

北五味子果实中果胶的超声提取工艺研究

赵伟^{1,2}, 杜映达³, 国微^{1,2}, 刘成柏³, 刘晨¹, 李江楠^{1,2}, 陈霞^{1*}

¹吉林大学中草药育种与栽培国家地方联合工程实验室, 长春 130012;

²长白山科学研究院, 安图 133613; ³吉林大学生命科学学院, 长春 130012

摘要: 采用超声波法提取北五味子果实中的果胶成份, 咔唑-浓硫酸显色法测果胶得率, 并应用正交试验设计对其提取工艺参数进行了优化。试验结果表明: 各因素对北五味子果胶提取的影响顺序依次为超声功率 > 提取温度 > 料液比 > 提取时间, 最佳工艺参数为超声功率 200 W, 提取温度为 65 ℃, 料液比为 1:30, 提取时间为 50 min, 果胶提取率为 6.32%。

关键词: 北五味子; 果胶; 超声提取工艺

中图分类号: R284.2

文献标识码: A

Study on Ultrasonic Extraction of Pectin from the Fruits of *Schisandra chinensis* (Turcz.) Bailey

ZHAO Wei^{1,2}, DU Ying-da³, GUO Wei^{1,2}, LIU Cheng-bai³, LIU Cheng¹, LI Jiang-nan^{1,2}, CHEN Xia^{1*}

¹National & Local United Engineering Laboratory of Chinese Herbal Medicine Breeding and Cultivation, Jilin

University, Changchun 130012, China; ²ChangBai Mountain Academy of Sciences, Antu 133613, China;

³College of Life Science, Jilin University, Changchun 130012, China

Abstract: In this study, the pectin was ultrasonically extracted from the fruit of *Schisandra chinensis*, the pectin yield was determined by carbazole-concentrated sulfuric acid colorimetric method. The extraction parameters were optimized using orthogonal experimental design. The testing results showed that the four investigated extraction parameters were in the following sequence as regarding their effects on the yield of pectin: ultrasonic power > extraction temperature > solid to liquid ratio > extraction time. The optimal extraction parameters were as follows: ultrasonic power of 200 W, extraction temperature of 65 ℃, solid-liquid ratio of 1:30, extraction time of 50 min. Under the optimized extraction condition, the extraction yield of pectin was 6.32%.

Key words: *Schisandra chinensis* (Turcz.) Bailey; pectin; ultrasonic extraction

北五味子 [*Schisandra chinensis* (Turcz.) Bailey] 为木兰科五味子属植物, 其干燥果实做“五味子”入药, 主产地为我国东北三省、内蒙古东北部等地区^[1,2]。据《神农本草经》记载, 五味子具有收敛固涩、益气生津、补肾宁心等功效, 是一种药食两用中药。五味子果实中含有丰富的果胶、脂类、有机酸、维生素、多糖、类黄酮、植物固醇和木脂素等化学成分^[3-5]。近代药理研究证明, 五味子具有较强的兴奋作用, 能调节心脑血管系统, 改善血液循环, 兴奋中枢神经系统和呼吸系统, 具有抗疲劳、抗嗜睡的作用, 还可以有效的治疗肝炎, 并且具有抗肿瘤的效果^[6]。

目前关于北五味子的研究多集中于栽培技术、药理活性物质, 而对于具有广泛应用的果胶成份缺乏相关研究, 难免造成了资源的浪费。果胶是植物细胞壁的重要组成成分, 为一种复杂多糖, 在植物体内多以原果胶、水溶性果胶、果胶酸三种形式存在, 由于其具有良好的乳化、增稠、稳定和胶凝作用而广泛用于食品工业^[7,8]。果胶是一种不溶性膳食纤维, 在被人体食用后不易被消化系统消化。因此, 亦可以作为高血压、肥胖症、糖尿病等患者食品的原料来源^[9]。

为了提高北五味子资源的利用率和扩大果胶生产原料的来源, 本研究针对北五味子果实中的果胶成份采用超声波萃取法进行了提取, 并对其进行了工艺优化, 旨在开发北五味子综合利用的新途径并为其在食品和医药加工方面的广泛应用提供技术参

考。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

北五味子由吉林省通化市林源参药有限责任公司提供,经长白山科学研究院黄祥童研究员鉴定为北五味子[*Schisandra chinensis* (Turcz.) Bailey];半乳糖醛酸、吡啶、无水乙醇、石油醚、浓硫酸等均为分析纯。

1.2 仪器与设备

KQ3200DE 型数控超声波清洗器(昆山超声仪器厂);紫外-可见分光光度计(上海精密仪器有限公司);旋转蒸发仪(上海亚荣生化仪器厂);恒温鼓风干燥箱(上海试验仪器厂有限公司);电子天平(ES-C);循环水多用真空泵(上海沪西分析仪器厂);电热恒温水浴锅(上海亚荣生化仪器厂)。

1.3 北五味子果实果胶提取工艺流程

五味子果实→清洗除杂→干燥→石油醚去油脂→残渣→挥干→加水超声→离心→浓缩→乙醇沉淀→离心→乙醇洗涤→干燥→果胶

1.4 北五味子果实果胶含量测定

1.4.1 原理

采用吡啶-浓硫酸法测定果胶含量。

1.4.2 标准曲线绘制

准确吸取 1 mg/mL 的半乳糖醛酸标准溶液 0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0 和 7.0 mL,于 8 个 50 mL 容量瓶中,用蒸馏水定容后,摇匀。即得到一组浓度为 0、20、40、60、80、100、120 和 140 mg/mL 的工作液。分别吸取 1.0 mL 标准工作液于 8 支试管中,各加入 6.0 mL 浓硫酸,充分混合后,流水迅速冷却到室温,再各加入 0.3 mL 0.1% 的吡啶无水乙醇溶液,摇匀,室温下放置 1 h 后于 530 nm 测吸光度。以测得的吸光度为纵坐标,每升标准溶液中半乳糖醛酸含量为横坐标,制作标准曲线。

1.4.3 供试溶液制备

精确称取提取的五味子果胶干燥品 1.0 g 于 100 mL 烧杯中,加入 50 mL 0.5 mol/L 硫酸溶液,在 85 °C 水浴中加热 0.5 h 后,冷却 1 h。移入 100 mL 容量瓶中定容。准确移取 1 mL 果胶提取液移入 50 mL 容量瓶中并定容,然后移取 1 mL 稀释液于 10 mL 试管中,按照制作半乳糖醛酸标准曲线的方法测定其吸光度值。

1.4.4 北五味子果胶提取率计算

$$\text{果胶得率(以半乳糖醛酸含量计)\%} = \frac{C \times V \times K \times 10^{-3}}{M} \times 100\%$$

式中:

C 为从标准曲线上查得的半乳糖醛酸浓度, mg/mL;

V 为北五味子果胶提取溶液总体积, mL;

K 为北五味子提取溶液稀释倍数;

M 为北五味子果胶样品质量, g。

1.5 提取条件的单因素试验

影响北五味子果胶超声波提取得率的因素很多,本研究主要针对料液比、提取时间、提取温度、超声功率 4 个主要因素做单因素试验,考察这几个因素对北五味子果胶产率的影响。

各因素做如下梯度设计:

料液比:1:15、1:20、1:25、1:30、1:35、1:40、1:

45;

提取时间:30、40、50、60、70、80、90 min;

提取温度:为 50、55、60、65、70、75、80 °C;

超声功率:100、120、140、160、180、200、220 W。

1.6 提取条件的正交试验

在单因素试验结果的基础上,对影响五味子果胶提取率的四个主要因素(料液比、提取时间、提取温度和超声功率)选用 $L_{16}(4^5)$ 正交表进行试验设计(表 1),从而确定最佳提取工艺参数。

表 1 正交因素及水平表

Table 1 Factors and levels of orthogonal experimental design

水平 Level	因素 Factor			
	A 料液比 Solid/liquid (g/mL)	B 提取时间 Extraction time (min)	C 超声功率 Ultrasonic power (W)	D 提取温度 Extraction temperature (°C)
1	1:20	40	140	55
2	1:25	50	160	60
3	1:30	60	180	65
4	1:35	70	200	70

2 结果与分析

2.1 标准曲线绘制结果

以测得的吸光度为纵坐标(Y),每升标准溶液中半乳糖醛酸含量为横坐标(X),得到标准曲线为: $Y=0.0038X-0.0043, R^2=0.9928$ 。

2.2 单因素试验结果

2.2.1 料液比对果胶提取率的影响

在超声功率 100 W,提取温度 50 ℃,提取时间 30 min 的条件下针对料液比进行试验,结果见图 1。由图 1 可以看出,当料液超过 1:30 时,北五味子果胶的提取率变化不大,说明北五味子果胶已经基本提出,在增加提取溶剂已经无法提高产率,并且增加后续纯化的难度,所以料液比选取 1:30。

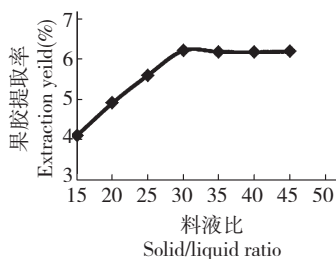


图 1 料液比对果胶提取率的影响

Fig. 1 Effects of solid-to-liquid ratio on the extraction yield of pectin

2.2.2 提取时间对果胶提取率的影响

在超声功率 100 W,提取温度 50 ℃,料液比 1:30 的条件下针对提取时间进行试验,结果见图 2。由图 2 可以看出,当提取时间超过 50 min 时,北五味子果胶的提取率逐渐下降,原因主要是在超声过程中随着时间的增长,温度会逐渐升高,提取时间太长会使果胶发生降解,从而使果胶的产量降低。因此,提取时间选择 50 min。

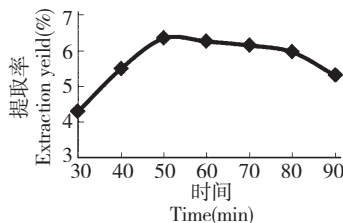


图 2 提取时间对果胶提取率的影响

Fig. 2 Effects of extraction time on the extraction yield of pectin

2.2.3 提取温度对果胶提取率的影响

在超声功率 100 W,料液比 1:30,提取时间 50

min 的条件下针对提取温度进行试验,结果见图 3。由图 3 可以看出,当提取温度达到 65 ℃时,北五味子果胶的提取率达到最高,之后随着温度的升高提取率下降,主要是因为温度升高后,会使果胶发生降解,从而导致果胶的产量降低。因此,提取温度选择 65 ℃。

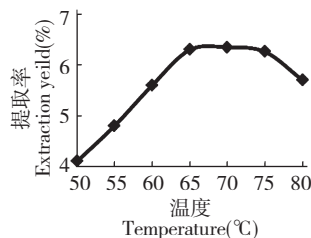


图 3 提取温度对果胶提取率的影响

Fig. 3 Effects of extraction temperature on the extraction yield of pectin

2.2.4 超声功率对果胶提取率的影响

在料液比 1:30,提取时间 50 min,提取温度 65 ℃的条件下针对超声功率进行试验,结果见图 4。由图 4 可以看出,当提取功率达到 200 W 时,北五味子果胶的提取率达到最高,随后北五味子果胶的提取率随着超声功率的提高有下降趋势,这是因为当超声功率提高到一定程度后就会破坏果胶的结构,反而不利于提取,因此选择超声功率为 200 W。

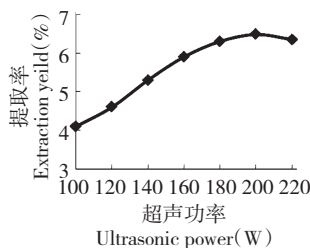


图 4 超声功率对果胶提取率的影响

Fig. 4 Effects of ultrasonic power on the extraction yield of pectin

2.3 正交试验优化提取条件结果

通过单因素实验结果分析,选用 $L_{16}(4^5)$ 正交表进行试验,试验结果及方差分析结果见表 2、表 3。

由提取率的正交试验结果和方差分析结果可以看出,各因素对北五味子果胶提取率的影响次序为 C(超声功率) > D(提取温度) > A(料液比) > B(提取时间)。北五味子果胶最佳超声提取工艺参数组合为 $A_3B_2C_4D_3$, 即是试验 10。具体参数为超声功率 200 W,提取温度为 65 ℃,料液比 1:30,提取时间 50 min,果胶提取率为 6.32%。

表 2 正交实验设计及结果

Table 2 Orthogonal array design matrix and experimental results

试验号 No.	A	B	C	D	空列 Control	提取率 Extraction yield(%)
1	1	1	1	1	1	5.17
2	1	2	2	2	2	5.42
3	1	3	3	3	3	6.07
4	1	4	4	4	4	6.22
5	2	1	3	3	4	6.15
6	2	2	2	4	3	5.97
7	2	3	1	1	2	5.26
8	2	4	4	2	1	6.18
9	3	1	3	4	2	6.21
10	3	2	4	3	1	6.32
11	3	3	1	2	4	5.53
12	3	4	2	1	3	5.68
13	4	1	4	2	3	6.13
14	4	2	3	1	4	5.92
15	4	3	2	4	1	5.73
16	4	4	1	3	2	5.39
K1	5.720	5.915	5.515	5.508	5.850	
K2	5.890	5.908	5.745	5.815	5.570	
K3	5.935	5.647	6.095	5.982	5.962	
K4	5.793	5.867	5.982	6.032	5.955	
R	0.215	0.268	0.580	0.524	0.392	

表 4 正交试验方差分析结果

Table 4 Variance analysis of orthogonal experimental results

方差来源 Source of variation	离差平方和 Sum of squares	自由度 Degree of freedom	F 值 F value	显著性 Significant
A	0.191	3	0.473	
B	0.112	3	0.277	
C	0.799	3	1.978	*
D	0.674	3	1.668	*
空列 control	0.404	3	1.000	
误差 Error	0.400	3		

注: * 表示差异显著 ($P < 0.05$)。

Note: * indicates significant difference ($P < 0.05$).

3 结论与讨论

将正交试验获得的最佳工艺参数应用于北五味子果胶的提取,其连续多次提取率平均可达 6.32%。传统的酸提取法提取北五味子果胶,提取

率为 6.14%^[10]。因此,超声提取法有助于北五味子果胶产率的提升。另外,超声法相对于传统的酸提取法具有污染少、提取快速、得率高的特点。

正交试验结果说明各因素对北五味子果胶提取的影响顺序依次为超声功率 > 提取温度 > 料液比 >

提取时间。综合各因素,最终确定北五味子果胶超声提取的最优工艺参数为超声功率 200 W,提取温度为 65 ℃,料液比为 1:30,提取时间为 50 min。该方法可以用于北五味子果胶的快速提取和测定。

北五味子除了含有木质素类等药用成份以外,还含有可以用于食品、药品生产的果胶成份,其含量达到 6.32%,具有一定的应用价值。通过对北五味子果实药用成分提取后的药渣进行果胶的再提取,不仅可以降低生产成本,提高资源的综合利用率,还可以扩大果胶生产的原料来源,满足食品、药品加工业对果胶资源的市场需求。本研究首次对北五味子果实中的果胶进行了提取,并通过正交试验对提取工艺参数进行了优化,为北五味子果胶的开发利用提供了技术支持。

参考文献

- 1 Yang F(杨放), Yuan J(袁军), Fu P(付平). *Schisandrachinensis* research. *West China J Pharm Sci* (华西药学杂志), 2003, 18: 438-440.
 - 2 Zhang JM(张建民), Xu ZM(徐志明), Wang LY(王丽艳). Development status and prospect analysis of *Schisandrachinensis* economic forest in China. *Forest Invest Design* (林业勘察与设计), 2009, 149: 108-110.
 - 3 Wang S(王森), Zhang JG(张建国). Current research status and prospect of *Schisandrachinensis*. *Econ Forest Res* (经济林研究), 2003, 21: 126-127.
 - 4 Liu JY(刘继永), Wang YP(王英平), Liu HZ(刘洪章). Research progress of the chemical components and the pharmacology of *Schisandrachinensis*. *Special Wild Econ Animal Plant Res* (特产研究), 2005, 3: 49-54.
 - 5 Ming YB(明延波), Zhao H(赵华), Zhou L(周丽), et al. Research progress of *Schisandra chinensis*. *Prac Pharm Clin-Remed* (实用药物与临床), 2007, 10: 365-367.
 - 6 Shi L(史琳), Wang ZC(王志成), Feng XQ(冯叙桥). Advances in studies on chemical constituents and pharmacological activities of *Schisandrachinensis*. *Drug Eval Res* (药物评价研究), 2011, 34: 208-212.
 - 7 Tamaki Y, Konishi T, Fukuta M. Isolation and structural characterization of pectin from endocarp of *Citrus depressa*. *Food Chem*, 2008, 7: 352-361.
 - 8 Du HJ(杜汉军). Extraction of pectin from *Physalispubescens* L. Fruits. *Heilongjiang AgricSci* (黑龙江农业科学), 2011, 2: 98-100.
 - 9 Liu Y, Shi J, Tag L. Water-based extraction of pectin from faveo and albedo of orange peels. *Chem Eng J*, 2006, 120: 203-209.
 - 10 Du YD(杜映达). Study on comprehensive utilization of *Schisandrachinensis* (Turcz.) Baill. Jilin: Jilin University (吉林大学), PhD. 2011.
-
- (上接第 1302 页)
- 2 Ying SD(应赛丹), Sun XY(孙小寅). Physical and chemical properties of raw ramie. *J Northwest Insti Textile Sci Technol* (西北纺织工学院学报), 1998, 61(2): 11-15.
 - 3 Shu ZX(舒忠旭), Zhang ZH(张中华). Discussion on ramie industry's advantage, future and its development ideas in Sichuan. *Plant Fiber Sci China* (中国麻业科学), 2011, 43: 132-135.
 - 4 Zeng YW(曾佑炜), Zhao JL(赵金莲). Advances in studies on absorption and metabolism of flavonoids. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2008, 12: 460-464.
 - 5 Tao WL(陶文亮), Li HL(李慧力). Application of enzymes in extraction of flavonoids from plant. *Guizhou Chem Ind* (贵州化工), 2010, 52(5): 31-32.
 - 6 Zhang HY(张海悦), Wang LB(王黎兵), Guo XL(郭新力). Determination of total flavonoids in *Urtica angustifolia*. *Food Sci Technol* (食品科技), 2007, 11: 181-184.
 - 7 Zhang CS(张春生), Fang YM(方玉梅), Wang YH(王毅红). Hydroxyl radical eliminating activities of flavonoid extracted from *Houttuynia cordata* Thunb. *Food Sci Tech* (食品科技), 2009, 11: 188-189.
 - 8 Hai P(海平). Extraction technology of flavonoid in Mongolian medicine *Artemisia frigida* and its antioxidative activity. *Chin J Exp Tradit Med Form* (中国实验方剂学杂志), 2012, 11(3): 59-63.
 - 9 Lin JQ(林金清), Dong JF(董军芳), Li XL(李夏兰). Extraction of Potassium Glycyrrhizate by aqueous two-phase system of ethanol-(NH₄)₂SO₄-H₂O. *Fine Chem* (精细化工), 2004, 21: 165-167.
 - 10 Wang SM(王顺民), Ji CL(季长路), Ren JJ(任晶晶). Aqueous two-phase system and ultrasonic wave co-extraction of total flavones from *Coriandrum sativum*. *J Anhui Univ Technol Sci, Nat Sci* (安徽工程科技学院学报), 2009, 24(3): 28-30.
 - 11 Huang MJ(黄明培), Chen YD(陈燕丹), Zhang FD(张福娣). Extraction of flavonoids from the seeds coat of *Caesalpinia minax* Hance and preliminary identification of flavonoids type. *Acta Agric Univ Jiangxiensis* (江西农业大学学报), 2009, 36: 1160-1165.