

- 2017, 15(23): 179-180.
- [11] 夏开华. 中药炮制煨法探讨[J]. 实用中医药杂志, 2012, 28(7): 605-606.
- [12] 董林娟, 熊沙沙, 刘鑫华, 等. 葛根提取物在正常及心肌缺血大鼠体内药物代谢动力学研究[J]. 中南药学, 2015, 13(10): 1054-1057.
- [13] 刘新义, 蒋中标, 罗 洁, 等. 葛根素 PEG-PLGA 纳米胶束的体外评价、细胞摄取及抗急性心肌缺血的研究[J]. 中国中药杂志, 2019, 44(11): 2244-2250.
- [14] 闫 浩, 刘潇潇, 宋红霞, 等. 基于系统药理学和分子对接探讨葛根抗肿瘤作用机制[J]. 化学与生物工程, 2020, 37(4): 28-33.
- [15] 张炳鑫. 中药炮制品古今演变评述[M]. 北京: 人民卫生出版社, 2011: 300-301.
- [16] 楚纪明, 马树运, 李海峰, 等. 葛根有效成分及其药理作用研究进展[J]. 食品与药品, 2015, 17(2): 142-146.

## 无花果粗多糖脱色工艺优化及其吸附性能研究

曾 杰<sup>1</sup>, 房海灵<sup>1\*</sup>, 梁呈元<sup>1\*</sup>, 亓希武<sup>1</sup>, 郭 强<sup>2</sup>

(1. 江苏省中国科学院植物研究所, 江苏 南京 210014; 2. 句容市虎耳山无花果专业合作社, 江苏 镇江 212013)

**摘要:** 目的 优化无花果粗多糖脱色工艺, 并研究其吸附性能。方法 考察不同大孔吸附树脂对无花果多糖脱色效果和多糖保留率的影响, 单因素试验结合响应面法优化影响脱色率和多糖保留率的因素, 分析树脂解吸和再生性。结果 D301 型大孔吸附树脂脱色效果最好, 最优脱色工艺条件为 pH 4.2, 脱色温度 32 ℃, 树脂用量 4 g/50 mL, 上样质量浓度 5.5 mg/mL, 脱色时间 2 h, 脱色率为 86.18%, 多糖保留率 88.41%。60% 乙醇对色素、多糖分子解吸附时, 可实现树脂再生及循环利用, 两者解吸率均在 90% 以上。结论 D301 型大孔吸附树脂可用于无花果粗多糖的脱色工艺。

**关键词:** 无花果粗多糖; 脱色工艺; 吸附性能; 大孔吸附树脂; 单因素试验; 响应面法

**中图分类号:** R284.2      **文献标志码:** B      **文章编号:** 1001-1528(2022)02-0537-06

**doi:** 10.3969/j.issn.1001-1528.2022.02.037

无花果 *Ficus carica* L. 为桑科榕属多年生落叶灌木, 因花隐藏于花托内, 只见果不见花而得名<sup>[1]</sup>, 是人类最早驯化栽培的果树之一, 具有抗氧化、抑菌、抗癌、降血糖血脂功效, 可治疗胃癌、表皮癌、肝癌、糖尿病、高血症等, 是一种极具开发潜力的药食同源型水果<sup>[2-4]</sup>, 多糖是其活性成分之一<sup>[5]</sup>。目前, 常用的多糖提取方法为水提醇沉法, 但含有色素、蛋白质等杂质, 严重影响了其功效<sup>[6]</sup>。为了更好地对无花果多糖进行开发应用, 有必要寻找一种适合的纯化方法对其进行脱色。

目前, 常用的多糖脱色方法有活性炭法、过氧化氢法、大孔树脂吸附法, 其中活性炭法耗时长, 活性炭难以去除<sup>[7]</sup>; 过氧化氢法氧化强度高, 会导致多糖结构破坏<sup>[8]</sup>; 大孔树脂吸附法利用树脂与被吸附分子之间范德华

引力的强弱而达到多糖纯化目的, 具有操作简便、吸附效果好、不改变多糖性质等优点, 被广泛应用于多糖脱色工艺<sup>[9]</sup>。因此, 本实验在筛选大孔树脂类型的基础上, 采用单因素试验结合响应面法优化影响无花果粗多糖中色素吸附效果的因素, 并考察树脂解吸性质, 分析其再生功能, 以期为该成分的进一步开发利用提供技术支撑。

### 1 材料

1.1 药材 无花果为采自句容市虎耳山无花果专业合作社的“玛斯义陶芬”成熟果实, 经江苏省中国科学院植物研究所刘启新研究员鉴定为桑科榕属植物无花果 *Ficus carica* L. 的果实, 洗净自然晾干后切成 0.5 cm 厚片, -50 ℃ 真空冷冻干燥机中干燥, 粉碎后过 40 目筛备用。

1.2 试剂与药物 D941、XDA-1、AB-8、D3520、D301 型

**收稿日期:** 2020-08-01

**基金项目:** 江苏省林业科技创新与推广项目 (LYKJ [2018] 35); 江苏省农业科技自主创新资金项目 [CX (18) 3030]

**作者简介:** 曾 杰 (1995—), 男, 硕士生, 研究方向为植物资源评价及功能性成分。Tel: 18944051119, E-mail: zeng2020j@163.com

\* **通信作者:** 房海灵 (1983—), 女, 博士, 副研究员, 研究方向为植物资源和开发利用。Tel: 18724014065, E-mail: fanghailing2013@163.com

梁呈元 (1972—), 男, 博士, 研究员, 研究方向为植物功能性成分。Tel: 13951603152, E-mail: liangcy618@cnbg.net

**网络出版日期:** 2021-06-07

**网络出版地址:** <https://kns.cnki.net/kcms/detail/31.1368.R.20210604.1724.002.html>

大孔吸附树脂(北京中冉旭升科技发展有限公司)。硫酸、苯酚、乙醇等均为分析纯(国药集团化学试剂有限公司)。

1.3 仪器 Lab-1A-50E 真空冷冻干燥机(北京博医康实验仪器有限公司); SpectraMax Plus 384 连续光谱扫描式酶标仪(美国 Molecular Devices 公司); Rotavapor R-210 旋转蒸发仪(瑞士 Buchi Labortechnik AG 公司)。

## 2 方法

2.1 粗多糖制备 药材粉末按料液比 1:60 加水混匀, 70 °C 下超声提取 25 min, 滤过, 弃滤渣, 滤液低温浓缩至原体积的 1/4, 加 4 倍量 95% 乙醇静置过夜, 4 500 r/min 离心 15 min, 用适量无水乙醇清洗沉淀 2 次, -50 °C 下冷冻干燥, 即得。

2.2 大孔吸附树脂筛选 取冷冻干燥后粗多糖, 精密称定质量后, 加去离子水溶解, 摇匀, 制得质量浓度为 5 mg/mL 的溶液。精密称取经预处理的 5 种大孔吸附树脂各 4 g, 置于 100 mL 具塞三角瓶中, 加入 50 mL 上述溶液, 调节 pH 至 6.4, 30 °C 恒温摇床中 150 r/min 匀速振荡 120 min, 4 000 r/min 离心 10 min, 收集上清液, 测定脱色率、多糖保留率, 其中多糖含量采用苯酚-硫酸法测定<sup>[9]</sup>, 保留率  $Y_1$  计算公式为  $Y_1 = (C_2/C_1) \times 100\%$  ( $C_1$ 、 $C_2$  分别为脱色前、脱色后多糖含量)。将样品于 300~650 nm 波长范围内完成扫描, 发现吸收峰在 450 nm 左右, 故选择其作为检测波长, 同时对不同 pH 粗多糖溶液进行扫描, 发现 pH 仅对吸光度有影响, 而对最大吸收波长几乎无影响, 脱色率  $Y_2$  计算公式为  $Y_2 = [(A_1 - A_2) / A_1] \times 100\%$  ( $A_1$ 、 $A_2$  分别为脱色前、脱色后溶液吸光度)。综合指标 = (多糖脱色率 + 多糖保留率) / 2。

2.3 静态吸附动力学研究 精密称取大孔吸附树脂 4 g 至 100 mL 具塞三角瓶中, 加入 50 mL “2.2” 项下粗多糖溶液, 调节 pH 至 6.4, 在 30 °C 恒温摇床中 150 r/min 匀速振荡, 每隔一定时间取样, 测定多糖保留率和脱色率, 绘制吸附动力学曲线。

### 2.4 静态吸附参数优化

2.4.1 单因素试验 (1) 在粗多糖溶液质量浓度(上样质量浓度) 5 mg/mL、pH 6.4、脱色时间 2 h、脱色温度 30 °C 的条件下, 设定树脂用量分别为 2、4、6、8、10、12 g/mL; (2) 在树脂用量 4 g/mL、pH 6.4、脱色时间 2 h、脱色温度 30 °C 的条件下, 设定上样质量浓度分别为 2.5、

5、10、15、20、25、30 mg/mL; (3) 在树脂用量 4 g/mL、上样质量浓度 5 mg/mL、脱色时间 2 h、脱色温度 30 °C 的条件下, 设定 pH 分别为 3、4、5、6、7、8; (4) 在树脂用量 4 g/mL、上样质量浓度 5 mg/mL、pH 6.4、脱色温度 30 °C 的条件下, 设定脱色时间分别为 1、2、3、4、5、6 h; (5) 在树脂用量 4 g/mL、上样质量浓度 5 mg/mL、pH 6.4、脱色时间 2 h 的条件下, 设定脱色温度分别为 10、20、30、40、50、60 °C。

2.4.2 响应面法 在单因素试验基础上, 通过 Design-Expert 8.0.6 软件进行响应面设计, 因素水平见表 1。

表 1 因素水平

因素	水平		
	-1	0	1
A pH	3	4	5
B 上样质量浓度/(mg·mL <sup>-1</sup> )	3	5	7
C 脱色时间/h	1	2	3
D 脱色温度/°C	20	30	40

2.4.3 静态解吸附实验 称取相同质量树脂 6 份, 置于三角瓶中, 加入相同体积和质量浓度的粗多糖溶液, 在 pH 4.2、吸附温度 32 °C 的条件下恒温振荡 5 h 至吸附平衡, 滤过, 超纯水清洗树脂后吸干水分, 加入相同体积 0、20%、40%、60%、80%、95% 乙醇, 恒温下振荡 10 h, 测定多糖、色素含量, 计算解吸率<sup>[10]</sup>。

2.5 统计学分析 通过 Design expert 8.0.6、GraphPad Prism v6.02 软件进行处理。

## 3 结果

3.1 大孔吸附树脂筛选 大孔吸附树脂的吸附性能受树脂组成、极性、空间结构(孔径、比表面积)、被吸附分子极性和大小等因素影响<sup>[11]</sup>, 故选择适宜树脂对无花果粗多糖脱色至关重要。表 2 显示, D301 型树脂对无花果粗多糖的脱色效果及多糖保留率优于其他树脂, 这是因为无花果粗多糖中色素大多为具有酚羟基的化合物, 生成氢键的能力较强, 易于与 D941、AB-8、D301 等弱极性树脂产生较强的吸附作用; XDA-1、D3520 等非极性树脂则对色素吸附能力较低; 较高比表面积也有利于树脂吸附, 3 种弱极性树脂中以 D301 树脂的比表面积相对较大, 色素吸附量也更高。因此, 本实验选择 D301 树脂用于无花果粗多糖的色素去除。

表 2 5 种大孔吸附树脂对粗多糖色素的吸附效果

型号	极性	粒径/mm	孔径/nm	比表面积/(m <sup>2</sup> ·g <sup>-1</sup> )	脱色率/%	多糖保留率/%	综合评分/分
D941	弱极性	0.3~1.2	14~16	160~200	65.53	92.92	79.225
XDA-1	非极性	0.3~1.3	26~32	800~1 000	45.75	85.51	66.795
AB-8	弱极性	0.315~1.5	13~14	480~520	67.75	90.01	74.120
D3520	非极性	0.3~1.25	8.5~9	480~520	55.23	85.54	76.645
D301	弱极性	0.315~1.25	9~11	550~600	76.61	87.84	84.060

3.2 静态吸附动力学 图 1 显示, 吸附时间在 0~100 min 时, 脱色率随着时间延长而呈快速升高的趋势, 表明色素吸附量迅速增加; 在 100~125 min 时, 色素吸附量呈缓慢

上升阶段; 125 min 后 D301 树脂对色素的吸附、解吸附达到动态平衡。因此, 选择 125 min 作为最优吸附时间。

### 3.3 静态吸附参数

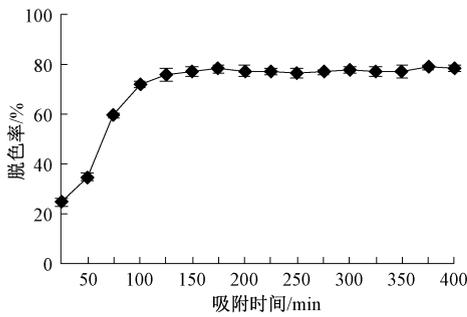
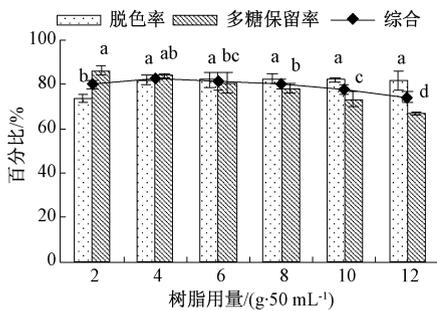


图1 D301树脂静态吸附动力学曲线 (n=3)

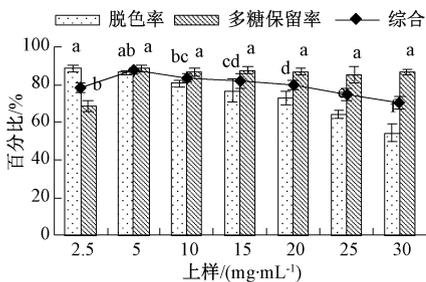
3.3.1 树脂用量对粗多糖脱色效果的影响 图2显示,树脂用量为2g时,由于色素、多糖含量超出树脂吸附能力,故仍存在多余的两者未被吸附,导致脱色率低、多糖保留率高;随着树脂用量增加,色素脱除率先升高后保持稳定,而多糖保留率降低,其原因可能是随着树脂量升高,其吸附量大于扩散出来的色素分子,脱色率达到饱和,同时被树脂吸附的多糖也随之增加。因此,选择4g/50mL作为树脂用量进行后续优化。



注:不同小写字母表示同一参数在不同因素水平有差异,  $P < 0.05$ 。

图2 树脂用量对粗多糖脱色效果的影响 (n=3)

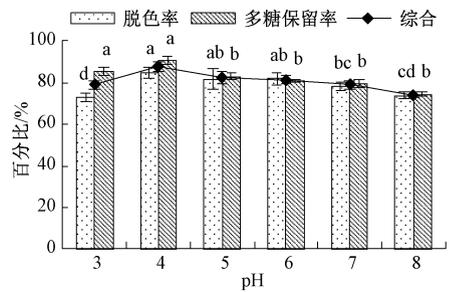
3.3.2 上样质量浓度对粗多糖脱色效果的影响 图3显示,上样质量浓度为5~35mg/mL时,脱色率急剧降低,保留率则变化不显著。因此,选择5mg/mL作为上样质量浓度进行后续优化。



注:不同小写字母表示同一参数在不同因素水平有差异,  $P < 0.05$ 。

图3 上样质量浓度对粗多糖脱色效果的影响 (n=3)

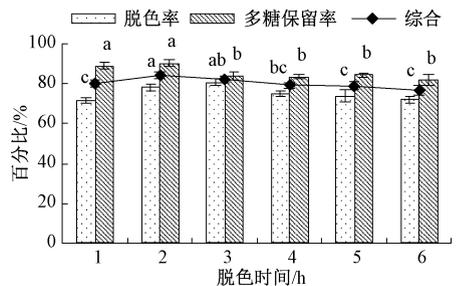
3.3.3 pH对粗多糖脱色效果的影响 图4显示,随着pH的升高,脱色率先升高后降低,在3~5时最高;保留率亦然,在4时最高。因此,选择pH4进行后续优化。



注:不同小写字母表示同一参数在不同因素水平有差异,  $P < 0.05$ 。

图4 pH对粗多糖脱色效果的影响 (n=3)

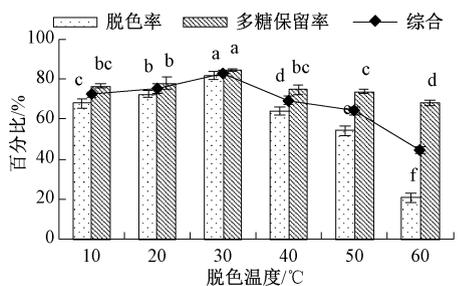
3.3.4 脱色时间对粗多糖脱色效果的影响 图5显示,随着脱色时间延长,脱色率先升高后趋于平缓,在2~3h时最高,保留率则先升高后降低。因此,选择2h作为脱色时间进行后续优化。



注:不同小写字母表示同一参数在不同因素水平有差异,  $P < 0.05$ 。

图5 脱色时间对粗多糖脱色效果的影响 (n=3)

3.3.5 脱色温度对粗多糖脱色效果的影响 图6显示,随着温度升高,脱色率先升高后降低,在30℃时最高;大于30℃后,树脂对色素的解析速度大于吸附速度,导致脱色率大幅降低,同时多糖分子易发生结构变化,使得保留率也降低。因此,选择30℃作为脱色温度进行后续优化。



注:不同小写字母表示同一参数在不同因素水平有差异,  $P < 0.05$ 。

图6 脱色温度对粗多糖脱色效果的影响 (n=3)

3.3.6 响应面法 在单因素试验基础上,选择pH(A)、上样质量浓度(B)、脱色时间(C)、脱色温度(D)作为影响因素,脱色率作为评价指标(Y),通过Design expert 8.0.6软件进行响应面设计,结果见表3。

对表3数据进行多元回归分析,得方程为  $Y = 85.74 + 2.304A + 1.177B + 0.133C - 4.78D + 0.47AB + 0.50AC + 0.234AD -$

表3 试验设计与结果

试验号	A	B	C	D	Y 脱色率/%	预测值/%
1	0	-1	0	-1	75.73	75.33
2	0	1	0	-1	78.56	79.00
3	0	0	0	0	76.75	76.72
4	0	1	0	1	81.45	82.26
5	-1	0	1	0	78.54	78.86
6	1	-1	0	0	77.54	78.27
7	0	0	0	0	68.78	68.46
8	0	1	-1	0	69.46	69.56
9	1	0	-1	0	73.45	72.97
10	-1	0	0	1	77.83	77.12
11	0	0	-1	1	63.36	62.96
12	-1	-1	0	0	68.65	68.02
13	-1	1	0	0	80.44	80.37
14	1	0	0	1	83.53	83.07
15	0	0	-1	-1	81.63	80.99
16	0	-1	0	1	83.98	82.95
17	0	0	0	0	76.24	76.82
18	0	0	0	0	80.47	80.43
19	0	1	1	0	75.35	76.08
20	0	0	1	1	81.56	81.68
21	0	-1	1	0	77.46	77.52
22	0	0	0	0	78.67	78.75
23	1	1	0	0	66.25	66.87
24	1	0	0	-1	69.67	70.30
25	-1	0	-1	0	86.09	85.74
26	0	0	1	-1	85.47	85.74
27	0	-1	-1	0	85.32	85.74
28	1	0	1	0	85.96	85.74
29	-1	0	0	-1	85.88	85.74

表4 方差分析

因素	离均差平方和	自由度	均方	F值	P值
模型	1 113.69	14	79.55	162.79	<0.000 1
A	63.66	1	63.66	130.28	<0.000 1
B	16.29	1	16.29	33.33	<0.000 1
C	0.19	1	0.19	0.39	0.540 3
D	273.80	1	273.80	560.30	<0.000 1
AB	0.87	1	0.87	1.79	0.202 4
AC	0.98	1	0.98	2.01	0.178 6
AD	0.21	1	0.21	0.42	0.525 7
BC	0.14	1	0.14	0.28	0.604 9
BD	1.22	1	1.22	2.50	0.136 3
CD	0.71	1	0.71	1.44	0.249 4
A <sup>2</sup>	179.01	1	179.01	366.32	<0.000 1
B <sup>2</sup>	30.35	1	30.35	62.12	<0.000 1
C <sup>2</sup>	19.60	1	19.60	40.11	<0.000 1
D <sup>2</sup>	677.60	1	677.60	1 386.65	<0.000 1
残差	6.84	14	0.49	—	—
失拟项	6.40	10	0.64	5.82	0.052 1
纯误差	0.44	4	0.11	—	—
总和	1 120.54	28	—	—	—

优化工艺略作修改，即 pH 4.2，脱色温度 32 ℃，树脂用量 4 g/50 mL，上样质量浓度 5.5 mg/mL，脱色时间 2 h，并进行验证试验。结果，脱除率为 86.18%，与预测值 86.69% 仅相差 0.59%，并且多糖保留率为 88.41%，表明模型拟合度良好。

3.5 树脂解吸附及再生 树脂通过范德华引力与物质吸附，相反地，改变树脂与被吸附物质之间的吸附力可使被吸附物质脱附，进而实现树脂再生和重复利用<sup>[10]</sup>，目前常用洗脱剂有甲醇、乙醇、丙酮等，从食品安全角度出发，本实验选择了乙醇，并考察其对 D301 树脂再生效果的影响，结果见图 8。由此可知，随着乙醇体积分数增加，树脂对色素、多糖的解吸能力逐渐加强，在 40% 时解吸率达 60% 以上，在 60%~95% 时大大减弱了两者与树脂之间的引力，使其从中释放出来，解吸率均在 90% 以上。从节约成本角度考虑，以 60% 乙醇为解吸液即可实现树脂再生和循环利用。

#### 4 讨论

不同类型大孔吸附树脂因组成、空间结构、被吸附分子性质的不同，吸附效果也有所差异，例如菊苣多糖选择 D301G 型树脂脱色效果最好<sup>[12]</sup>，而草莓多糖以 NKA-9 型树脂脱色效果最佳<sup>[13]</sup>。无花果粗多糖色素大多为具有酚羟基成分，生成氢键能力较强，易于与弱极性树脂结合，故选择弱极性 D301 树脂进行吸附。

树脂用量、上样液质量浓度的筛选可最大程度利用树脂吸附能力，有利于生产成本节约。本实验树脂用量起初过低，导致色素和多糖分子超出树脂吸附能力；随着其用量升高，吸附量大于扩散出的色素分子，脱色率达到饱和，同时被吸附的多糖分子也增加，表现为脱色率高、多糖保留率低。另外，上样液质量浓度可通过影响多糖黏度来改变多糖和色素分子的扩散能力，另外还决定了大孔树脂功

$0.18BC + 0.55BD + 0.42CD - 5.25A^2 - 2.16B^2 - 1.74C^2 - 10.22D^2$ ，方差分析见表 4。由此可知，模型  $P < 0.01$ ，表明其极显著；失拟项  $P > 0.05$ ，表明模型成功建立；模型  $R^2 = 0.987 8$ ，表明其拟合程度较好；A、B、C、A<sup>2</sup>、B<sup>2</sup>、C<sup>2</sup>、D<sup>2</sup> 有显著影响 ( $P < 0.05$ )。最终确定，最优脱色工艺为 pH 4.23，脱色温度 32.2 ℃，树脂用量 4 g/50 mL，上样质量浓度 5.52 mg/mL，脱色时间 2.03 h，脱色率 86.69%。

响应面分析见图 7。由此可知，与因素 B 方向比较，A 效应面曲线较陡，表明 pH 对脱色率的影响高于上样质量浓度；与 C 方向比较，A 效应面曲线较陡，表明 pH 对脱色率的影响高于脱色时间；与 A 方向比较，D 效应曲线较陡，等高线密度高于沿 pH 移动的密度，表明脱色温度对脱色率的影响高于 pH；与 C 方向比较，B 效应面曲线略陡，表明上样质量浓度对脱色率的影响高于脱色时间；与 B 方向比较，D 效应曲线较陡，等高线密度高于沿上样浓度移动的密度，表明脱色温度对脱色率的影响高于上样质量浓度；与 C 方向比较，D 效应曲线较陡，等高线密度高于沿上样浓度移动的密度，表明脱色温度对脱色率的影响高于脱色时间。综上所述，各因素影响程度依次为  $D > A > B > C$ 。

3.4 验证试验 考虑到实际可操作性，将“2.3.6”项下

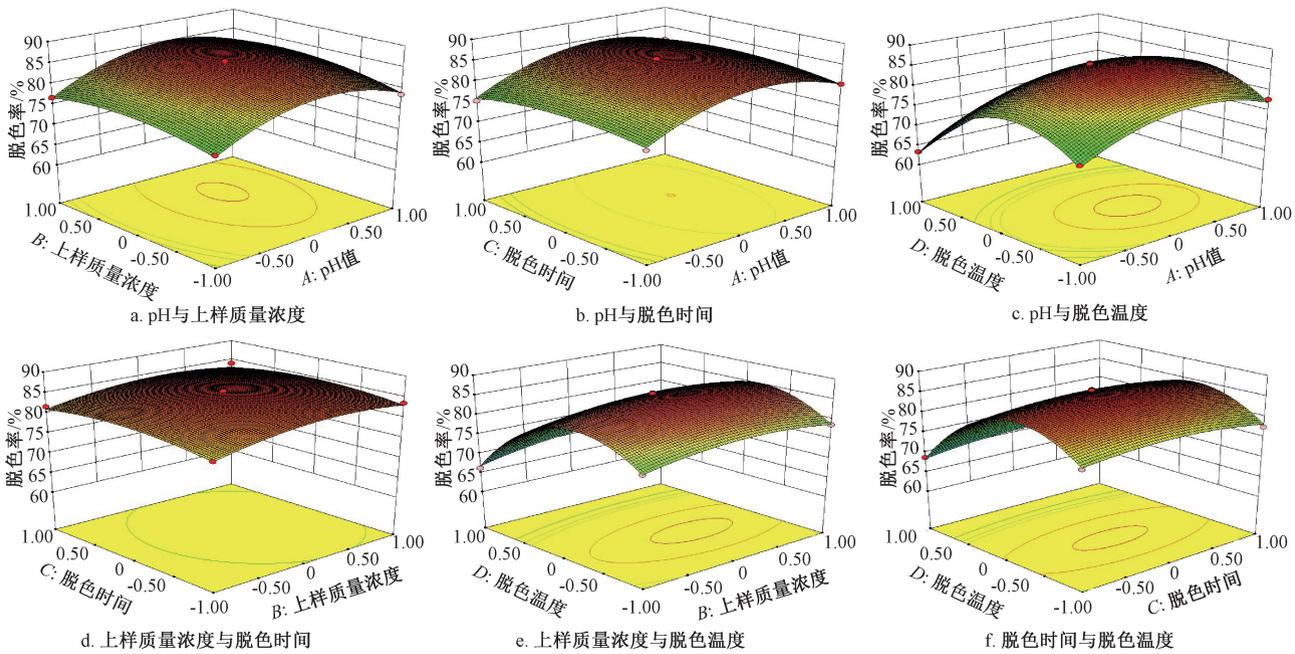
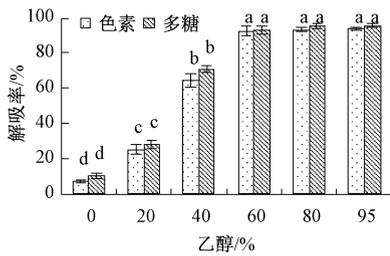


图7 各因素响应面图



注：不同小写字母表示同一参数在不同乙醇体积分数处理时有差异，即  $P < 0.05$ 。

图8 不同体积分数乙醇对D301树脂解吸附性能影响

能基团结合的两者数目，其质量浓度过低虽然有利于色素吸附，但同时树脂剩余功能基团会对多糖分子进行吸附，造成该成分损失。

pH 可通过影响多糖和色素分子的结构来影响其与树脂的吸附能力。本实验发现，pH 在 3~5 时 D301 树脂对脱色效果最佳，可能是无花果粗多糖色素在弱酸性条件下表现为弱极性或非极性，易于被弱极性树脂 D301 吸附；在碱性环境下，部分色素分子性质发生改变或多糖中部分还原糖发生美拉德反应，导致颜色加深、脱色率降低。

色素分子的扩散与被吸附需要一定的时间。本研究发现，吸附时间 1 h 时脱色率仅为 73%，而延长至 2 h 时可达 84%，可能是短时间内色素分子未被充分吸附，而达到一定时间后树脂对色素的吸附和解吸达到平衡，但继续延长后变化不大；多糖分子因时间延长出现死吸附现象，导致保留率略有下降。

温度可通过改变多糖和色素分子扩散能力、树脂吸附位点来影响吸附效果，刘海霞等<sup>[14]</sup>报道，20℃下 LSA-800B 树脂对大枣多糖色素的吸附效果最佳。本实验发现，30℃时 D301 树脂对脱色效果最好，这是因为温度过高加

速了分子扩散能力，促进了色素分子与树脂的吸附，但树脂对色素的吸附是放热过程，温度过高会导致色素解吸速度大于吸附速度，进而引起脱色率大幅降低<sup>[15]</sup>。

响应面法利用多元二次方程拟合因素与响应值之间的函数关系来求取最优工艺参数，考察因素范围全面，所得工艺参数可靠。本实验结合单因素试验和该方优化 D301 树脂对无花果粗多糖色素脱除的影响因素，发现优化工艺下脱色率为 86.18%，与预测值相对误差较小，验证了其可靠性和准确性。

参考文献：

[1] 熊梅林, 林淑珠, 刘洁英, 等. 无花果及其产业化问题[J]. 食品研究与开发, 2001, 22(1): 5-7.

[2] Trifunski S I, Ardelean D G. Determination of the antioxidant activity of *Ficus carica* aqueous extract [J]. *Zbornik Matice Srpske za Prirodne Nauke*, 2012, 2012(122): 25-31.

[3] Mostafaie A, Mansouri K, Norooznezhad A H, et al. Anti-angiogenic activity of *Ficus carica* latex extract on human umbilical vein endothelial cells [J]. *Cell Journal*, 2011, 12(4): 525-528.

[4] El-Shobaki F A, El-Bahay A M, Esmail R S A, et al. Effect of figs fruit (*Ficus carica* L.) and its leaves on hyperglycemia in alloxan diabetic rats [J]. *World J Dairy Food Sci*, 2010, 5(1): 47-57.

[5] 戴伟娟, 司端运, 仲伟法, 等. 无花果多糖对小鼠单核吞噬细胞吞噬功能影响的研究 [J]. 中医学药, 2002, 20(1): 98-99.

[6] 闫巧娟. 蒙古黄芪中多糖、皂甙及活性蛋白的提取分离 [D]. 北京: 中国农业大学, 2005.

[7] 杨翠娟. 龙眼多糖的提取、分离纯化及初步结构分析 [D]. 厦门: 厦门大学, 2007.

- [8] 陈 静, 杨晓杰, 程加春, 等. 蒲公英多糖脱色方法的研究[J]. 时珍国医国药, 2009, 20(5): 1128-1129.
- [9] 毕元才. 大孔吸附树脂分离提纯冬虫夏草多糖的研究[J]. 食品研究与开发, 2015, 36(24): 62-65.
- [10] 刘红梅, 李 丹, 郭冠亚, 等. 大孔树脂对灰树花子实体酶解液色素的吸附性能研究[J]. 中成药, 2012, 34(11): 2248-2252.
- [11] 冯 涛, 曹东旭, 高 辉, 等. 大孔吸附树脂对竹叶黄酮的吸附分离特性研究[J]. 广州食品工业科技, 2002, 19(1): 9-11.
- [12] 陆 敏, 马海乐, 朱莉萍, 等. D301-G 大孔树脂吸附菊芋多糖色素机理探究[J]. 食品工业科技, 2019, 40(16): 58-63; 70.
- [13] 刘 伟, 刘倩楠, 张 良, 等. 草莓多糖树脂法脱色工艺优化及其化学性质研究[J]. 食品工业科技, 2020, 41(10): 38-46; 51.
- [14] 刘海霞, 牛鹏飞, 王 峰, 等. 大孔吸附树脂对大枣多糖提取液的脱色条件研究[J]. 食品与发酵工业, 2007, 33(10): 180-184.
- [15] 黄贱苟, 徐满才, 李海涛, 等. D301 树脂对酚类的吸附热力学研究[J]. 离子交换与吸附, 2003, 19(1): 37-42.

## 柏子仁制霜工艺优化及脂肪油测定

王 琼<sup>1</sup>, 刘 敬<sup>1\*</sup>, 曹 晖<sup>2</sup>

(1. 中山火炬职业技术学院健康产业学院, 广东 中山 528436; 2. 国家中药现代化工程技术研究中心, 广东 珠海 519085)

**摘要:** 目的 优化柏子仁制霜工艺, 并测定脂肪油含量。方法 以总皂苷、脂肪油含量为评价指标, 炮制温度、炮制压力、炮制次数、炮制时间为影响因素, 正交试验优化炮制工艺。气相色谱法测定炮制前后脂肪油含量变化。结果 最佳条件为在 40 ℃、120 kPa 压力下炮制 3 次, 每次 60 min, 总皂苷、脂肪油含量分别为 0.32%、13.6%。炮制前后, 脂肪油含量无明显变化。结论 该方法稳定可行, 重复性好, 可用于柏子仁制霜工艺。

**关键词:** 柏子仁; 制霜工艺; 正交试验; 脂肪油; 气相色谱

中图分类号: R283

文献标志码: B

文章编号: 1001-1528(2022)02-0542-04

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2022.02.038

柏子仁为柏科植物侧柏 *Platycladus orientalis* (L.) Franco 的干燥成熟种仁, 味甘性平, 归心、肾、大肠经, 具有养心安神、润肠通便、止汗的功效。柏子仁霜在 2020 年版《中国药典》一部<sup>[1]</sup>、1988 年版《全国中药炮制规范》<sup>[2]</sup>及部分省地方规范<sup>[3]</sup>中均有收载, 其最早见于宋代《博济方》<sup>[4]</sup>, 炮制目的在于减少脂肪油含量, 消除致呕、致泻副作用<sup>[5]</sup>。目前, 有学者采用干燥箱制霜法<sup>[6]</sup>、CO<sub>2</sub> 超临界制霜法<sup>[7]</sup>等对柏子仁制霜方法进行研究, 并对不同制霜炮制方法进行了比较<sup>[8]</sup>, 但尚未见柏子仁霜压榨制霜工艺的研究报道。本研究采用正交试验对柏子仁压榨去油制霜工艺中的炮制压力、炮制温度、炮制次数、炮制时间等参数进行优化, 并采用气相色谱法 (GC) 对柏子仁和柏子仁霜所含脂肪油中成分进行分析, 可为制定相关炮制规范提供科学依据。

### 1 材料

1.1 仪器 制霜板 (实验室自制); 800Y 型多功能粉碎机

(永康市铂欧五金制品有限公司); DHG-9070A 型电热恒温鼓风干燥箱 (上海一恒科学仪器有限公司); BS124S 型分析天平 (德国 Sartorius 公司); SB-5200DTD 型超声波清洗器 (宁波新芝生物科技股份有限公司); TU-1810 型紫外-可见分光光度计 (北京普析通用仪器有限责任公司); GC-2010 PLUS 型气相色谱仪 (日本岛津公司)。

1.2 饮片 柏子仁由国家中药现代化工程技术研究中心提供, 批号 20170401, 经中山火炬职业技术学院赵斌博士鉴定为柏科植物侧柏 *Platycladus orientalis* (L.) Franco 的干燥成熟果实, 碾去果壳及种皮, 取种仁备用。

1.3 试剂与药物 烘焙专用吸油纸 (厚 0.1 mm, 执行标准 GB4806.8-2016, 广州金洁洋纸业有限公司)。齐墩果酸对照品 (批号 PS013402, 成都普思生物科技股份有限公司, 纯度 > 98.0%); 40 种脂肪酸甲酯对照品 (批号 JA4-A, 美国 Nu-Chek 公司, 纯度 99.0%)。正庚烷为色谱纯; 氢氧化钠、三氟化硼、氯化钠、香兰素、冰醋酸、浓硫酸、乙醇、甲醇、石油醚

收稿日期: 2020-03-05

基金项目: 中医药行业科研专项基金项目 (201207004-10); 广东省教育厅教育科研特色创新类项目 (2017GGXJK071)

作者简介: 王 琼 (1974—), 男, 硕士, 副教授, 从事中药炮制及饮片质量标准研究。E-mail: 119570645@qq.com

\* 通信作者: 刘 敬 (1980—), 女, 副教授, 从事中药质量标准研究。E-mail: 290914007@qq.com