

大孔树脂法纯化香菇柄中多酚的工艺优化

缪彬彬, 徐艳阳*, 王一迪, 关欢欢, 张贵阳, 李欣欣

(吉林大学食品科学与工程学院, 长春 130062)

摘要: **目的** 优化大孔树脂法纯化香菇柄中多酚类物质的工艺。**方法** 以 AB-8、NKA-9、D101、D280、DA201 5 种大孔树脂对香菇柄中多酚的吸附率和解吸率为评价指标, 通过静态吸附和解吸试验筛选最佳树脂。然后研究吸附温度、树脂质量、pH 值大小、乙醇(洗脱剂)体积分数和乙醇(洗脱剂)体积 5 个因素对大孔树脂吸附和解吸香菇柄中多酚的影响。最后以香菇柄中多酚类物质得率为指标, 采用 $L_9(3^3)$ 正交试验对纯化工艺进行优化。**结果** 通过筛选发现, NKA-9 大孔树脂吸附率和解吸率较高。正交试验优化获得的最佳工艺条件为: pH=3, 树脂质量 0.50 g, 吸附温度 50 ℃, 在此条件下纯化的香菇柄中多酚得率为 51.71%±0.95%, 纯度也较未纯化时提高了 3.71 倍。**结论** 从香菇柄中开发利用香菇多酚具有可行性, 本研究为香菇多酚的纯化和制备提供了科学依据。

关键词: 香菇柄; 多酚; 大孔树脂; 吸附法; 纯化; 正交试验

Optimization of purification process of polyphenol from *Lentinus edodes* stem by macroporous resin adsorption

MIAO Bin-Bin, XU Yan-Yang*, WANG Yi-Di, GUAN Huan-Huan,
ZHANG Gui-Yang, LI Xin-Xin

(College of Food Science and Engineering, Jilin University, Changchun 130062, China)

ABSTRACT: Objective To optimize the purification process of polyphenols from *Lentinus edodes* stem by macroporous resin. **Methods** The best resin among AB-8, NKA-9, D101, D280 and DA201 was chosen by experiments used the static adsorption and desorption rates of polyphenols from *Lentinus edodes* stem as indicator. Then the effects of adsorption temperature conditions, resin weight, pH conditions, eluent volume fractions and eluent volumes on adsorption and desorption rates were investigated. Finally, orthogonal experiment of $L_9(3^3)$ was used to optimize the purification process and the yield of polyphenol from *Lentinus edodes* stem was targeted. **Results** The NKA-9 resin had higher adsorption and desorption rates than other resins, and the optimum purification process conditions were as follows: pH condition was 3, the resin weight was 0.50 g and the adsorption temperature condition was 50 ℃. Under these conditions, the yield of polyphenol in *Lentinus edodes* stem adsorbed and desorbed by macro-porous resin was 51.71%±0.95%. The purity of polyphenols extractive was increased by 3.71 times compared with unpurified extraction. **Conclusion** Utilizing polyphenols from *lentinus edodes* stems is feasible, which can provide scientific basis for the purification and preparation of polyphenols from *Lentinus edodes* stems.

KEY WORDS: *Lentinus edodes* stem; polyphenol; macroporous resin; adsorption method; purification; orthogonal test

基金项目: 吉林大学大学生创新创业训练项目(2015450529)

Fund: Supported by the Project of Innovation and Entrepreneurship Training for Undergraduate Student in Jilin University (2015450529)

*通讯作者: 徐艳阳, 博士, 副教授, 主要研究方向为食品营养与安全。E-mail: xuyy@jlu.edu.cn

*Corresponding author: XU Yan-Yang, Ph.D, Associate Professor, College of Food Science and Engineering, Jilin University, No.5333, Xian Road, Changchun 130062, China. E-mail: xuyy@jlu.edu.cn

1 引言

香菇(*Lentinus edodes* (Berk.)又名冬菇、香蕈,为担子菌纲伞形科真菌,是世界第二大食用菌,我国年产量约50万吨;其味道鲜美、营养丰富,是一种重要的食药兼用菌物,在我国被广泛栽培。香菇含多糖、纤维素、氨基酸及多酚等多种营养活性成分^[1,2],香菇柄约占总重的30%^[3],其营养活性成分除纤维素含量明显高于香菇盖外,其他成分含量都只稍低于香菇盖^[4],但是由于它质地粗糙、口感差,在工业生产中,常被当作废弃物处理,造成很大的资源浪费。多酚是多羟基酚类化合物的总称,具有清除自由基、抗氧化、抑菌、抗病毒、抑制肿瘤和防治心血管疾病等功效^[5]。有研究表明,食用菌多酚的抗氧化能力很强,具有广阔的食用、药用研究前景^[6]。因此,充分利用香菇产业废弃资源香菇柄并研究香菇柄中多酚的纯化工艺,制备优质的食用菌多酚产品,将有利于实现资源的综合利用,提高香菇产业附加值,具有重要的社会意义。

目前国内外关于多酚类物质的纯化方法主要有离子沉淀法、大孔树脂吸附法及膜分离法等。时国庆等^[7]采用溶剂法结合盐析与冷却沉淀法,对葡萄籽中原花色素提取物进行了较好的分级分离。于涛等^[8]采用膜分离法对银杏多酚进行了分离试验研究。上述方法具有溶剂消耗量大、操作步骤复杂和生产成本高等^[9]缺点。大孔树脂是一种既不溶于酸碱、又不溶于各种有机溶剂的高分子聚合物。由于内部具有三维空间立体孔结构,比表面积与孔径较大,具有物化稳定性高、选择性强、使用周期长、成本低等诸多优点,已广泛应用于多酚类物质的分离纯化^[10]。Chandreyee等^[11]采用阴离子交换树脂吸附法研究生姜多酚的纯化工艺。结果显示,在pH为4.5和5.5时总酚的吸附率分别可达到91%和92%。Fu等^[12]采用响应面优化设计研究苹果多酚的大孔树脂吸附纯化工艺,吸附率可达95.27%。王旭莘等^[13]采用大孔树脂从酿造废酒花中分离纯化酒花多酚,结果表明SP850树脂的吸附量为79.8 mg/g,解吸率为78.4%,且达到平衡的时间较短。本研究采用大孔树脂吸附法研究香菇柄中多酚类物质的纯化工艺,可为香菇类农副产品的深加工和资源的综合利用提供科学参考。

2 材料与方法

2.1 材料、试剂与仪器

2.1.1 材料

香菇柄:购自河南省南阳市西峡县天天果园食品有限公司。

2.1.2 试剂

没食子酸、体积分数为85%的磷酸溶液、硫酸锂(均为分析纯,天津市华东试剂厂);无水乙醇、浓盐酸(均为分

析纯,北京化工厂);无水碳酸钠(分析纯,天津市永大化学试剂开发中心);钨酸钠、钼酸钠(均为分析纯,天津市化学试剂四厂)。AB-8(弱极性)、NKA-9(极性)、D101(非极性)、D280(阴离子交换)以及DA201(极性)大孔吸附树脂(天津市光复精细化工研究所)。

2.1.3 主要仪器

BSA124S型电子分析天平(赛多利斯科学仪器(北京)公司);LD4-2A型雷伯尔低速离心机(北京雷伯尔离心机有限公司);KQ-250DB型数控超声波清洗机(昆山超声仪器有限公司);T6新世纪紫外可见光光度计(北京普析通用仪器有限公司);101A-1ET电热鼓风干燥箱(上海实验仪器有限公司);SHA-C恒温水浴振荡器(金坛市恒丰仪器厂)。

2.2 实验方法

2.2.1 香菇柄中多酚类物质的提取及质量浓度的测定

(1) 没食子酸标准曲线的制作

没食子酸标准曲线参照国家标准GB/T 8313-2008《茶叶中茶多酚和儿茶素类含量的检测方法》^[14]绘制。

(2) 香菇柄中多酚的提取及质量浓度的测定

将香菇柄洗净后置于40℃干燥箱中恒温处理24h,粉碎后过60目筛。称取一定量的香菇柄粉末,按硫酸铵质量分数40 g/100 mL,并按30:1 (mL/g)的液料比加入40%的乙醇,在125 W功率下超声辅助提取40 min,3000 r/min离心10 min,合并上清液,得到多酚粗提液。

准确吸取1.0 mL多酚粗提液于25 mL容量瓶中,加入10%福林-酚试剂5 mL,摇匀。反应3~8 min后,加入质量分数为7.5 g/100 mL的Na₂CO₃溶液4 mL,以蒸馏水定容至25 mL,摇匀静置1 h,于765 nm波长处测定吸光度(A₁),根据标准曲线方程计算多酚类物质的质量浓度。

2.2.2 香菇柄中多酚类物质的纯化

(1) 大孔树脂预处理

取一定量的大孔树脂用无水乙醇浸泡24 h,充分溶胀后,用乙醇:水(1:3, V/V)稀释到无白色浑浊现象为止。再用蒸馏水洗至无醇味,滤出树脂,置烘箱中于40℃下干燥24 h,备用^[15]。

(2) 大孔树脂吸附率与洗脱率的测定

准确称取AB-8、NKA-9、D101、D280、DA201这5种经过预处理的大孔树脂各0.50 g,置于250 mL具塞锥形瓶中。准确量取pH值为3的多酚溶液20 mL,分别加入锥形瓶中,于30℃恒温振荡24 h,充分吸附后过滤,测滤液的吸光度(A₂)。将滤出的树脂加入到40 mL 70%乙醇溶液中,置振荡器上于30℃恒温振荡24 h,充分解吸后过滤,测滤液的吸光度(A_k),将A_k转化成与吸附相同质量浓度时对应的吸光度(A₃),计算各树脂的吸附率(α)和解吸率(β)。

$$\alpha/\%=(A_1-A_2)/A_1 \times 100$$

$$\beta/\%=A_3/(A_1-A_2) \times 100$$

(3) 静态吸附动力学曲线的绘制

准确称取2.50 g经预处理的大孔树脂,置于具塞锥形

瓶中,加入100 mL pH值为3.0的多酚溶液,于30℃条件下恒温振荡吸附,每隔1 h取上清液于765 nm下测定吸光度,连续测定6 h,计算吸附率,作吸附率随时间的变化曲线,绘制静态吸附动力学曲线。

(4) 静态解吸动力学曲线的绘制

过滤得到上述经吸附达平衡的大孔树脂,置于具塞锥形瓶中,分别加入40 mL 70%的乙醇溶液,于30℃下恒温振荡解吸,每隔0.5 h取上清液于765 nm下测定吸光度,连续测定3 h,计算吸附率,作吸附率随时间的变化曲线,绘制静态解吸动力学曲线。

(5) 吸附与解吸试验(单因素试验设计)

① 吸附温度单因素试验

准确称取0.50 g经预处理的大孔树脂,置于具塞锥形瓶中,分别加入20 mL pH值为3.0的多酚溶液,于20、30、40、50及60℃下振荡吸附4 h,取上清液于765 nm下测定吸光度,考察吸附温度对吸附率的影响。

② pH值单因素试验

准确称取0.50 g经预处理的大孔树脂,置于具塞锥形瓶中,分别加入20 mL pH值为2.0、2.5、3.0、3.5及4.0的多酚溶液,于50℃下恒温振荡吸附4 h,取上清液于765 nm下测定吸光度,考察pH值对吸附率的影响。

③ 树脂质量单因素试验

准确称取0.50、1.00、1.50、2.00及2.50 g经预处理的大孔树脂,置于具塞锥形瓶中,分别加入20 mL pH值为3.0的多酚溶液,于50℃下恒温振荡吸附4 h,过滤得到吸附多酚达平衡的树脂,分别置于具塞锥形瓶中,加入40 mL 70%的乙醇溶液,于30℃下恒温振荡解吸2.5 h。分别于吸附和解吸后取上清液于765 nm下测定吸光度,考察树脂质量对吸附率及解吸率的影响。

④ 洗脱剂体积分数单因素试验

准确称取0.50 g经相同工艺处理吸附多酚达到平衡的树脂,置于具塞锥形瓶中,分别加入40 mL 50%、60%、70%、80%及90%的乙醇溶液,于30℃下恒温振荡解吸2.5 h,取上清液于765 nm下测定吸光度,考察洗脱剂体积分数对解吸率的影响。

⑤ 洗脱剂体积单因素试验

准确称取0.50 g经相同工艺处理吸附多酚达到平衡的树脂,置于具塞锥形瓶中,分别加入20、30、40、50、60 mL 70%的乙醇溶液,于30℃下恒温振荡解吸2.5 h,取上清液于765 nm下测定吸光度,考察洗脱剂体积对解吸率的影响。

(6) 香菇柄中多酚类物质纯化条件工艺优化(正交试验设计)

在单因素试验的基础上,综合考虑各因素对大孔树脂法纯化香菇柄中多酚的影响,通过方差分析,选取对单因素试验结果影响显著的因素,以纯化的多酚得率为实验

指标,对吸附温度、树脂质量、pH值进行3因素3水平正交试验,确定香菇柄中多酚纯化的最佳工艺参数。多酚得率计算公式如下,因素水平见表1。

$$P = \frac{c \times V}{c_1 \times V_1} \times 100\%$$

式中: P 为香菇柄中多酚得率,%; c 为洗脱液中香菇柄中多酚的质量浓度, mg/mL; V 为洗脱液体积, mL; c_1 为吸附前香菇柄中多酚提取液的质量浓度, mg/mL; V_1 为吸附前香菇柄中多酚提取液的体积。

表1 因素水平表

Table 1 Factors and levels of orthogonal test

水平	因素		
	A 吸附温度(℃)	B 树脂质量(g)	C pH值
1	30	0.50	2.5
2	40	1.00	3.0
3	50	1.50	3.5

2.2.3 数据处理与分析

每次实验重复3次,采用Excel 2013、DPS 7.05和SPSS 19.0等软件进行数据处理与分析。

3 结果与分析

3.1 香菇柄中多酚的提取及质量浓度的测定

3.1.1 没食子酸标准曲线的绘制

没食子酸标准曲线见图1,线性方程为 $Y=0.0109X+0.0007$, $r^2=0.9998$,此方程在没食子酸浓度0~50 μg/mL范围内线性关系良好,可用于定量分析。

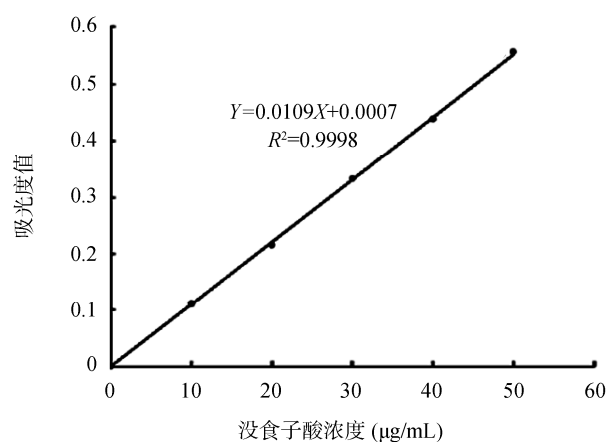


图1 没食子酸标准曲线
Fig.1 Standard curve of gallic acid

3.1.2 香菇柄中多酚的提取及质量浓度的测定

经计算可得,香菇柄多酚粗提液的质量浓度为0.313 mg/mL,可以作为大孔树脂纯化多酚物质的对照依据。

3.2 最佳大孔树脂的确定

本研究选用5种常见的大孔树脂对香菇柄中多酚进行纯化,数据处理和统计采用DPS 7.05软件包进行处理,结果以 $(\bar{x}\pm s)$ 表示。数据经单因素方差分析,各型号树脂间的两两比较采用LSD法。结果表明,5种树脂相互间的吸附率与解吸率差异均达到极显著水平($P < 0.01$)。

由表2可以看出,大孔树脂吸附香菇柄中多酚能力的强弱顺序为NKA-9>D280>DA201>AB-8>D101,解吸能力强弱顺序为NKA-9>DA201>D101>AB-8>D280。综合考虑大孔树脂的吸附、解吸能力,NKA-9大孔树脂的综合性能最优,因此选择NKA-9大孔树脂对香菇柄中多酚类物质进行纯化。

表2 5种大孔树脂吸附与解吸率测定结果($n=3$)
Table 2 Adsorption and desorption rates of 5 kinds of macroporous resins ($n=3$)

树脂型号	吸附率/%	解吸率/%
NKA-9	72.36±0.23 ^a	85.48±0.39 ^a
AB-8	47.83±0.41 ^d	63.42±0.51 ^d
D101	46.44±0.29 ^e	67.79±0.37 ^e
D280	70.18±0.39 ^b	61.52±0.34 ^e
DA201	50.10±0.29 ^c	77.72±0.25 ^b

注:上标字母不同时,表示各组间差异极显著, $P < 0.01$ 。

3.3 静态吸附动力学曲线

经DPS数据处理软件处理,对实验结果进行方差和LSD法多重比较分析。吸附时间对纯化所得多酚的质量浓度影响极显著($P < 0.0001$);4~6 h静态吸附时,多酚类物质的质量浓度之间差异不显著($P > 0.05$),与0、1、2、3 h比较,多酚类物质的质量浓度之间差异极显著($P < 0.01$)。由图2可知,在吸附阶段的0~2 h内,NKA-9大孔树脂对多酚类物质的吸附速率较快;在2~4 h内,吸附率上升速率减慢;在4 h以后,吸附率趋于稳定,吸附基本达到饱和,这与方差分析和LSD多重差异比较分析结果基本一致。因此,确定吸附平衡时间为4 h。

3.4 静态解吸动力学曲线

对实验结果进行方差分析可知,解吸时间对纯化所得多酚的质量浓度影响极显著($P < 0.01$);通过LSD法多重比较分析得出:2.5 h与3 h比较,多酚类物质的质量浓度之间差异不显著($P > 0.05$),与0、0.5、1、1.5、2 h比较,多酚类物质的质量浓度之间差异极显著($P < 0.01$)。由图3可知,在解吸阶段的0~2.5 h内,NKA-9大孔树脂对多酚类物质的解吸速率较快;在2.5 h后,解吸率趋于稳定,解吸基本达到平衡,这与方差分析和LSD多重差异比较分析结果基本一致。因此,确定解吸平衡时间为2.5 h。

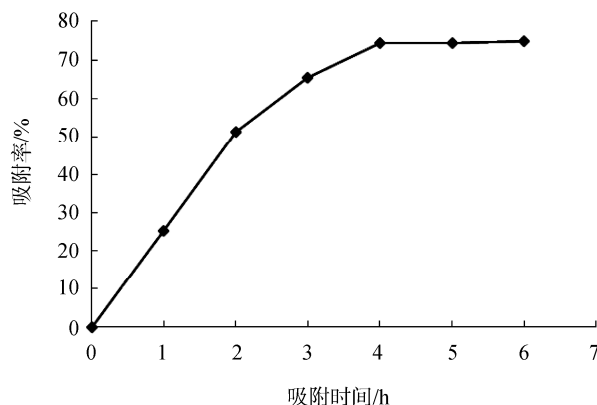


图2 静态吸附动力学曲线
Fig.2 Static adsorption kinetic curve

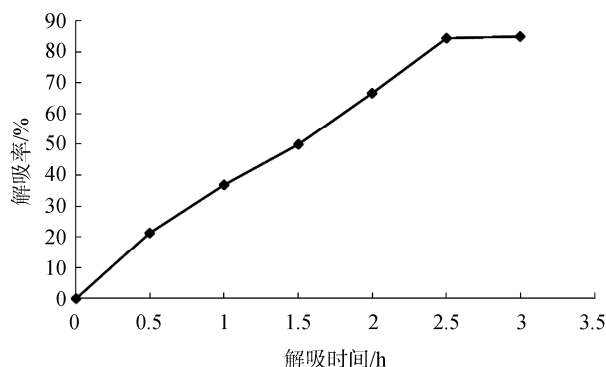


图3 静态解吸动力学曲线
Fig.3 Static desorption kinetic curve

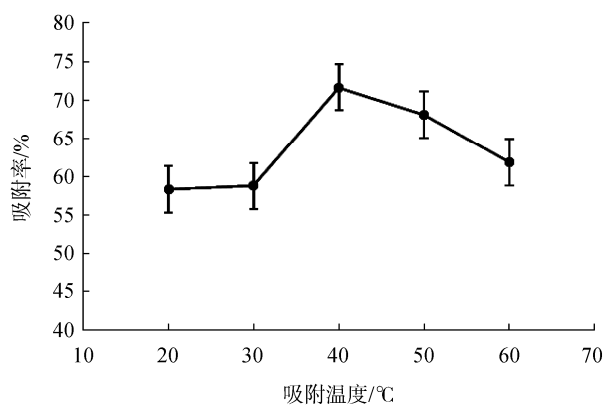
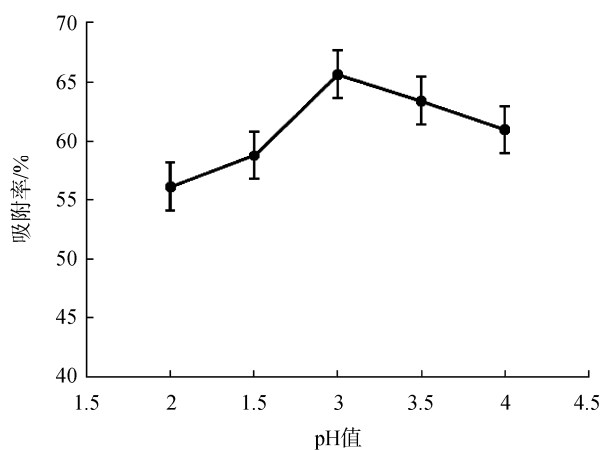
3.5 吸附与解吸试验结果(单因素试验结果)

3.5.1 吸附温度的确定

由图4可知,吸附率随着温度的升高先上升后下降。分析原因,可能由于NKA-9大孔树脂吸附多酚类物质主要靠分子间作用力,属于物理吸附。在低温时,吸附过程在短时间内达不到平衡,升高温度会使分子间作用力增强,吸附速率加快;当温度过高时,有效成分在树脂上的吸附能力降低,在溶液中溶解性增大,导致吸附率降低^[16]。因此,确定最佳吸附温度为40℃。

3.5.2 pH值的确定

理论表明,pH能够改变溶液的极性,进而影响大孔树脂与有效成分分子间的作用力^[17]。当有效成分为酸性化合物时,酸性条件有利于吸附;当有效成分为碱性化合物时,碱性条件更易于吸附。由于香菇柄中多酚类化合物呈弱酸性,因此弱酸性条件更有利于大孔树脂的吸附。由图5可以看出,大孔树脂对多酚类物质的吸附率随pH的增大先上升后逐渐降低,与理论相符。因此,确定最佳吸附pH值为3。

图 4 吸附温度对大孔树脂吸附率的影响($n=3$)Fig. 4 Effect of temperature conditions on the adsorption rate of macroporous resin ($n=3$)图 5 pH 值对大孔树脂吸附率的影响($n=3$)Fig. 5 Effect of pH conditions on the adsorption rate of macroporous resin ($n=3$)

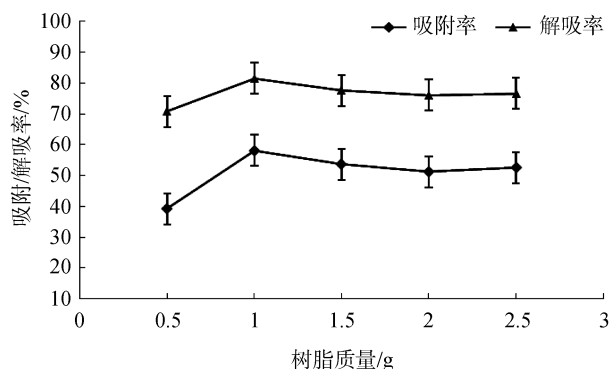
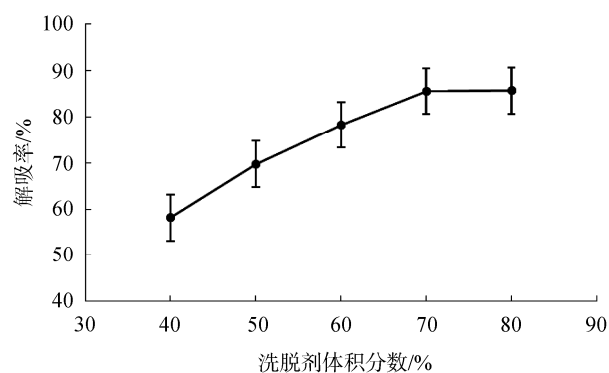
3.5.3 树脂质量的确定

由图 6 可以看出, 吸附率和解吸率均随树脂质量的增加呈现先上升后下降的趋势。当树脂质量为 1.0 g 时, 吸附率和解吸率均为最大值。分析原因, 可能由于当树脂质量为 0.50 g 时, 树脂量不足, 吸附能力有限, 解吸率也较低; 当树脂质量继续增多达到足量时, 可与样液或洗脱剂有较好接触; 当继续增大树脂量时, 由于样液或洗脱剂有限, 树脂量的增加使样液或洗脱剂在一定程度上与树脂的接触机率变小, 从而导致吸附率和解吸率降低。因此, 从吸附、解吸效果与成本方面考虑, 树脂质量选择 1.0 g。

3.5.4 乙醇(洗脱剂)体积分数的确定

由图 7 可以看出, 大孔树脂对香菇柄中多酚类物质的解吸率随洗脱剂体积分数的增大逐渐升高, 当洗脱剂体积分数达到 70% 时, 解吸率达到最大值; 当洗脱剂体积分数高于 70% 时, 解吸率趋于稳定。分析原因可能是因为解吸率与洗脱剂的极性相关。多羟基酚类物质具有一定极性, 不同体积分数的洗脱剂具有不同的极性, 70% 乙醇可能与

香菇柄中多酚类物质有相近的极性, 有利于洗脱。综合考虑解吸效果和成本因素, 最佳的洗脱剂体积分数为 70%。

图 6 树脂质量对大孔树脂吸附率及解吸率的影响($n=3$)Fig. 6 Effect of resin weight on the adsorption rate and desorption rate of macroporous resin ($n=3$)图 7 洗脱剂体积分对大孔树脂解吸率的影响($n=3$)Fig. 7 Effect of eluent volume fraction on the desorption rate of macroporous resin ($n=3$)

3.5.5 乙醇(洗脱剂)体积的确定

由图 8 可以看出, 随着洗脱剂体积的增加, 多酚的解吸率先上升后趋于平衡。这可能是因为当洗脱剂体积过少时, 不足以将大量的多酚类物质洗脱下来。随着洗脱剂体积的增加, 被洗脱的多酚类物质逐渐增多, 解吸率逐渐增高, 当洗脱剂体积为 40 mL 时, 洗脱剂量足以充分洗脱多酚类物质, 解吸率基本达到最大值。此后, 解吸率基本不随洗脱剂体积增大而升高。因此, 综合考虑解吸效果和成本因素, 最佳洗脱剂体积为 40 mL。

3.6 正交试验优化结果

综合以上单因素试验结果进行单因素方差分析, 确定 pH 值、树脂质量、吸附温度为对香菇柄中多酚得率影响显著的因素, 对 pH 值、树脂质量、吸附温度进行 3 因素 3 水平正交优化试验, 以香菇柄中多酚得率为实验指标, 确定大孔树脂吸附法纯化香菇柄中多酚的最佳条件, 正交试验结果见表 3, 方差分析结果见表 4。

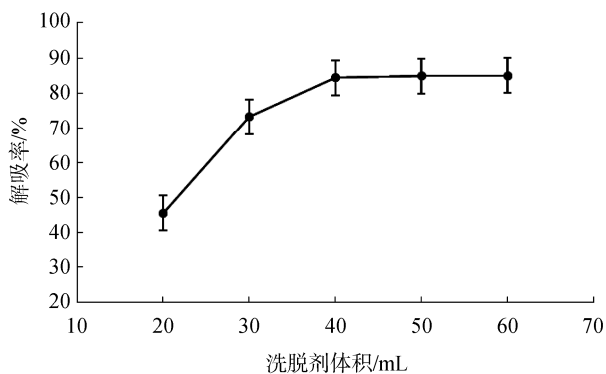


图8 洗脱剂体积对大孔树脂解吸率的影响($n=3$)

Fig. 8 Effect of eluent volume on the desorption rate of macroporous resin ($n=3$)

由表3中极差分析可知,影响香菇柄中多酚纯化得率的主次因素为: pH值>树脂质量>吸附温度;最优组合是

$C_2B_1A_3$ 。即大孔树脂纯化香菇柄中多酚类物质的最佳工艺条件为: pH值为3, 树脂质量0.50 g, 吸附温度50℃。

由表4中方差分析可知,在 $\alpha=0.05$ 的条件下, $F_{0.05}(2, 8)=4.46$, F_A, F_B, F_C 均大于 $F_{0.05}(2, 8)$, 根据 F 值和 $Sig.$ 值大小判断, pH值、树脂质量、吸附温度对纯化所得香菇柄中多酚类物质的得率影响显著。

3.7 最佳工艺验证

通过静态吸附与解吸试验, 确定吸附平衡时间为4 h, 解吸平衡时间为2.5 h。通过对pH值、树脂质量、吸附温度等因素进行单因素及正交试验研究, 确定影响香菇柄中多酚类物质纯化工艺的次要因素顺序为: pH值>树脂质量>吸附温度。最佳工艺条件是: 吸附温度为50℃, 树脂质量为0.50 g, pH值为3。对正交试验筛选所得的大孔树脂纯化香菇柄中多酚最佳工艺条件进行3次重复验证性试验, 结果见表5。

表3 正交试验结果
Table 3 Results of orthogonal experiment

序号	A 吸附温度(°C)	B 树脂质量(g)	C pH值	香菇柄中多酚得率(%)
1	1	1	1	41.18
2	1	2	2	44.92
3	1	3	3	41.29
4	2	1	2	45.84
5	2	2	3	43.62
6	2	3	1	35.53
7	3	1	3	48.05
8	3	2	1	43.53
9	3	3	2	44.92
K ₁	127.39	135.07	120.24	
K ₂	124.99	132.07	135.68	
K ₃	136.5	121.74	132.96	
k ₁	42.46	45.02	40.08	
k ₂	41.66	44.02	45.23	
k ₃	45.5	40.58	44.32	
R	3.84	4.44	5.15	
优水平	3	1	2	
主次因素			pH值>树脂质量>吸附温度	
最优组合		$C_2B_1A_3$		

表 4 方差分析结果
Table 4 Results of variance analysis

方差来源	III 型平方和	Df	均方	F	Sig.
A	24.581	2	12.291	31.436	0.031
B	32.600	2	16.300	41.690	0.023
C	45.288	2	22.644	57.916	0.017
误差	0.782	2	0.391		
总计	16906.324	8			

表 5 最佳工艺条件验证
Table 5 Verification of the best technological conditions

重复次数	香菇柄中多酚得率/%
1	51.73
2	51.32
3	52.08
平均值	51.71

由表 5 可知, 在经正交试验优化的最佳工艺条件下, 纯化后香菇柄中多酚得率均值为 51.71%, 3 次重复试验中多酚得率重现性良好, 且多酚得率大于正交设计表中其他水平含量。对试验结果进行 t 检验($n=6$), 可得出最优组合纯化的多酚得率在 51.71%±0.95%之间, 置信度为 95%。因此, 采用正交试验对大孔树脂纯化香菇柄中多酚类物质工艺进行优化结果科学、可靠。

同时, 由表 6 分析可知, 多酚类物质的纯度较纯化之前提高了 3.71 倍, 证明采用本研究所得方法可较好纯化香菇柄中多酚类物质。

表 6 香菇柄中多酚纯化前后的纯度对比
Table 6 Purity comparison of polyphenol from *Lentinus edodes* stem

样品	白色粉末质量/mg	多酚质量/mg	多酚纯度/%
纯化前	112.29	12.52	11.15
纯化后	15.66	6.47	41.32

4 结 论

本实验研究了 NKA-9、AB-8、D101、D280、DA201 5 种大孔树脂对香菇柄中多酚类物质的吸附、解吸能力, 确定 NKA-9 是适用于香菇柄中多酚类物质纯化的最佳树脂。采用正交试验优化得到的大孔树脂纯化香菇柄中多酚类物质工艺结果科学、可靠, 纯度也较未纯化时提高了 3.71 倍。本研究证明了从香菇柄中开发香菇多酚具有可行性, 为香菇多酚的纯化、制备和香菇柄资源的综合利用提供新思路。

参考文献

- [1] 刘存芳, 田光辉, 赖普辉. 香菇柄中营养成分的开发与利用综述[J]. 科技信息(科学教研), 2008, (1): 14-35.
Liu CF, Tian JH, Lai PH. Review of development and utilization conditions of nutrient in *Lentinus edodes* stem [J]. Sci Tech Inf, 2008, (1): 14-35.
- [2] 马长清, 夏蓉, 彭彦, 等. 香菇柄中多糖及氨基酸的提取方法研究[J]. 医药导报, 2003, 22(6): 372-374.
Ma CQ, Xia R, Peng Y, et al. A study of methods for extraction of lentinan and amino acids from the foot body of *Lentinus edodes* [J]. Her Med, 2003, 22(6): 372-374.
- [3] 史德芳, 高虹, 谭洪卓, 等. 香菇柄多糖的微波辅助提取及其活性研究[J]. 食品研究与开发, 2010, 31(2): 10-14.
Shi DF, Gao H, Tan HZ, et al. Study on microwave-assisted extraction and biological activity of polysaccharide from *Lentinus edodes* stem [J]. Food Res Dev, 2010, 31(2): 10-14.
- [4] 吴关威. 香菇柄中滋味成分释放研究及香菇精的研制[D]. 武汉: 华中农业大学, 2010.
Wu GW. Study on release of taste components in spores of *Lentinus edodes* and development of mushroom essence [D]. Wuhan: Huazhong Agricultural University, 2010.
- [5] 卢聪聪. 茶多酚的化学改性和脂溶性茶多酚分离分析[D]. 上海: 上海交通大学, 2008.
Lu CC. Chemical modification of tea polyphenols and fat soluble tea polyphenols separation analysis [D]. Shanghai: Shanghai Jiao Tong University, 2008.
- [6] 李丽. 食用菌的营养成分和活性研究进展[J]. 食品研究与开发, 2015, 36(12): 139-142.
Li L. Development of effective component and activity of edible mushroom [J]. Food Res Dev, 2015, 36(12): 139-142.
- [7] 时国庆, 郑新, 常玉国, 等. 葡萄籽中原花色素的分级分离[J]. 河南科学, 2004, 22(2): 190-192.
Shi GQ, Zheng X, Chang YG, et al. Fractionation of pigment from grape seeds [J]. Henan Sci, 2004, 22(2): 190-192.
- [8] 于涛, 钱和. 膜分离技术在提取银杏叶黄酮类化合物中的应用[J]. 无锡轻工大学学报, 2004, 23(6): 55-58.
Yu T, Qian H. Membrane separation technology in the application of the extraction of flavonoids from ginkgo biloba leaves [J]. J Wuxi Univ Light Ind, 2004, 23(6): 55-58.
- [9] 吕国英, 范雷法, 张作法, 等. 香菇多糖研究进展[J]. 浙江农业学报, 2009, 21(2): 183-188.
Lv GY, Fan LF, Zhang ZF, et al. The research progress of lentinan [J]. Acta Agric Zhejiangensis, 2009, 21(2): 183-188.
- [10] 李越山, 徐艳阳, 李楠, 等. 大孔树脂法纯化黑豆酯酶的工艺优化[J]. 食品安全质量检测学报, 2015, 6(6): 2022-2028.
Li YS, Xu YY, Li N, et al. Optimization of purification process of black soybean esterase by macro-porous absorbent resin adsorption [J]. J Food Saf Qual, 2015, 6(6): 2022-2028.
- [11] Chandreyee D, Asmita D, Debjani D, et al. Adsorption of polyphenols from ginger rhizomes on an anion exchange resin Amberlite IR-400 - Study on effect of pH and temperature [J]. Proc Food Sci, 2011, 1: 893-899.

- [12] Fu RM, Wang YY, Yu F, *et al.* Optimization of the macroporous resin-based adsorption of apple polyphenol through response surface methodology [J]. *Toxic Envir Chem*, 2016, 98(3-4): 479-491.
- [13] 王旭苹, 杨磊, 杨小兰, 等. 大孔树脂纯化酒花多酚及其组成分析[J]. *食品科学*, 2013, 34(22): 15-20.
Wang XP, Yang L, Yang XL, *et al.* Macroporous resin adsorption for purification of hop polyphenols from and compositional analysis [J]. *Food Sci*, 2013, 34(22): 15-20.
- [14] GB/T 8313-2008 茶叶中茶多酚和儿茶素类含量的检测方法[S].
GB/T 8313-2008 Method for the determination of tea polyphenols and catechins content [S].
- [15] 徐艳阳, 杨明康, 朱志红. 玉米苞叶中黄酮类化合物的纯化工艺优化[J]. *食品科技*, 2014, 39(12): 255-263.
Xu YY, Yang MK, Zhu ZH. Optimization of purification process of flavonoids extracted from corn-bract [J]. *Food Sci Tech*, 2014, 39(12): 255-263.
- [16] 董周永, 阿嘎, 赵国建, 等. 大孔树脂对红心萝卜花色苷的纯化[J]. *食品科学*, 2011, 32(4): 21-24.
Dong ZY, A G, Zhao GJ, *et al.* Purification of anthocyanins from red-core radish by macroporous resin [J]. *Food Sci*, 2011, 32(4): 21-24.
- [17] 刘文佳. 大孔树脂纯化一点红水提物黄酮的研究[D]. 南宁: 广西大学, 2012.
Liu WJ. Preliminary purification of aqueous extract flavonoids from *Emilia sonchifolia*(Linn.)DC. by macroporous resins [D]. Nanning: Guangxi University, 2012.

(责任编辑: 姚菲)

作者简介



缪彬彬, 本科, 主要研究方向为食品质量与安全。

E-mail: 18844198603@163.com



徐艳阳, 博士, 副教授, 主要研究方向为食品营养与安全。

E-mail: xuyy@jlu.edu.cn