

微波和超声两种技术提取大豆低聚糖的效果

刘立洋¹,金龙国²,刘章雄²,郝再彬¹,常汝镇²,邱丽娟²

(¹东北农业大学生命科学院,黑龙江 哈尔滨,150000; ²中国农业科学院作物科学研究所,国家农作物基因资源与遗传改良重大科学工程,农业部作物种质资源与生物技术重点开放实验室,北京 100081)

摘要:以大豆品种合丰 23 为材料,用高效液相色谱 (HPLC) 检测微波和超声两种技术提取的大豆低聚糖 (水苏糖、绵子糖和蔗糖) 的效果,旨在筛选和建立大豆低聚糖的最佳检测方法,为大豆低聚糖的含量检测提供依据。用水苏糖、绵子糖和蔗糖的标准品对 12 种流动相和 3 种检测温度进行比较分析,筛选出高效液相色谱 (HPLC) 的最佳检测条件 (乙腈:水 = 60:40,温度 35℃)。微波法提取大豆低聚糖,采用正交试验,选取 4 因素 3 水平按正交表 $L_9(3^4)$ 进行试验,结果表明:最佳提取条件为 70%乙醇溶液,1:10 溶解,高火,2 min。超声法提取大豆低聚糖,选取 4 因素 4 水平按正交表 $L_{16}(4^4)$ 进行试验,选出最佳条件,在此基础上选择 4 个料液比例进行单因素试验,结果表明:超声法的最佳提取条件为 75%乙醇溶液,1:10 溶解,40 KHz,60℃,超声 1.5 h。在最佳提取条件下,微波技术和超声技术提取低聚糖的总糖浓度分别为 11.48% 和 7.70%,表明微波技术比超声技术提取大豆低聚糖的效率高,效果好,且节省有机溶剂,方法简单。建立了基于微波提取的 HPLC 法对大豆低聚糖含量的高效检测方法,为开展大豆种质资源筛选和大豆育种提供了技术支持。

关键词:大豆低聚糖;超声;微波;正交试验;高效液相色谱

中图分类号: S565.1; Q532 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-9841(2008)05-0838-07

Extraction of Soybean Oligosaccharides by Microwave and Ultrasonic Technique

LIU Li-yang¹, JIN Long-guo², LIU Zhang-xiong², HAO Zai-bin¹, CHANG Ru-zhen², QIU Li-juan²

取产物的结构和理化性质,因此避免了提取物在长时间、高温条件下发生降解、褪色等变化^[13-15]。目前超声波提取已广泛应用于工业、农业、医药、卫生、国防等多个领域,尤其在提取中草药成份方面取得了较大进展。我国关于大豆低聚糖的提取报道集中在碱液提取、乙醇提取、微波提取、膜技术以及酶技术等多种方法。

以大豆品种合丰 23 为试验材料,用 HPLC 检测用微波法和超声法提取低聚糖的提取效果,旨在建立一种快速、高效提取大豆低聚糖的方法,为大豆品种检测及优质育种提供技术支持。

1 材料与与方法

1.1 材料

大豆样品合丰 23。

1.2 主要试剂

低聚糖标准品 (绵子糖、水苏糖、蔗糖), Sigma 公司购买;乙醇 (分析纯),北京化工厂购买;乙腈 (色谱纯),Fisher Scientific 公司购买。

1.3 主要仪器

超声变频清洗机 GA-3200DTS,无锡上佳生物科技有限公司;微波炉 MHR-02,青岛迈可威微波应用技术有限公司;高效液相色谱 Agilent 1100,安捷

(4^4) 正交表,设提取液浓度、提取温度、超声时间和超声频率共 4 个因素,前 3 个因素分别选择 4 个水平,后 1 个因素根据仪器条件选取 2 个水平进行,共 16 个处理 (表 1)。

表 1 超声提取正交试验设计表

Table 1 Design of orthogonal test about ultrasonic extraction

	A	B	C	D
水平 level	提取液浓度 Liquor's concentration by distill/%	超声频率 Ultrasonic frequency/Hz	超声时间 Ultrasonic time/h	超声温度 Ultrasonic temperature/℃
1	70	40	0.5	60
2	75	59	1.0	65
3	80	40	1.5	70
4	85	59	2.0	75

微波提取的正交试验选用 $L_9(3^4)$ 正交表,设提取液浓度、处理时间、微波功率、料液比共 4 个因素,每个因素选取 3 个水平,共 9 个处理 (表 2)。

超声提取的料液比试验设 1:10、1:12、1:15、1:20 共 4 个料液比例,在正交试验得到的最佳提取液浓度、提取温度、超声时间以及超声频率条件下进行了 4 次单因素试验。

1.4.3 检测方法 利用高效液相色谱进行含量检测^[16-17],试验用色谱柱为 Kamasil 进口原装氨基柱。