of Science and Technology, Luoyang, Henan 471003)

Abstract: In order to clear the best extraction conditions of polysaccharides from *Smallanthus sonchifolius*, the polysaccharide was extracted from dry powder of *Smallanthus sonchifolius* by hot water, microwave and ultrasonic extraction methods and the optimization conditions were studied. The results showed that under the optimum conditions three methods were ranking as the extraction ratio of polysaccharide; ultrasonic extraction>microwave extraction>hot water extraction. The order of affecting factors on microwave extraction was solid-liquid ratio>extraction temperature>extraction time. The optimization conditions showed that the solid-liquid ratio was 1:25, the extraction temperature was 90℃, the time was 35 minutes and the polysaccharide extraction rate reached 3.24%. The order of affecting factors of ultrasonic extraction was extraction time>solid-liquid ratio>extraction temperature, and the optimization conditions were showed that the solid-liquid ratio was 1:25, the extraction temperature was 75℃, the time was 50 minutes and the polysaccharide extraction rate reached 3.42%. Ultraviolet absorption spectrum showed that the polysaccharide was high purity.

Key words: *Smallanthus sonchifolius*; hot water extraction; microwave extraction; ultrasonic extraction