

# 油茶籽壳多糖超声辅助提取工艺 优化及抗氧化活性分析

郭鑫, 赵金艳, 赵博, 张国财

(东北林业大学 林学院, 哈尔滨 150040)

**摘要:**旨在为开发利用油茶籽壳多糖提供基础,以油茶籽壳为原料,通过单因素试验结合响应面法对超声辅助提取多糖的工艺条件进行优化,并对超声辅助提取油茶籽壳多糖(CFP-U)的理化性质(分子质量、单糖组成、傅里叶变换红外光谱、紫外光谱、微观结构)和体外抗氧化活性(羟自由基、超氧阴离子自由基和ABTS<sup>+</sup>自由基清除率)进行了测定。结果表明:CFP-U的最优超声辅助提取工艺条件为超声时间20 min、超声功率650 W、液料比40:1,在此条件下油茶籽壳多糖的得率为(3.28±0.06)%;高效凝胶渗透色谱分析表明,CFP-U的纯度较高,分子质量为91.6 kDa;高效液相色谱分析表明,CFP-U的单糖由平均摩尔比为0.05:0.14:0.05:1.00:0.05:0.30:0.35:0.41的甘露糖、鼠李糖、葡萄糖醛酸、半乳糖醛酸、葡萄糖、半乳糖、木糖和岩藻糖构成;红外光谱表明,CFP-U存在 $\alpha$ -糖苷键、 $\beta$ -糖苷键和吡喃糖环;紫外全波长扫描表明,CFP-U中基本不含蛋白质;扫描电子显微镜观察发现,CFP-U呈不规则形态,为片状结构,表面光滑;体外抗氧化活性测定表明CFP-U能有效清除羟自由基、超氧阴离子自由基和ABTS<sup>+</sup>自由基,并在一定浓度范围内呈剂量效应关系,且抗氧化活性优于传统热水法提取的油茶籽壳多糖。综上,采用超声辅助法可以有效提取油茶籽壳多糖,且油茶籽壳多糖具有较强的体外抗氧化能力。

**关键词:**油茶籽壳;多糖;响应面法;超声辅助提取;抗氧化活性

中图分类号:TS229;TS209 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2024)10-0104-07

## Optimization of ultrasonic-assisted extraction process and antioxidant activity of polysaccharides from oil-tea camellia seed hull

GUO Xin, ZHAO Jinyan, ZHAO Bo, ZHANG Guocai

(College of Forestry, Northeast Forestry University, Harbin 150040, China)

**Abstract:** In order to provide a basis for the development and utilization of oil-tea camellia seed hull polysaccharides, using oil-tea camellia seed hull as raw material, the process conditions of ultrasonic-assisted extraction of oil-tea camellia seed hull polysaccharides (CFP-U) were optimized through single factor test and response surface methodology. The physical and chemical properties (molecular weight, monosaccharide composition, Fourier transform infrared spectroscopy, ultraviolet spectroscopy, microstructure) and *in vitro* antioxidant activity (scavenging rates of hydroxyl radical, superoxide anion radical and ABTS<sup>+</sup> radical) of CFP-U were determined. The results showed that the optimal ultrasonic-assisted extraction conditions of CFP-U were ultrasonic time 20 min, ultrasonic power 650 W and liquid-solid ratio 40:1, and the yield of CFP-U reached (3.28±0.06)% under these conditions. High performance gel permeation chromatography analysis showed that the purity of CFP-U was high, and its molecular weight was 91.6 kDa. High performance liquid chromatography analysis showed that the CFP-U

was composed of mannose, rhamnose, glucuronic acid, galacturonic acid, glucose, galactose, xylose and fucose in an average molar ratio of 0.05:0.14:0.05:1.00:0.05:0.30:0.35:0.41.

收稿日期:2023-11-29;修回日期:2024-04-19

作者简介:郭鑫(2000),女,硕士研究生,研究方向为食用菌活性成分(E-mail)694590462@qq.com。

通信作者:张国财,教授,博士(E-mail)zhang640308@126.com。

The infrared spectroscopy showed that there were  $\alpha$ -glucoside bond,  $\beta$ -glucoside bond and pyranose ring in CFP-U. Full-wavelength ultraviolet scanning showed that CFP-U contained almost no protein. CFP-U was observed by scanning electron microscope with irregular shape, smooth surface and sheet structure. The determination of antioxidant activity *in vitro* showed that CFP-U could effectively scavenge hydroxyl radical, superoxide anion radical and ABTS<sup>+</sup> radical in a dose-response relationship within a certain concentration range, and the antioxidant activity of CFP-U was higher than the polysaccharides extracted by traditional hot water method. In conclusion, the ultrasonic-assisted extraction method can effectively obtain polysaccharides from oil-tea camellia seed hull, and the polysaccharides extracted has high antioxidant capacity *in vitro*.

**Key words:** oil-tea camellia seed hull; polysaccharides; response surface methodology; ultrasonic-assisted extraction; antioxidant activity

油茶 (*Camellia oleifera* Abel) 为山茶科 (Theaceae) 山茶属 (*Camellia* L.) 常绿小乔木<sup>[1]</sup>, 有茶子树、茶油树以及白花茶的别称, 其生长的地区主要集中在我国长江流域以及南部地区, 在日本以及东南亚也见其踪迹<sup>[2]</sup>。作为我国特有的油料树种, 油茶在我国的种植已逾 2 300 年<sup>[3]</sup>。作为高价值树种, 一方面是生态效益, 油茶可防治水土流失、绿化荒地, 另一方面是经济效益, 油茶的果实油茶籽中油脂含量较高<sup>[4]</sup>, 且其油脂中富含不饱和脂肪酸油酸和活性物质多酚化合物<sup>[5]</sup>。油茶籽壳是油茶籽提油工艺中的一种副产物。目前, 我国对油茶籽壳的开发利用程度不高, 一般被丢弃或用作燃料, 既污染环境又浪费资源。油茶籽壳中富含多糖<sup>[6-7]</sup>。多糖是一种复杂的碳水化合物衍生物, 是由 10 多个通过糖苷键连接的单糖组成的大分子生物聚合物<sup>[8]</sup>, 由于在单糖残基、聚合度、连接模式、构象和取代基等方面具有丰富的多样性, 多糖有着极大的结构变异性潜力, 也因此具有诸如抗氧化、抗病毒、抗肿瘤和免疫调节等多种生物活性。提取油茶籽壳中的多糖, 不仅可以变废为宝, 而且对于增加油茶产业附加值有实际意义。

本研究优化了油茶籽壳多糖超声辅助提取的工艺条件, 对所提取的油茶籽壳多糖的理化性质和抗氧化活性进行分析, 以期为开发利用油茶籽壳多糖提供理论基础。

## 1 材料与amp;方法

### 1.1 试验材料

#### 1.1.1 原料与试剂

油茶籽壳, 江西省赣南市会昌县月亮湾; 羟自由基、ABTS<sup>+</sup> 自由基、超氧阴离子自由基清除能力测试试剂盒, 南京建成生物工程研究所; 鼠李糖、阿拉伯糖、木糖、甘露糖、葡萄糖、岩藻糖、半乳糖、半乳糖醛

酸、葡萄糖醛酸、核糖, 纯度均为 98%, 上海源叶生物科技有限公司; 三氟乙酸 (TFA)、三乙胺罗恩试剂、乙酸铵, 上海阿拉丁生化科技股份有限公司; 1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮 (PMP), Sigma-Aldrich 公司; 甲醇, 安徽天地高纯溶剂有限公司。

#### 1.1.2 仪器与设备

JY92-IIIN 型超声波细胞粉碎机, 宁波新芝生物科技股份有限公司; DID-S14 型电热恒温水浴锅, 上海森信实验仪器有限公司; Ultraspec 5300pro 型紫外分光光度计, 美国通用电气医疗集团; HH-W420 型数显三用恒温水箱, 常州金坛精达仪器制造有限公司; Alpha 1-2 LD Plus 型冷冻干燥机, 德国格马有限责任公司; 7890B 型气相色谱仪, 美国安捷伦科技公司; LC-10AT 型高效液相色谱仪, 日本岛津科学仪器公司; Nicolet IS5 型傅里叶变换红外光谱仪, 美国赛默飞世尔科技公司; JSM-7500F 型冷场发射扫描电子显微镜, 日本电子株式会社 (JEOL)。

## 1.2 试验方法

### 1.2.1 样品预处理

将油茶籽壳自然风干至恒重, 使用破碎机进行粉碎, 并过 0.178 mm (80 目) 筛。取油茶籽壳粉, 按液料比 4:1 加入石油醚, 在摇床中以 150 r/min 振荡 6 h 后, 真空抽滤, 将滤渣在 50 °C 下真空干燥, 得到脱脂油茶籽壳粉, 在 -80 °C 储存备用。

### 1.2.2 油茶籽壳多糖的提取

取 1 g 脱脂油茶籽壳粉于离心管中, 按一定液料比加入水, 置于超声波细胞粉碎机中, 在一定超声功率下超声一定时间后, 过滤, 得到油茶籽壳多糖提取液, 用 AB-8 大孔吸附树脂脱色, 旋转蒸发浓缩后用 Sevage (氯仿-正丁醇, 体积比 3:1) 溶液除去溶液中的大部分蛋白, 再用 95% 乙醇醇沉, 脱脂 3

次(分别用丙酮、乙醚、乙醇为溶剂)后,进行透析、冷冻干燥得到油茶籽壳多糖。

### 1.2.3 油茶籽壳多糖得率的测定

参照文献[9]采用苯酚-硫酸法测定样品多糖含量,按照式(1)计算多糖得率( $Y$ )。

$$Y = m_1/m_0 \times 100\% \quad (1)$$

式中: $m_1$ 、 $m_0$ 分别为提取出的多糖质量和脱脂油茶籽壳粉的质量。

### 1.2.4 油茶籽壳多糖理化性质分析

#### 1.2.4.1 分子质量测定

参照文献[10]采用高效凝胶渗透色谱(HPGPC)法测定油茶籽壳多糖的分子质量,检测条件:示差折光检测器,样品流速 0.5 mL/min。

#### 1.2.4.2 单糖组成测定

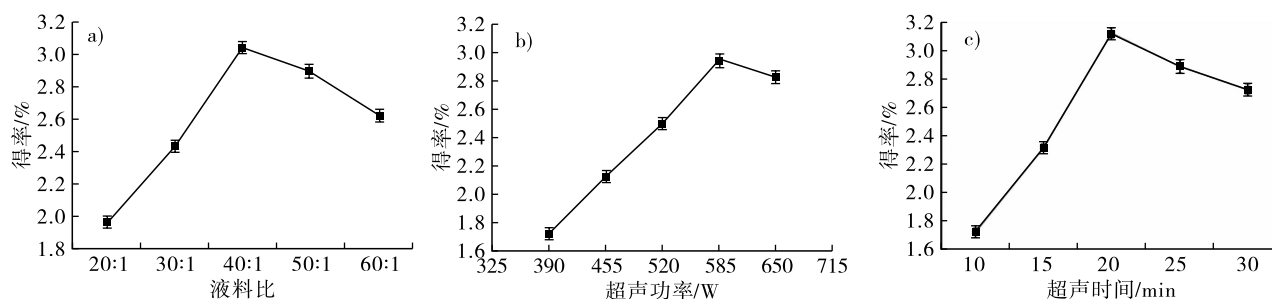
参照文献[11]采用高效液相色谱法(HPLC)测定油茶籽壳多糖中的单糖组成。

#### 1.2.4.3 红外光谱分析

使用傅里叶变换红外光谱仪,在 400 ~ 4 000  $\text{cm}^{-1}$  范围内对样品进行扫描。

#### 1.2.4.4 紫外光谱分析

在 190 ~ 800 nm 波长范围内,对质量浓度为



注:基础条件为液料比 40:1,超声功率 585 W,超声时间 20 min。单因素试验时一个变量,其他条件固定

Note: The liquid - solid ratio 40:1, the ultrasonic power 585 W, and the ultrasonic time 20 min. In a single - factor experiment, one variable is tested while other conditions are kept constant

图 1 油茶籽壳多糖超声辅助提取单因素试验结果

Fig. 1 Single - factor experimental results of ultrasonic - assisted extraction of oil - tea camellia seed hull polysaccharides

由图 1a 可知,随着液料比的增大,油茶籽壳多糖得率先增加后下降,在液料比为 40:1 时油茶籽壳多糖得率最高。液料比过低,不足以溶出多糖,导致油茶籽壳多糖得率较低,而液料比过高,杂质分子与多糖分子形成竞争溶出,导致油茶籽壳多糖得率下降。

由图 1b 可知,随着超声功率的增大,油茶籽壳多糖得率先增加后降低,在超声功率为 585 W 时油茶籽壳多糖得率最高。这可能是因为超声功率过低,油茶籽壳中的多糖未完全溶出,其得率较低;而超声功率过高,多糖结构被破坏,其得率下降。

由图 1c 可知,随着超声时间的延长,油茶籽壳

0.1 mg/mL 的油茶籽壳多糖溶液进行全波长的紫外分光光度扫描。

### 1.2.4.5 扫描电镜分析

取适量油茶籽壳多糖于载物盘的胶带上,喷金处理后,用冷场发射扫描电子显微镜在加速电压 15.0 kV,放大倍数分别为 150、200、800 倍条件下观察样品的形态。

### 1.2.5 油茶籽壳多糖抗氧化活性的测定

将油茶籽壳多糖溶于蒸馏水中,配制不同质量浓度的油茶籽壳多糖溶液,以  $V_c$  为对照,分别测定油茶籽壳多糖溶液对  $ABTS^+$  自由基<sup>[12-13]</sup>、超氧阴离子自由基<sup>[14-15]</sup>和羟自由基<sup>[16]</sup>的清除率。

### 1.2.6 数据处理

利用 SPSS 22.0 软件和 Design - Expert 8.0.7 软件对所获取的数据进行精确的统计和精细的响应性分析。

## 2 结果与分析

### 2.1 油茶籽壳多糖超声辅助提取单因素试验

按 1.2.2 方法,分别考察液料比、超声功率、超声时间对油茶籽壳多糖得率的影响,结果如图 1 所示。

多糖得率先增加后降低,在超声时间 20 min 时油茶籽壳多糖得率最高。超声时间过短,油茶籽壳多糖未溶出完全,导致其得率较低;而超声时间过长,油茶籽壳中的多糖结构被破坏,其得率降低。

### 2.2 油茶籽壳多糖超声辅助提取响应面实验

#### 2.2.1 响应面实验设计及结果

在单因素试验的基础上,以超声时间(A)、超声功率(B)和液料比(C)为因素,油茶籽壳多糖得率(Y)为响应值,采用 Design - Expert 8.0.7 软件设计三因素三水平的响应面实验,对油茶籽壳多糖超声辅助提取工艺条件进行优化。响应面实验因素水平

如表1所示,响应面试验设计及结果见表2。

表1 响应面试验因素水平

Table 1 Response surface experiment factor levels

| 水平 | A 超声时间/min | B 超声功率/W | C 液料比 |
|----|------------|----------|-------|
| -1 | 15         | 520      | 30:1  |
| 0  | 20         | 585      | 40:1  |
| 1  | 25         | 650      | 50:1  |

表2 响应面试验设计及结果

Table 2 Response surface experiment design and results

| 试验号 | A  | B  | C  | Y/%         |
|-----|----|----|----|-------------|
| 1   | 0  | 0  | 0  | 3.30 ± 0.08 |
| 2   | -1 | 0  | -1 | 2.53 ± 0.07 |
| 3   | 1  | 0  | -1 | 2.53 ± 0.01 |
| 4   | 0  | -1 | 1  | 2.80 ± 0.10 |
| 5   | 0  | 0  | 0  | 3.21 ± 0.01 |
| 6   | -1 | 1  | 0  | 2.76 ± 0.03 |
| 7   | 1  | -1 | 0  | 2.98 ± 0.03 |
| 8   | 0  | -1 | -1 | 2.26 ± 0.09 |
| 9   | -1 | 0  | 1  | 2.59 ± 0.04 |
| 10  | -1 | -1 | 0  | 2.59 ± 0.06 |
| 11  | 0  | 0  | 0  | 3.20 ± 0.11 |
| 12  | 0  | 1  | -1 | 2.51 ± 0.01 |
| 13  | 0  | 0  | 0  | 3.25 ± 0.03 |
| 14  | 0  | 1  | 1  | 2.65 ± 0.13 |
| 15  | 0  | 0  | 0  | 3.21 ± 0.04 |
| 16  | 1  | 1  | 0  | 2.94 ± 0.06 |
| 17  | 1  | 0  | 1  | 3.18 ± 0.07 |

对表2试验结果进行拟合,得到二次多项回归模型: $Y = 2.170 + 0.089A - 0.072B + 0.110C + 0.067AB + 0.010AC - 0.067BC - 0.160A^2 - 0.200B^2 - 0.140C^2$ 。对回归模型进行方差分析,结果见表3。

表3 方差分析

Table 3 Analysis of variance

| 变异来源           | 平方和                   | 自由度 | 均方                    | F      | p        | 显著性 |
|----------------|-----------------------|-----|-----------------------|--------|----------|-----|
| 模型             | 1.73                  | 9   | 0.19                  | 186.48 | <0.000 1 | *** |
| A              | 0.17                  | 1   | 0.17                  | 163.64 | <0.000 1 | *** |
| B              | $6.61 \times 10^{-3}$ | 1   | $6.61 \times 10^{-3}$ | 6.43   | 0.038 9  | *   |
| C              | 0.24                  | 1   | 0.24                  | 234.97 | <0.000 1 | *** |
| AB             | 0.01                  | 1   | 0.01                  | 84.67  | 0.013 6  | *   |
| AC             | 0.09                  | 1   | 0.09                  | 10.73  | <0.000 1 | *** |
| BC             | 0.04                  | 1   | 0.04                  | 38.92  | 0.000 4  | *** |
| A <sup>2</sup> | 0.07                  | 1   | 0.07                  | 71.38  | <0.000 1 | *** |
| B <sup>2</sup> | 0.34                  | 1   | 0.34                  | 331.56 | <0.000 1 | *** |
| C <sup>2</sup> | 0.66                  | 1   | 0.66                  | 637.53 | <0.000 1 | *** |
| 残差             | $7.20 \times 10^{-3}$ | 7   | $1.03 \times 10^{-3}$ |        |          |     |
| 失拟项            | $2.75 \times 10^{-3}$ | 3   | $9.17 \times 10^{-4}$ | 0.05   | 0.981 7  | 不显著 |
| 误差项            | $6.92 \times 10^{-3}$ | 4   | $1.73 \times 10^{-3}$ |        |          |     |
| 总和             | 1.75                  | 16  |                       |        |          |     |

注:\*\*\*表示极显著差异( $p < 0.001$ );\*\*表示显著差异( $p < 0.01$ );\*表示较显著差异( $p < 0.05$ )

Note:\*\*\* $p < 0.001$ ;\*\* $p < 0.01$ ; $*p < 0.05$

由表3可知,失拟项p值为0.9817,不显著,模

型的p值小于0.001,极显著,说明模型是可行的。模型的 $R^2$ 为0.9912, $R^2_{Adj}$ 为0.9905,信噪比为39.916,说明模型拟合程度较高,可作为分析预测用。根据F值,3个因素对油茶籽壳多糖得率的影响大小为液料比>超声时间>超声功率。

### 2.2.2 最优条件确定及验证

根据响应面模型,求得油茶籽壳多糖的最优提取条件为超声时间20.2 min、液料比39.89:1、超声功率650 W,在此条件下油茶籽壳多糖得率预测值为3.32%。在实际操作中,将最优提取条件调整为液料比40:1、超声时间20 min、超声功率650 W,在此条件下经过3次重复试验,得到的油茶籽壳多糖得率为 $(3.28 \pm 0.06)\%$ 。实际得率和预测值相差较小,说明利用该模型对油茶籽壳多糖得率进行预测是可行的。进一步对最优条件下提取的油茶籽壳多糖进行理化性质和抗氧化活性测定。

### 2.3 油茶籽壳多糖的理化性质

#### 2.3.1 分子质量

油茶籽壳多糖的HPGPC图谱如图2所示。

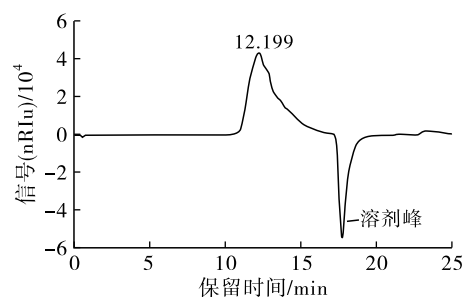


图2 油茶籽壳多糖的HPGPC图谱

Fig. 2 HPGPC profile of oil-tea camellia seed hull polysaccharides

由图2可知,油茶籽壳多糖只有1个峰,说明所提取的油茶籽壳多糖纯度较高。经计算,油茶籽壳多糖的分子质量为91.6 kDa。

#### 2.3.2 单糖组成

油茶籽壳多糖的单糖组成如表4所示。

表4 油茶籽壳多糖的单糖组成

Table 4 Monosaccharide composition of oil-tea camellia seed hull polysaccharides

| 单糖    | 相对含量(摩尔分数) |
|-------|------------|
| 甘露糖   | 0.05       |
| 鼠李糖   | 0.14       |
| 葡萄糖醛酸 | 0.05       |
| 半乳糖醛酸 | 1.00       |
| 葡萄糖   | 0.05       |
| 半乳糖   | 0.30       |
| 木糖    | 0.35       |
| 岩藻糖   | 0.41       |

多糖结构因单糖组成类型、连锁、糖序列、链长、分支度、侧链分布和取代基的不同而不同<sup>[17]</sup>。由表4可知,油茶籽壳多糖中单糖由甘露糖、鼠李糖、葡萄糖醛酸、半乳糖醛酸、葡萄糖、半乳糖、木糖和岩藻糖组成,其平均摩尔比为0.05:0.14:0.05:1.00:0.05:0.30:0.35:0.41。

### 2.3.3 傅里叶变换红外光谱(FT-IR)

红外光谱学<sup>[18]</sup>分子振动的物理现象和红外辐射吸收具有很高的化学特异性,可以判别多糖的特征吸收峰。油茶籽壳多糖的FT-IR谱图如图3所示。

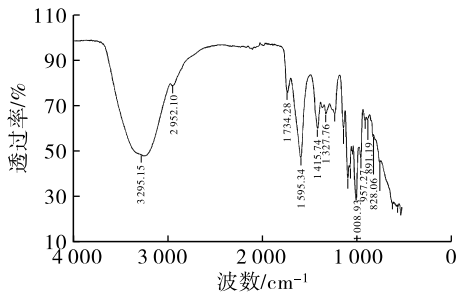


图3 油茶籽壳多糖的FT-IR谱图

Fig. 3 FT-IR spectrum of oil-tea camellia seed hull polysaccharides

如图3所示:位于 $3\ 295.15\ \text{cm}^{-1}$ 区域内有一强烈且宽广的红外吸收高峰,是典型的羟基拉伸振动吸收峰,其较大的宽度往往是羟基间形成的氢键结构所引起的,说明油茶籽壳多糖结构中含有许多联合羟基基团,这使其具有很强的亲水特性;在 $2\ 952.10\ \text{cm}^{-1}$ 处有一个吸收峰,可能归属C-H伸缩振动<sup>[19]</sup>;  $1\ 734.28\ \text{cm}^{-1}$ 处是C=O伸缩振动吸收峰<sup>[20]</sup>,酯化羧基中该化学键一般为强且窄的吸收峰,而油茶籽壳多糖中该峰强度较弱,判断为糖醛化

合物中醛基的C=O,其受空间位阻的影响,红外吸收强度弱; $1\ 327.76\ \text{cm}^{-1}$ 和 $1\ 415.74\ \text{cm}^{-1}$ 处分别为—CH<sub>3</sub>和—CH<sub>2</sub>的拉伸振动吸收峰<sup>[21]</sup>;  $1\ 008.93\ \text{cm}^{-1}$ 和 $957.27\ \text{cm}^{-1}$ 处为C—O—C伸缩振动吸收峰,为环状结构,说明油茶籽壳多糖结构中具有糖苷结构; $828.06\ \text{cm}^{-1}$ 和 $891.19\ \text{cm}^{-1}$ 处吸收峰表明油茶籽壳多糖具有 $\alpha$ -糖苷键和 $\beta$ -糖苷键<sup>[22]</sup>;  $1\ 034.95\sim 1\ 077.40\ \text{cm}^{-1}$ 处的吸收峰说明吡喃糖环的存在<sup>[23-24]</sup>。

### 2.3.4 紫外光谱

油茶籽壳多糖的紫外吸收光谱图见图4。

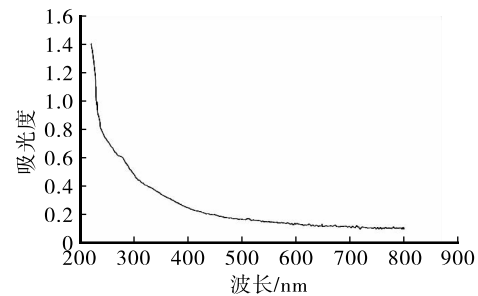


图4 油茶籽壳多糖的紫外吸收光谱图

Fig. 4 UV spectrum of oil-tea camellia seed hull polysaccharides

由图4可知,油茶籽壳多糖的紫外吸收光谱在260 nm和280 nm没有明显的吸收峰,且曲线平滑,说明油茶籽壳多糖基本不含核酸或蛋白质等杂质<sup>[25]</sup>。

### 2.3.5 扫描电镜图

不同放大倍数下茶籽壳多糖的扫描电镜图如图5所示。

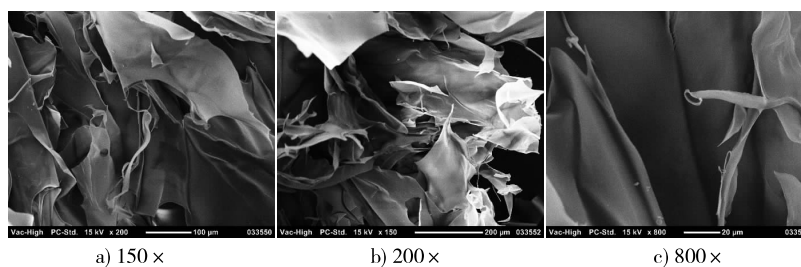


图5 不同放大倍数下油茶籽壳多糖扫描电镜图

Fig. 5 SEM images of oil-tea camellia seed hull polysaccharides at different magnifications

由图5可知,油茶籽壳多糖呈不规则形态,为片状结构,表面光滑。

### 2.4 油茶籽壳多糖的抗氧化活性

以传统热水法提取(提取条件参考文献<sup>[26]</sup>)的油茶籽壳多糖(CFP-H)为对照,按1.2.5方法测定超声辅助提取的油茶籽壳多糖(CFP-U)的抗氧化活性,结果如图6所示。

由图6可知,随着油茶籽壳多糖质量浓度的升高,其ABTS<sup>+</sup>自由基、超氧阴离子自由基、羟自由基清除率均呈上升趋势,且相同质量浓度下,超声辅助提取的油茶籽壳多糖的抗氧化活性始终优于传统热水法提取的油茶籽壳多糖。经拟合计算,超声辅助提取的油茶籽壳多糖对ABTS<sup>+</sup>自由基的半抑制浓度(IC<sub>50</sub>)为8.021 mg/mL,而热水法提取的油茶籽

壳多糖对  $\text{ABTS}^+$  自由基的  $\text{IC}_{50}$  为 17.593 mg/mL。当油茶籽壳多糖的质量浓度为 20 mg/mL 时,超声辅助提取的油茶籽壳多糖的超氧阴离子自由基的清除率达到 46.88%,而在此质量浓度下热水提取的油茶籽壳多糖的超氧阴离子自由基清除率为

31.04%。经拟合计算,超声辅助提取的油茶籽壳多糖的羟自由基的  $\text{IC}_{50}$  为 6.106 mg/mL,而热水法提取的油茶籽壳多糖的羟自由基的  $\text{IC}_{50}$  为 10.667 mg/mL。综上,超声辅助提取的油茶籽壳多糖具有较强的抗氧化活性。

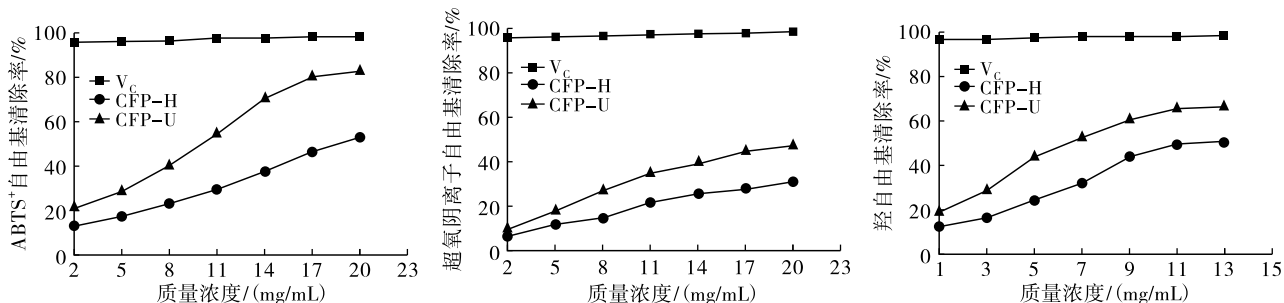


图6 油茶籽壳多糖的抗氧化活性

Fig. 6 Antioxidant activity of oil-tea camellia seed hull polysaccharides

### 3 结论

采用超声辅助法对油茶籽壳多糖进行提取,通过单因素试验和响应面试验确定其最优提取条件为超声时间 20 min、超声功率 650 W、液料比 40:1,此时油茶籽壳多糖得率为  $(3.28 \pm 0.06)\%$ 。超声辅助提取的油茶籽壳多糖中基本不含蛋白质,分子质量为 91.6 kDa,其单糖由甘露糖、鼠李糖、葡萄糖醛酸、半乳糖醛酸、葡萄糖、半乳糖、木糖、岩藻糖组成,平均摩尔比为 0.05:0.14:0.05:1.00:0.05:0.30:0.35:0.41。超声辅助提取的油茶籽壳多糖存在  $\alpha$ -糖苷键、 $\beta$ -糖苷键和吡喃糖环,扫描电子显微镜观察显示其为片状结构,形态不规则,表面光滑。此外,超声辅助提取的油茶籽壳多糖的抗氧化活性比传统热水法提取的油茶籽壳多糖抗氧化活性高。综上,采用超声辅助提取法可以有效获取油茶籽壳多糖,且提取的油茶籽壳多糖具有较强的体外抗氧化活性。

### 参考文献:

- [1] 王龙祥, 罗凡, 杜孟浩, 等. 热处理激发油茶籽油中多酚与美拉德产物变化及互作研究[J]. 中国粮油学报, 2023, 38(11):152-156.
- [2] 范筱元, 杜娟, 周晓亮, 等. 中国油茶生产区域比较优势分析与影响因素研究[J]. 中国油脂, 2023, 48(12): 9-19, 39.
- [3] 蒋越华, 罗再历, 蒲琦, 等. 油茶蒲综合利用研究进展[J]. 农业研究与应用, 2021, 34(4): 44-49.
- [4] 潘玉荣. 油茶种植技术及病虫害防治[J]. 中国林副特产, 2022(6): 48-49.
- [5] 林莉, 石庆楠, 周敏, 等. 脱脂油茶籽粕多糖的提取及抗氧化活性研究[J]. 化学试剂, 2022, 44(9): 1299-1305.
- [6] 朱志东, 蔡延渠, 吕莉, 等. 不同提取方法对油茶果壳多糖含量的影响[J]. 广州中医药大学学报, 2019, 36(3): 410-413.
- [7] 廖永丽, 陈景斯, 郭华敏, 等. 不同产地油茶果壳多糖含量的研究[J]. 广东药科大学学报, 2017, 33(5): 620-623.
- [8] LIN T T, LIU Y, LAI C, et al. The effect of ultrasound assisted extraction on structural composition, antioxidant activity and immunoregulation of polysaccharides from *Ziziphus jujuba* Mill var. *spinosa* seeds[J]. Ind Crop Prod, 2018, 125: 150-159.
- [9] YUAN Y, XU X, JING C, et al. Microwave assisted hydrothermal extraction of polysaccharides from *Ulva prolifera*: Functional properties and bioactivities [J]. Carbohydr Polym, 2018, 181: 902-910.
- [10] YANG Z W, OUYANG K H, ZHAO J, et al. Structural characterization and hypolipidemic effect of *Cyclocarya paliurus* polysaccharide in rat[J]. Int J Biol Macromol, 2016, 91: 1073-1080.
- [11] ZHANG L, LIU W, HAN B, et al. Isolation and characterization of antitumor polysaccharides from the marine mollusk *Ruditapes philippinarum*[J]. Eur Food Res Technol, 2008, 227(1):103-110.
- [12] GUO L, TAN D C, HUI F Y, et al. Optimization of the cellulase-ultrasonic synergistic extraction conditions of polysaccharides from *Lenzites betulina* [J/OL]. Chem Biodivers, 2019, 16(11): e1900369 [2023-11-29]. <https://doi.org/10.1002/cbdv.201900369>.
- [13] 李青宇, 孟哲, 王磊. 响应面法优化超临界  $\text{CO}_2$  提取甘草多糖及抗氧化活性研究[J]. 食品工业, 2017, 38(9): 1-5.
- [14] YUAN M, JIA X J, YANG Y, et al. Effect of light on structural properties and antioxidant activities of polysaccharides from soybean sprouts [J]. Process Biochem, 2015, 50(7): 1152-1157.

(下转第 117 页)

- [25] LI B, WANG F, LI K, et al. Biodiesel preparation from high acid value phoenix seed oil using Eversa transform 2.0 as a novel catalyst[J]. *Biomass Convers Biorefin*, 2023, 13(11): 9821–9830.
- [26] LOTTI M, PLEISS J, VALERO F, et al. Effects of methanol on lipases: Molecular, kinetic and process issues in the production of biodiesel[J]. *Biotechnol J*, 2015, 10(1): 22–30.
- [27] SUBHEDAR P B, GOGATE P R. Ultrasound assisted intensification of biodiesel production using enzymatic interesterification [J]. *Ultrason Sonochem*, 2016, 29: 67–75.
- [28] 郭静静. 脂肪酶催化制备苘麻籽油脂肪酸乙酯的研究[D]. 郑州: 河南工业大学, 2022.
- [29] AARTHY M, SARAVANAN P, GOWTHAMAN M K, et al. Enzymatic transesterification for production of biodiesel using yeast lipases: An overview[J]. *Chem Eng Res Des*, 2014, 92(8): 1591–1601.
- [30] 柏晓辉, 樊燕, 周娟, 等. 一株产耐有机溶剂脂肪酶伯克霍尔德氏菌的分子鉴定及酶学性质分析[J]. *中国油脂*, 2023, 48(8): 90–95.
- [31] UĞUZ G, ATABANI A E, MOHAMMED M N, et al. Fuel stability of biodiesel from waste cooking oil: A comparative evaluation with various antioxidants using FT-IR and DSC techniques [J/OL]. *Biocatal Agric Biotechnol*, 2019, 21: 101283 [2023–11–28]. <https://doi.org/10.1016/j.bcab.2019.101283>.
- [32] 王豪缘. 桃仁油的提取及制备生物柴油的试验研究[D]. 四川雅安: 四川农业大学, 2020.
- [33] TORRES A, FUENTES B, RODRÍGUEZ K E, et al. Analysis of the content of fatty acid methyl esters in biodiesel by Fourier – transform infrared spectroscopy: Method and comparison with gas chromatography [J]. *J Am Oil Chem Soc*, 2020, 97(6): 651–661.
- [34] 吕雯. 大豆油脱臭馏出物的酶法综合利用研究[D]. 广州: 华南理工大学, 2022.
- [35] 张蓉仙, 陈秀. 热分析在生物柴油中的应用[J]. *中国粮油学报*, 2009, 24(10): 75–78.
- [36] GARCIA – PEREZ M, ADAMS T T, GOODRUM J W, et al. DSC studies to evaluate the impact of bio – oil on cold flow properties and oxidation stability of bio – diesel[J]. *Bioresour Technol*, 2010, 101(15): 6219–6224.
- [37] LIN R, ZHU Y, TAVLARIDES L. Effect of thermal decomposition on biodiesel viscosity and cold flow property [J]. *Fuel*, 2014, 117: 981–988.
- 
- (上接第109页)
- [15] 张淑杰, 姜宏伟, 康玉凡. 豌豆芽菜多糖超声辅助提取优化及抗氧化研究[J]. *食品科技*, 2019, 44(10): 217–223.
- [16] YANG W, HUANG G. Extraction, structural characterization, and physicochemical properties of polysaccharide from purple sweet potato [J]. *Chem Biol Drug Des*, 2021, 98(6): 979–985.
- [17] ZHAN G Y, GU M, WANG K, et al. Structure, chain conformation and antitumor activity of a novel polysaccharide from *Lentinus edodes* [J]. *Fitoterapia*, 2010, 81(8): 1163–1170.
- [18] LIU D, TANG W, YIN J Y, et al. Monosaccharide composition analysis of polysaccharides from natural sources: Hydrolysis condition and detection method development [J/OL]. *Food Hydrocolloid*, 2021, 116: 106641 [2023–11–29]. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.106641>.
- [19] TANG W, LIU D, YIN J Y, et al. Consecutive and progressive purification of food – derived natural polysaccharide: Based on material, extraction process and crude polysaccharide [J]. *Trends Food Sci Technol*, 2020, 99: 76–87.
- [20] BEĆ K B, GRABSKA J, HUCK C W. Biomolecular and bioanalytical applications of infrared spectroscopy: A review [J]. *Anal Chim Acta*, 2020, 1133: 150–177.
- [21] 辜明. 香菇多糖 LT1 的提取纯化及结构鉴定 [D]. 武汉: 华中科技大学, 2009.
- [22] 徐阳阳. 不同提取方法对灵芝活性成分提取率及抗氧化活性的影响 [D]. 福州: 福建农林大学, 2014.
- [23] ZHOU L, LUO S, LI J, et al. Optimization of the extraction of polysaccharides from the shells of *Camellia oleifera* and evaluation on the antioxidant potential *in vitro* and *in vivo* [J/OL]. *J Funct Foods*, 2021, 86: 104678 [2023–11–29]. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2021.104678>.
- [24] 许盈盈. 灰树花多糖的提取、分离纯化、表征及生物活性的研究 [D]. 杭州: 浙江工商大学, 2022.
- [25] 董文霞. 桦褐孔菌多糖结构、硫酸化修饰及其降血糖活性研究 [D]. 山东 曲阜: 曲阜师范大学, 2018.
- [26] 林欣颖, 谢传奇. 油茶果壳多糖的提取工艺及免疫活性研究 [J]. *生物化工*, 2022, 8(5): 24–28, 59.