



王婷婷,李鑫,邱乐群,等.超声协同沸水提取无花果叶多糖工艺研究[J].黑龙江农业科学,2021(7):73-76.

# 超声协同沸水提取无花果叶多糖工艺研究

王婷婷,李鑫,邱乐群,聂芳,乔彬,梁淳裕,赵春建,李春英

(东北林业大学 化学化工与资源利用学院/森林植物生态学教育部重点实验室,黑龙江哈尔滨 150040)

**摘要:**为促进无花果叶多糖的开发利用,本研究采用超声提取技术协同沸水提取无花果叶中多糖,并采用响应面分析法优化提取工艺。结果表明:最佳提取工艺条件为超声功率 183 W,料液比 1:30(g:mL),提取时间 2.6 h,此条件下无花果叶多糖得率为 2.81%,是传统热水浸提法的 1.18 倍。

**关键词:**无花果叶;超声-沸水;多糖;响应面法

无花果(*Ficus carica* L.)为桑科榕属植物,原产于亚洲西部及地中海地区<sup>[1]</sup>。无花果的鲜果味甘甜可口,含有多种活性物质如多糖、黄酮、多酚等<sup>[2-3]</sup>,具有消肿解毒,健胃助消化的功能<sup>[4]</sup>,多糖是无花果中重要的活性成分之一,有着显著的抗氧化<sup>[5]</sup>,增强免疫力<sup>[6]</sup>和抗肿瘤<sup>[7]</sup>作用。然而无花果叶却随着每年无花果的采摘而被丢弃,因此开发出一种高效节能且可广泛用于加工生产的提取无花果活性成分的方法十分重要。

目前已知多糖的提取方法有热水浸提法、超声辅助提取法、酶解法<sup>[8]</sup>、微波辅助提取法<sup>[9]</sup>等。其中沸水浸提法为最常用的提取方法。超声萃取

已被应用于天然活性成分的提取,由于超声波振动、高速、强空化效应和混合效应不断产生大量的内压,达到数千个大气压微腔,不断“爆破”对植物材料产生强大的冲击波,因此植物材料的基质不断被侵蚀,从而提取出植物中有效成分<sup>[10]</sup>。目前鲜见将超声萃取技术与沸水浸提法偶联用于多糖提取的报道。本研究采用超声协同沸水法提取无花果叶中多糖,并采用响应面法优化提取工艺,以为无花果叶多糖的开发利用提供理论依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

供试无花果叶采自山东省威海市荣成市城山镇,自然风干、粉碎过 60 目筛备用。试验中所用试剂均为分析纯试剂。

供试仪器主要有智能静音超声波清洗机(XM-5200UVF)购自小美超声仪器(昆山)有限公司,数显超级恒温循环油浴锅(HH-SB)购自金坛市精达仪器制造有限公司。

收稿日期:2021-03-27

基金项目:国家重点研发计划(2017YFD0601306)。

第一作者:王婷婷(1996—),女,在读硕士,从事药用植物资源学研究。E-mail:klp18wtt@nefu.edu.cn。

通信作者:李春英(1976—),女,博士,副教授,从事植物资源学研究。E-mail:lcy@nefu.edu.cn。

## Comprehensive Evaluation of Varietal Characters of 23 *Allium giganteum* Cultivars

MIN Jie, LI Qiu-jing, SHEN Rui-xue, LIN Dan, QING Xia, ZHOU Tian-yu

(Shanghai Shangfang Garden Plant Research Institute Limited Company, Shanghai 201602, China)

**Abstract:** In order to screen more ornamental and suitable for large-scale production of *Allium giganteum* varieties, the analytic hierarchy process (AHP) was used to evaluate 23 *Allium giganteum* varieties introduced and collected, and the comprehensive evaluation system of *Allium giganteum* was established by AHP, with 4 criteria layers and 18 index layers established. The results showed that the overall traits were the key factors affecting the evaluation of *Allium giganteum*, and the more restrictive specific indicators were seedling emergence rate, plant type and leaf color. According to the evaluation system, nine *Allium giganteum* varieties with excellent performance were selected out which could be used for application and large-scale production.

**Keywords:** *Allium giganteum*; variety screening; analytic hierarchy process

## 1.2 方法

1.2.1 无花果叶多糖的提取工艺流程 取无花果干叶粉末 20 g,料液比 1:30(g:mL),采用超声协同沸水法浸提 3 h 后过滤,留上清液后趁热抽滤,将抽滤过的溶液 80 ℃,120 r·min<sup>-1</sup> 旋蒸至原溶液的 1/3~1/4。旋蒸所得溶液用 75% 无水乙醇沉淀过夜,抽出上清液留沉淀。用无水乙醇,丙醇交替洗 2~3 次,每次洗离心留沉淀。将沉淀溶解获得无花果叶粗多糖提取液。

1.2.2 无花果叶多糖提取率测定 采用苯酚—硫酸法测定无花果叶多糖粗提液中的总糖含量,测得葡萄糖标准曲线的回归方程为  $y=7.6546x+0.0529$ ,  $R^2=0.9994$ 。无花果叶的得率按以下公式计算:

$$Y = \frac{cvf}{m}$$

式中:  $Y$  表示多糖得率,%;  $c$  表示待测液浓度,  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ;  $v$  表示待测液体积, mL;  $f$  表示稀释倍数;  $m$  表示样品质量, g。

1.2.3 超声-热回流提取无花果多糖单因素试验设计 为探究不同因素对多糖得率影响,分别设计料液比 1:20, 1:25, 1:30, 1:35 和 1:40(g:mL),提取时间 1.5, 2.0, 2.5, 3.0 和 3.5 h,超声功率 200, 180, 160, 140 和 120 W 时进行试验,试验中油浴锅温度为 110 ℃,确保提取液呈沸腾状态。

1.2.4 响应面分析 结合单因素试验结果,并以无花果叶多糖的得率为响应值( $Y$ ),采用 Box-Behnken 进行实验设计,选择料液比(A)、超声时间(B)、超声功率(C)为影响因素,运用 Design-Expert 8.0.6.0 软件进行三因素三水平响应面优化试验的设计。

1.2.5 热水浸提法提取无花果叶多糖 准确称取 10 g 无花果粉末,料液比 1:30(g:mL),90 ℃ 水浴,提取时间 3 h,提取无花果叶多糖,将超声协同沸水提取法提取的无花果叶多糖得率与传统热回流法提取的多糖得率进行比较。

1.2.6 数据分析 试验数据采用 Excel 2016 进行处理。

## 2 结果与分析

### 2.1 单因素试验结果与分析

由图 1A 可看出,料液比对无花果叶多糖得率的影响呈现出现上升后降低的趋势,料液比在

1:30(g:mL)时无花果叶多糖得率最高。由图 1B 可看出,随着试验时间增加,多糖得率逐渐平缓达到饱和,当提取时间为 3 h 时得率最高。由图 1C 可以看出,多糖得率随着提取功率的增加而逐渐升高,超声波在介质中传播产生的空化现象能够撕裂细胞壁,促进多糖物质的溶解<sup>[11]</sup>,因此得率随超声功率增加而升高,然而在 180 W 时达到最高后又开始下降,可能原因是过高的超声功率使部分多糖的糖苷断裂而转化成寡糖,导致多糖得率降低。

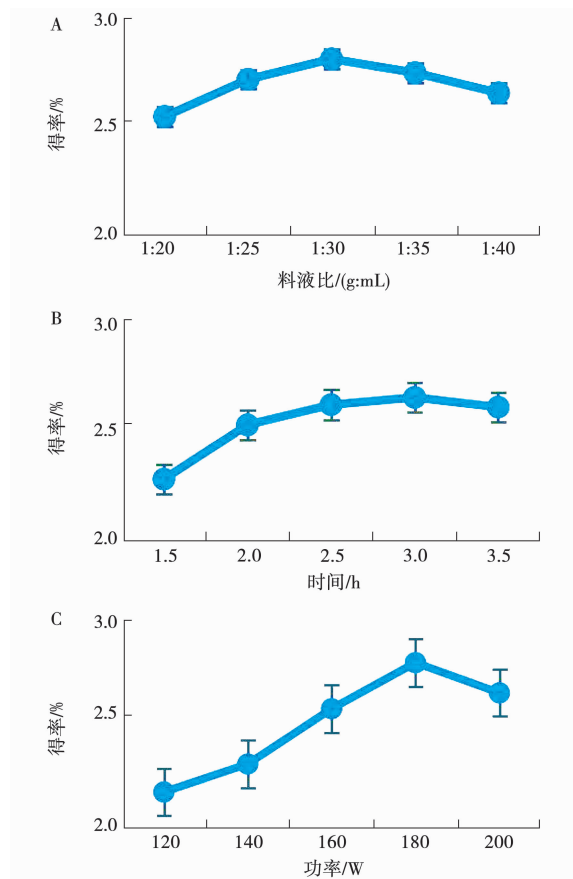


图 1 单因素试验结果

### 2.2 响应面设计优化提取参数

2.2.1 响应面试验结果及方差分析 表 1 为响应面分析结果,利用 Design-Expert 8.0.6.0 软件对表 1 数据进行回归拟合分析,所得到的二次响应面回归方程如下:

$$Y = 2.80 + 0.067A + 0.047B + 0.066C + 0.022AB - 0.015AC - 0.043BC - 0.13A^2 - 0.13B^2 - 0.19C^2$$

其中: $Y$  单位代表得率,  $A$  代表提取功率,  $B$  代表料液比,  $C$  代表提取时间。

表 1 响应面法设计试验结果

试验号	A/W	B/(g·mL)	C/h	多糖得率/%
1	180(0)	90(−1)	3(1)	2.54
2	200(1)	150(1)	2.5(0)	2.65
3	180(0)	90(−1)	2(−1)	2.33
4	160(−1)	150(1)	2.5(0)	2.52
5	180(0)	120(0)	2.5(0)	2.86
6	160(−1)	120(0)	2(−1)	2.31
7	200(1)	90(−1)	2.5(0)	2.52
8	160(−1)	120(0)	3(1)	2.47
9	160(−1)	90(−1)	2.5(0)	2.48
10	180(0)	150(1)	2(−1)	2.52
11	200(1)	120(0)	3(1)	2.63
12	200(1)	120(0)	2(−1)	2.52
13	180(0)	150(1)	3(1)	2.56
14	180(0)	120(0)	2.5(0)	2.71
15	180(0)	120(0)	2.5(0)	2.77
16	180(0)	120(0)	2.5(0)	2.83
17	180(0)	120(0)	2.5(0)	2.82

响应面回归模型方差分析结果如表 2 所示,其中  $P<0.001$ ,说明该模型具有较好显著性,失拟项  $P>0.05$  不具显著性,相关系数  $R^2=0.9528$ ,校正系数  $R^2_{Adj}=0.8920$ ,表 2 明该模型

表 2 二次回归模型方差分析结果

方差来源	平方和	自由度	均方	F	P	显著性
模型	0.4558	9	0.0506	15.6847	0.0007	**
A-功率	0.0501	1	0.0501	15.5112	0.0056	*
B-料液比	0.0319	1	0.0319	9.8723	0.0163	*
C-时间	0.0192	1	0.0192	5.9485	0.0448	*
AB	0.0197	1	0.0197	6.1134	0.0427	*
AC	0.0044	1	0.0044	1.3490	0.2835	
BC	0.0074	1	0.0074	2.2905	0.1739	
A <sup>2</sup>	0.1522	1	0.1522	47.1348	0.0002	**
B <sup>2</sup>	0.0718	1	0.0718	22.2493	0.0022	*
C <sup>2</sup>	0.0667	1	0.0667	20.6606	0.0027	*
残差	0.0226	7	0.0032			
失拟性	0.0128	3	0.0043	1.7526	0.2946	
纯误差	0.0098	4	0.0024			
总回归	0.4784	16				
R <sup>2</sup>	0.9528					
R <sup>2</sup> <sub>Adj</sub>	0.8920					

注:\*表示差异显著( $P<0.05$ ),\*\*表示差异极显著( $P<0.01$ )。

可与本试验较好拟合,试验误差小,可较好地显示无花果叶多糖提取得率随条件变化的规律,预测结果可信度较高。由模型方差分析可得出 3 种因素对无花果叶多糖提取得率的影响顺序为超声功率(A)>料液比(B)>提取时间(C)。

2.2.2 响应面交互作用分析 影响无花果叶多糖得率提取因素两两交互作用可由 3D 响应曲面图直观表现,从图 2a 可看出因素 A 幅度稍大于因素 B,说明在无花果叶多糖的提取试验中超声功率影响程度稍大于料液比这一因素,同理,从图 2b、图 2c 中得出影响因素 A(超声功率)>C(提取时间),B(料液比)>C(提取时间)。此结果与方差结果一致,说明该方法所测得最佳提取条件可靠。

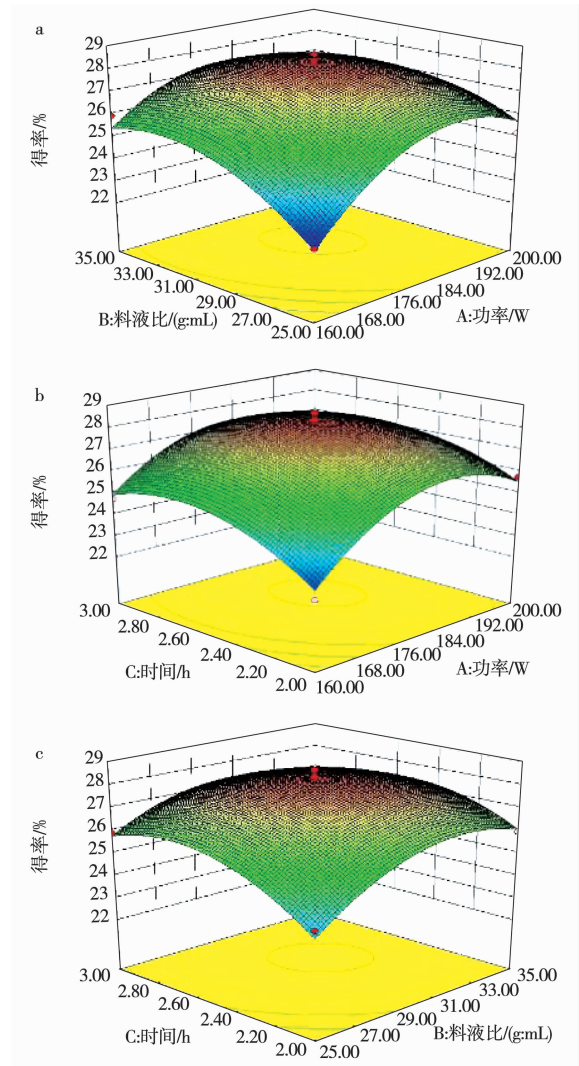


图 2 两两因素交互作用响应面图

2.2.3 超声协同沸水提取无花果叶多糖最佳工艺参数确定 通过响应面分析软件 Design-Expert 8.0.6.1 进行模型优化得出无花果叶多糖提取的最佳工艺条件为超声功率 183.26 W,料液比 1:31(g:mL),提取时间 2.57 h,为符合实际条件,将试验因素调整为超声功率 183 W,料液比 1:30(g:mL),提取时间 2.6 h。在该条件下进行 3 次平行试验,所得结果在  $(2.81 \pm 0.02)\%$  范围内与预测值接近,说明该模型可靠且适用于无花果叶多糖提取工艺的优化。

### 2.3 不同方法比较结果

采用热水浸提法提取无花果叶多糖得率为  $(2.38 \pm 0.42)\%$ ,超声协同沸水法提取无花果叶多糖得率  $(2.81 \pm 0.02)\%$  为热水浸提法的 1.18 倍,结果表明,本研究方法可有效提高无花果叶多糖得率,且缩短了提取时间,提高了提取效率。

## 3 结论

近年来超声萃取法作为一种新颖的提取方法,广泛的应用于植物生物活性的提取,本研究采用超声协同沸水方法提取无花果叶中多糖,并进行工艺优化,在优化后的条件下提取无花果叶多糖得率为 2.81%。且与传统热水浸提法进行比较,不仅提高了多糖的提取率,且缩短了提取时间。超声产生的机械波在溶剂中穿透力极强,加速了细胞壁的破坏,协同沸水加速了细胞内多糖成分的溶出,从而提高了多糖的提取率。

## 参考文献:

- [1] 李金玉. GC-MS 测定无花果中脂肪酸组成[J]. 食品研究与开发, 2009, 30(3): 119-121.
- [2] 任雪婷. 无花果叶黄酮和挥发油同步提取及其活性研究[D]. 哈尔滨: 东北林业大学, 2019.
- [3] 陈学, 程泓森, 倪孟祥. 响应面法优化无花果多酚的超声辅助提取工艺[J]. 化学与生物工程, 2018, 35(12): 38-42.
- [4] 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志(第二十三卷第一册)[M]. 北京: 科学出版社, 1998.
- [5] ALCÁNTARA C, ŽUGČIĆ T, ABDELKEBIR R, et al. Effects of ultrasound-assisted extraction and solvent on the phenolic profile, bacterial growth, and anti-inflammatory/antioxidant activities of Mediterranean olive and fig leaves extracts[J]. Molecules, 2020, 25(7): 1-13.
- [6] 戴伟娟, 司端远, 辛勤, 等. 无花果多糖对小鼠细胞免疫功能的影响[J]. 中草药, 2000(5): 37-38.
- [7] 姜宏伟. 无花果叶多糖提取及其抗肿瘤活性研究[D]. 哈尔滨: 东北林业大学, 2019.
- [8] WANG L B, LI L Y, GAO J Y, et al. Characterization, antioxidant and immunomodulatory effects of selenized polysaccharides from dandelion roots[J]. Carbohydrate Polymers, 2021, 260: 117796.
- [9] 张自萍. 微波辅助提取技术在多糖研究中的应用[J]. 中草药, 2006(4): 630-632.
- [10] ZHAO C J, REN X T, LI C Y, et al. Coupling ultrasound with heat-reflux to improve the extraction of quercetin, kaempferol, ginkgetin and sciadopitysin from Mairai Yew leaves[J]. Applied Sciences, 2019, 9(4): 1-15.
- [11] 程海涛, 申献双. 超声空化-机械研磨提取榴莲皮中原花青素工艺优化[J]. 食品工业, 2020, 41(7): 127-131.

## Study on Ultrasonic-boiling Water Extraction of Polysaccharide from *Ficus carica* L. Leaves

WANG Ting-ting, LI Xin, QIU Le-qun, NIE Fang, QIAO Bin, LIANG Chun-yu, ZHAO Chun-jian, LI Chun-ying

(College of Chemistry, Chemical Engineering and Resource Utilization/Key Laboratory of Forest Plant Ecology, Ministry of Education, Northeast Forestry University, Harbin 150040, China)

**Abstract:** In order to promote the development and utilization of polysaccharide from fig leaves, ultrasonic extraction technology was used to extract polysaccharides from fig leaves by boiling water, and the response surface analysis method was used to optimize the extraction process. The results showed that the best extraction conditions were ultrasonic power 183 W, material-liquid ratio 1:30(g:mL), extraction time 2.6 h. Under these conditions, the yield of leaf polysaccharide was 2.81%. The yield was 1.18-fold higher than the traditional hot water extraction method.

**Keywords:** *Ficus carica* L. leaves; ultrasonic-boiling water; polysaccharide; response surface methodology