刘璐,范淑君,韩莹莹.超声辅助提取泡桐花粗多糖及抗氧化活性研究[J].山西农业大学学报(自然科学版),2024,44(4):93-100.
Liu L, Fan S J, Han Y Y.Study on ultrasonic-assisted extraction of crude polysaccharides from the flowers of *Paulownia fortunei* and their antioxidant activity[J].Journal of Shanxi Agricultural University(Natural Science Edition), 2024,44(4):93-100.
**doi**: 10.13842/j.cnki.issn1671-8151.202401077

# 超声辅助提取泡桐花粗多糖及抗氧化活性研究

刘璐,范淑君,韩莹莹

(西北农林科技大学 化学与药学院,陕西 杨凌 712100)

**摘　要**:[目的]泡桐花中具有丰富的活性物质,极具开发潜力。然而目前报道的泡桐花多糖提取方式耗时长、能耗高,不利于泡桐花多糖资源的利用。[方法]本研究通过超声波辅助提取的方式,提高泡桐花多糖的提取效率,为探明超声辅助提取泡桐花粗多糖最优工艺条件,以泡桐花粗多糖提取率为测定指标,通过单因素试验、Box-Behnken试验设计和响应面分析法优化提取工艺条件。[结果]料液比、提取功率、提取时间、提取温度对泡桐花粗多糖提取率的影响随各因素增大呈现先增后减的趋势;过高的料液比、高强度超声波处理、长时间提取和高温会降低泡桐花粗多糖的得率。不同因素中对泡桐花粗多糖提取率影响最大的是提取温度,提取时间对泡桐花粗多糖提取率的影响最小。随着使用超声波辅助提取泡桐花中粗多糖的最佳条件为:料液比31.8 mL•g$^{-1}$、提取时间62 min、温度74 ℃、提取功率456 W,此时粗多糖提取率为3.213%,与预测值3.241%接近。体外抗氧化活性实验表明,泡桐花粗多糖在0.1~2.5 mg•mL$^{-1}$浓度范围均表现出对2,2-联苯基-1-苦基肼基(DPPH)自由基、羟基自由基、超氧自由基的清除作用。在多糖浓度为2.5 mg•mL$^{-1}$时,对DPPH自由基、羟基自由基、超氧自由基的最大清除率为21.41%、55.41%和64.52%。[结论]超声波辅助提取泡桐花粗多糖具有可行性,泡桐花粗多糖具有一定的抗氧化活性。

**关键词**:泡桐花; 响应面法; 超声辅助提取; 粗多糖; 抗氧化活性
**中图分类号**:S811.3　　**文献标识码**:A　　**文章编号**:1671-8151(2024)04-0093-08

泡桐(*Paulownia fortunei*)广泛分布于我国华东、西南、中南等地区,生长于海拔1200 m以下的山地、丘陵、平原等地带。泡桐叶、果实和花均可入药[1]。我国泡桐花资源丰富,极具开发潜力。研究表明,泡桐花含有多种生物活性物质,包括多糖、黄酮、生物碱、酚类等[2]。多糖是一种由糖苷键连接而成的一种高分子化合物,广泛存在于植物、动物和微生物中[3]。植物多糖通常为贮藏碳水化物或植物细胞壁构成成分。种子、果实、叶子、花等均可作为植物多糖的来源[4]。研究表明植物多糖具有显著的生物活性功能,如抗病毒、抗氧化、增强免疫等功效[5]。

目前提取植物多糖的常规方法是溶剂提取法和酶解法。这2种方法提取时间长,溶剂消耗量大,并且需要多次提取达到高回收率,不利于泡桐花多糖的利用。吕婷婷等[6]通过回流水提法提取泡桐花多糖,提取率仅为2.65%。因此,有必要寻找高效率提取泡桐花多糖的方法。

超声波辅助提取法是极具潜力的生物活性物质提取方式,具有效率高、设备要求低等特点。超声波产生的空化效应能够破碎植物细胞,增强溶质向溶剂中扩散,从而提高目标物质的提取率。目前超声波辅助提取已经被广泛应用于植物中蛋白质、黄酮、多酚等生物活性成分的提取,然而未见有关于超声波辅助提取泡桐花中多糖的报道。本研究通过响应面法确定了超声波辅助提取泡桐花粗多糖的最佳工艺,并测定泡桐花粗多糖的抗氧化活性,旨在为泡桐花资源深度利用提供理论依据。

## 1　材料和方法

### 1.1　试验材料与试剂

泡桐花收集于陕西省杨凌区西北农林科技大学北校区(29°35′45" N,108°4′22" E)。三氯甲烷、

**收稿日期**:2024-01-30　　**修回日期**:2024-06-26
**基金项目**:陕西省重点研发计划项目(2021NY-023)
**作者简介**:刘璐(ORCID: 0009-0001-5192-4057),实验师,硕士,研究方向:天然产物开发与利用。E-mail:632202585@qq.com

正丁醇、石油醚、乙醇、苯酚、硫酸、硫酸亚铁、双氧水、水杨酸、Tris、盐酸、邻苯三酚、维生素C(VC)、2,2-联苯基-1-苦基肼基(DPPH)等试剂,均购自阿拉丁化学有限公司。

### 1.2 主要仪器

KQ-400DE型数控超声波清洗器,昆山市超声仪器有限公司;UV-1800紫外可见分光光度计,上海精若科学仪器有限公司;QYRE-501旋转蒸发仪,上海秋佐科学仪器有限公司。

### 1.3 试验设计

1.3.1 泡桐花提取工艺和单因素试验

泡桐花经自然干燥,粉碎后过筛。经过石油醚回流脱脂。自然干燥后使用超声波辅助提取泡桐花多糖,选择料液比、提取功率、提取时间和提取温度作为影响因素,以泡桐花多糖提取率为指标研究单一因素对粗多糖提取率的影响。默认提取条件为料液比35 mL·g$^{-1}$,提取功率450 W,提取时间90 min,提取温度65 ℃。

1.3.2 响应面优化试验

选取料液比(A)、提取功率(B)、提取时间(C)和提取温度(D)为自变量,以粗多糖得率为响应值,应用Design-Expert 12软件设计4因素3水平共29个试验(表1)。

**表1 Box-Behnken设计试验因素水平及其编码**

**Table 1** Factors and levels in the Box-Behnken design

| 水平 Level | 因素 Factor | | | |
|---|---|---|---|---|
| | A料液比/(mL·g$^{-1}$) Solid-liquid ratio | B提取功率/W Extraction power | C提取时间/min Extraction time | D提取温度/℃ Extraction temperature |
| -1 | 25 | 450 | 60 | 65 |
| 0 | 35 | 500 | 90 | 75 |
| 1 | 45 | 550 | 120 | 85 |

### 1.4 试验方法

1.4.1 泡桐花多糖的纯化

通过Sevage法[8]去除提取液中的蛋白。向50 mL粗多糖溶液加入25 mL Sevage溶液(三氯甲烷∶正丁醇=5∶1),混合震荡30 min,5000 r·min$^{-1}$离心5 min后取水相,重复萃取2次后,合并水相。旋转蒸发后加入95%乙醇。4 ℃过夜后离心获得多糖沉淀。冷冻干燥后待测。

1.4.2 泡桐花粗多糖含量和提取率的测定

采用苯酚-硫酸法,使用葡萄糖溶液配制标准曲线,线性回归方程为y=0.014 2x-0.425 6,$R^2$=0.998 5。测定泡桐花粗多糖溶液在490 nm处的吸光值,通过线性回归方程计算泡桐花粗多糖含量。得率计算公式如下:

$$\text{泡桐花粗多糖得率}=\frac{X\times V\times \text{稀释倍数}}{m\times 1000}\times 100\%$$

式中$X$为粗多糖质量浓度;$V$为溶液定容后体积;$m$为泡桐花样品质量。

1.4.3 DPPH自由基清除能力测定

参考陆杰等[9]的方法。配置0.1、0.5、1、2.5 mg·mL$^{-1}$的泡桐花粗多糖组溶液。取2 mL样品溶液与2 mL 0.2 mmol·L$^{-1}$ DPPH-乙醇溶液。摇匀,37 ℃避光反应30 min,使用酶标仪测定样品溶液在517 nm下的吸光度。以抗坏血酸(VC)作为阳性对照。DPPH清除率计算公式如下:

$$\text{DPPH清除率}=\left[A_0-(A_1-A_2)/A_0\right]\times 100\%$$

式中$A_0$为2 mL DPPH-乙醇与2 mL无水乙醇混合溶液的吸光值;$A_1$为2 mL样品与2 mL无水乙醇混合溶液的吸光值;$A_2$为2 mL样品与2 mL DPPH-乙醇混合溶液的吸光值。

1.4.4 羟基自由基清除率测定

采用邻二氮菲-$Fe^{2+}$法测定泡桐花总多糖的羟基自由基清除率。取0.5 mL不同浓度样液(0.1、0.5、1、2.5 mg·mL$^{-1}$),加入0.5 mL 10 mmol·L$^{-1}$水杨酸-乙醇溶液、0.5 mL 10 mmol·L$^{-1}$ $FeSO_4$溶液、3.5 mL蒸馏水。再加入5 mL 100 mmol·L$^{-1}$ $H_2O_2$启动反应,混匀充分反应后于510 nm处测定吸光度,计算清除率:

$$\text{羟基自由基清除率}=\left[1-(A_1-A_2)/A_0\right]\times 100\%$$

式中$A_0$为蒸馏水代替样品液作为空白对照时的吸光度;$A_1$为样品溶液的吸光度;$A_2$为用蒸馏水代替$H_2O_2$时样品溶液的吸光度。

1.4.5 超氧自由基清除率测定

参考张明珠等[10]的方法并稍作修改。取0.2 mL 0.1、0.5、1、2.5 mg·mL$^{-1}$的泡桐花粗多糖溶液加入试管中,加入0.2 mL Tris-HCl缓冲液

(pH值为8.2)。将7 mmol·L$^{-1}$的邻苯三酚溶液在25 ℃下预热后加入试管。混合液准确反应10 min后加入0.1 mL 10 mmol·L$^{-1}$ HCl终止反应。静置15 min后再320 nm处测定吸光值。超氧自由基清除率计算公式如下:

$$超氧自由基清除率=\left[1-(A_1-A_2)/A_0\right]\times 100\%$$

式中$A_0$为蒸馏水代替样品液作空白对照时的吸光度;$A_1$为样品溶液的吸光度;$A_2$为用蒸馏水代替邻苯三酚时样品溶液的吸光度。

### 1.5　统计分析

使用SPSS 21进行单因素方差分析,使用Origin 2018绘制图表,使用Design-Expert 12设计软件进行响应面分析。

## 2　结果与分析

### 2.1　不同因素对泡桐花多糖提取率的影响

2.1.1　液料比对泡桐花粗多糖提取率的影响

当提取功率450 W、提取时间90 min、提取温度65 ℃时,不同料液比对提取率影响如图1a所示。泡桐花粗多糖提取率随料液比升高呈先增后减的趋势,当料液比为35 mL·g$^{-1}$时提取率达到最大值2.86%。

2.1.2　超声功率对泡桐花粗多糖提取率的影响

图1b表明,当料液比35 mL·g$^{-1}$、提取时间90 min、提取温度65 ℃时,持续增加超声功率会导致泡桐花粗多糖得率出现先增后减的变化。当超声功率为500 W时提取率达到最大值2.85%。

2.1.3　提取时间对泡桐花粗多糖提取率的影响

当料液比35 mL·g$^{-1}$、提取功率450 W、提取温度65 ℃时,不同提取时间对提取率影响如图1c所示。泡桐花粗多糖提取率随提取时间增加呈先增后减的趋势。当提取时间为90 min时提取率达到最大值2.48%。

2.1.4　提取温度对泡桐花粗多糖提取率的影响

当料液比35 mL·g$^{-1}$,提取功率450 W,提取时间90 min时,不同提取时间对提取率影响如图1d所示。泡桐花粗多糖提取率随提取温度增加呈先增后减的趋势。当提取温度为75 ℃时提取率达到最大值2.77%。

### 2.2　响应面分析

2.2.1　方案设计

通过单因素试验结果可以确定响应面分析中各因素的合适水平范围。Box-Behnken设计试验因素及水平见表1,响应面试验结果如表2。

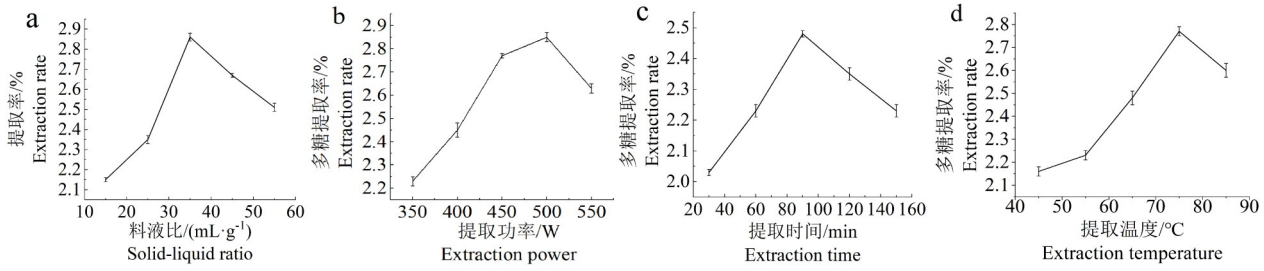


图1　不同因素对泡桐花粗多糖提取率的影响

**Fig.1**　Effects of different factors on extraction rates of crude polysaccharide from *P. fortunei* flowers

2.2.2　回归模型有效性及显著性分析

响应面试验结果如图2所示,通过design expert12软件对进行分析,最终获得回归方程Y=3.18+0.130 7A−0.000 3B−0.006 3C+0.212 7D+0.036 3AB+0.019AC−0.049 7AD−0.016 2BC+0.026 8BD−0.032 3CD−0.271 7A$^2$−0.216 3B$^2$+0.001 8C$^2$−0.300 8D$^2$。回归方程显著性检验与方差分析结果表明(表3),模型$P$值<0.000 1,表明模型有统计显著性。失拟项$P$值不显著,表明模型有效。$R^2$=0.981 3,模型能够解释98.13%的响应值变化。表明模型与实验结果拟合度较好。根据$F$值大小可以判断不同因素对泡桐花粗多糖提取率的影响大小顺序为温度>料液比>提取功率>提取时间。

2.2.3　响应面分析结果

泡桐花粗多糖提取率与不同因素的3D响应面图如图2所示。响应面图的坡度反映不同因素对响应值影响的大小。坡度越陡表明该因素对响应值影响较大,反之则越小。等高线的形状和疏密程度反应了不同因素交互作用对响应值影响的

表2 响应面试验结果

**Table 2** Results of response surface methodology

| 试验编号 Code | A料液比/(mL·g$^{-1}$) Solid-liquid ratio | B提取功率/W Extraction power | C提取时间/min Extraction time | D提取温度/℃ Extraction temperature | 提取率/% Extraction ratio |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 0 | 1 | 1 | 0 | 2.955 |
| 2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 3.209 |
| 3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 3.117 |
| 4 | −1 | 0 | 1 | 0 | 2.688 |
| 5 | 0 | −1 | 0 | −1 | 2.399 |
| 6 | 1 | −1 | 0 | 0 | 2.792 |
| 7 | 0 | 0 | 0 | 0 | 3.185 |
| 8 | 1 | 0 | −1 | 0 | 3.041 |
| 9 | 0 | 0 | −1 | 1 | 3.068 |
| 10 | 0 | 0 | 1 | 1 | 3.046 |
| 11 | 1 | 0 | 1 | 0 | 3.000 |
| 12 | 0 | −1 | 1 | 0 | 3.004 |
| 13 | −1 | 0 | 0 | −1 | 2.242 |
| 14 | 0 | −1 | 0 | 1 | 2.856 |
| 15 | 0 | 0 | 0 | 0 | 3.212 |
| 16 | 0 | 1 | 0 | 1 | 2.926 |
| 17 | −1 | 0 | 0 | 1 | 2.760 |
| 18 | 0 | 1 | 0 | −1 | 2.363 |
| 19 | 0 | 0 | 1 | −1 | 2.761 |
| 20 | −1 | 1 | 0 | 0 | 2.522 |
| 21 | 1 | 0 | 0 | −1 | 2.583 |
| 22 | −1 | 0 | −1 | 0 | 2.804 |
| 23 | 0 | −1 | −1 | 0 | 2.973 |
| 24 | 1 | 1 | 0 | 0 | 2.863 |
| 25 | 0 | 0 | −1 | −1 | 2.654 |
| 26 | −1 | −1 | 0 | 0 | 2.596 |
| 27 | 1 | 0 | 0 | 1 | 2.902 |
| 28 | 0 | 1 | −1 | 0 | 2.988 |
| 29 | 0 | 0 | 0 | 0 | 3.159 |

显著程度。等高线聚集且呈椭圆形,则表明其交互作用对响应值的影响显著,若等高线分散且呈圆形则不显著[11]。由图2可见,不同因素之间的交互作用不显著,这与方差分析结果一致。在优化范围内,改变料液比、提取温度、提取功率均可导致提取率发生变化。

2.2.4 验证试验

通过Design-Expert 12软件可得泡桐花粗多糖提取的最佳理论条件:料液比31.8 mL·g$^{-1}$、提取功率456.8 W、提取时间61.3 min、温度74.3 ℃,模型预测提取率为3.241%。考虑到可操作性,确定提取条件为:料液比31.8 mL·g$^{-1}$、提取时间62 min、温度74 ℃、提取功率456 W,试验测得泡桐花多糖提取率为3.213%。表明此模型在预测泡桐花粗多糖提取工艺时有较高的准确性。可以用于改善泡桐花超声波辅助提取多糖工艺,促进泡桐花资源利用。

### 2.3 泡桐花粗多糖抗氧化活性

2.3.1 DPPH自由基清除率

泡桐花粗多糖的DPPH自由基清除率如图3a所示。泡桐花粗多糖的DPPH自由基清除能力随浓度增加而增加。在浓度为2.5 mg·mL$^{-1}$使达到最大值21.41%。作为对照,维生素C的DPPH自由基清除率为80%左右。

2.3.2 羟基自由基清除率

泡桐花粗多糖的羟基自由基清除率如图3b所示。泡桐花粗多糖的羟基自由基清除能力随浓度增加而增加。在浓度为2.5 mg·mL$^{-1}$使达到最大值55.41%。作为对照,维生素C的羟基自由基清除率为80%左右。同时当粗多糖浓度大于1 mg·mL$^{-1}$时,增加浓度并不能大幅度提高羟基自由基清除能力。

2.3.3 超氧自由基清除率

泡桐花粗多糖的超氧自由基清除率如图3c所示。泡桐花粗多糖的超氧自由基清除能力随浓度增加而增加。在浓度为2.5 mg·mL$^{-1}$时达到最大值64.52%。作为对照,维生素C的超氧自由基清除率为80%左右。同时当粗多糖浓度大于1 mg·mL$^{-1}$时,增加浓度并不能大幅度提高超氧自由基清除能力。

## 3 讨论

### 3.1 超声波辅助提取对泡桐花粗多糖的影响

超声波提取技术目前已被广泛应用于各种生物活性成分的提取。在本研究中通过单因素试验与Box-Behnken试验设计和响应面分析法,优化得到泡桐花粗多糖最佳提取条件为料液比31.8 mL·g$^{-1}$、提取时间62 min、温度74 ℃、提取功率456 W,此时粗多糖提取率为3.213%。为利用泡桐花多糖资源提供一定理论基础。

在单因素试验中,适当增大料液比能够提升粗多糖的提取率,提取液体积增加降低了粗多糖

**表3　回归模型方差分析**

**Table 3**　Regression equation fitting and variance analysis

| 方差来源 Source of variance | 平方和 Sum of squares | 自由度 Degree of freedom | 均方 Mean square | *F*值 *F* value | *P*值 *P* value | 显著性 Significance |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 模型 | 1.864 | 14 | 0.133 | 52.814 | ＜0.000 1 | ** |
| A料液比 | 0.204 | 1 | 0.204 | 81.268 | ＜0.000 1 | ** |
| B提取功率 | 0.000 007 50 | 1 | 0.000 007 50 | 0.000 297 | 0.986 | |
| C提取时间 | 0.000 481 | 1 | 0.000 481 | 0.190 | 0.668 | |
| D提取温度 | 0.543 | 1 | 0.543 | 215.441 | ＜0.000 1 | ** |
| AB | 0.005 25 | 1 | 0.005 25 | 2.084 | 0.170 | |
| AC | 0.001 44 | 1 | 0.001 44 | 0.572 | 0.461 | |
| AD | 0.009 90 | 1 | 0.009 90 | 3.926 | 0.067 5 | |
| BC | 0.001 05 | 1 | 0.001 05 | 0.418 | 0.527 | |
| BD | 0.002 86 | 1 | 0.002 86 | 1.135 | 0.304 | |
| CD | 0.004 16 | 1 | 0.004 16 | 1.650 | 0.219 | |
| $A^2$ | 0.478 | 1 | 0.478 | 189.948 | ＜0.000 1 | ** |
| $B^2$ | 0.303 | 1 | 0.303 | 120.411 | ＜0.000 1 | ** |
| $C^2$ | 0.002 08 | 1 | 0.002 08 | 0.008 25 | 0.928 | |
| $D^2$ | 0.587 | 1 | 0.587 | 232.847 | ＜0.000 1 | ** |
| 残差 | 0.035 2 | 14 | 0.002 52 | | | |
| 失拟项 | 0.028 9 | 10 | 0.002 89 | 1.827 | 0.294 | |
| 误差 | 0.006 33 | 4 | 0.001 58 | | | |
| 总离差 | 1.899 | 28 | | | | |

注:**与$P<0.01$为极显著,*与$P<0.05$为显著,$P>0.05$为不显著

Note:** and $P<0.01$ means extremely significant difference, * and $P<0.05$ means statistically significant difference, and $P>0.05$ means no statistic difference

在体系中的浓度,提高了粗多糖在浓度梯度作用下的扩散速度[12],继续增大料液比会导致提取率降低,可能是由于杂质进入溶液。同时高料液比会增加纯化过程中能源与时间的消耗,因此需要避免使用高料液比提取多糖。增加超声功率能够提升水的循环率,增强提取过程中的传质能力,提高多糖在溶液中的溶解度[13]。但是当超声功率继续增加时,多糖溶解度达到饱和,此时继续增加超声功率并不会继续提高提取率,同时高强度的超声波引起的剧烈微环境变化可能会导致多糖分子被破坏,导致多糖提取率降低[14]。延长提取时间能够使多糖充分扩散至溶液中,但是长时间提取并不会提高多糖在溶液中的溶解度。长时间的空化效应可能会破坏多糖分子结构,使提取率降低[15]。高温使得分子运动加剧,有利于多糖从植物组织转移到溶液中。然而长时间的高温加热可能会引起氧化降解,导致提取率降低[16]。同时有研究表明增加多频超声波相比本实验采用的单频超声波可以产生更强的空化效应,能够从植物中提取更多的高价值组分[17]。Chen等[18]通过三频和双频超声波提取姜茎叶多糖后,得到抗氧化特性更强的小分子量多糖。表明超声波辅助提取技术还有继续深入挖掘的潜力。

### 3.2　泡桐花粗多糖的抗氧化活性

本研究所得泡桐花粗多糖,在0.1～2.5 mg·mL$^{-1}$浓度均表现出一定的抗氧化能力,泡桐花多糖抗氧化能力呈剂量依赖型。对DPPH自由基、羟基自由基和超氧自由基清除能力在2.5 mg·mL$^{-1}$达到最大值。自由基是人体内氧化反应的有害副产物,由于其具有较强的氧化能力,能够对细胞产生损害,加速衰老过程,甚至导致慢性疾病[19]。因此,适当补充抗氧化剂有益于身体健康。开发利用具有抗氧化活性的生物资源具有一定现实意义。目前对于多糖抗氧化活性的作用机制有如下观点:1)多糖分子能够增强抗氧化酶活性;2)多糖分子能够与自由基抢夺必需的金属离子,如$Cu^{2+}$、

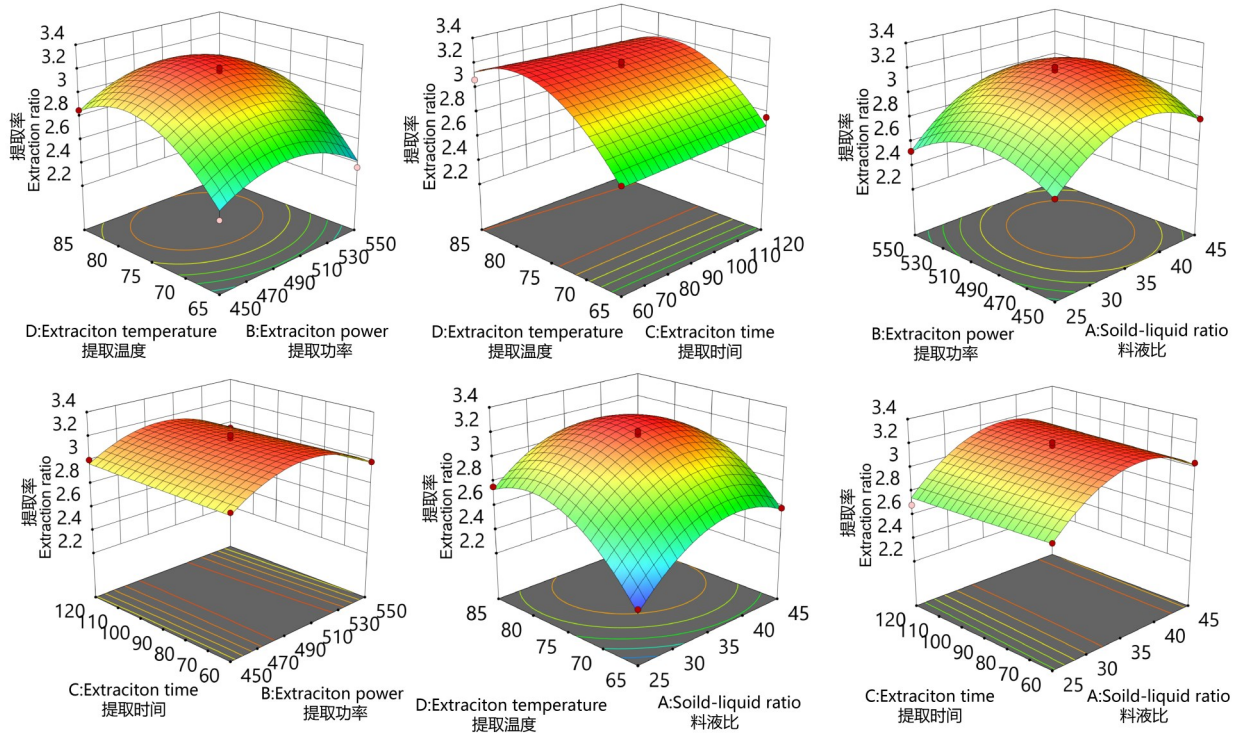


图2 提取因素交互作用响应面

**Fig.2** Response surface plots showing the mutual effects of different factors

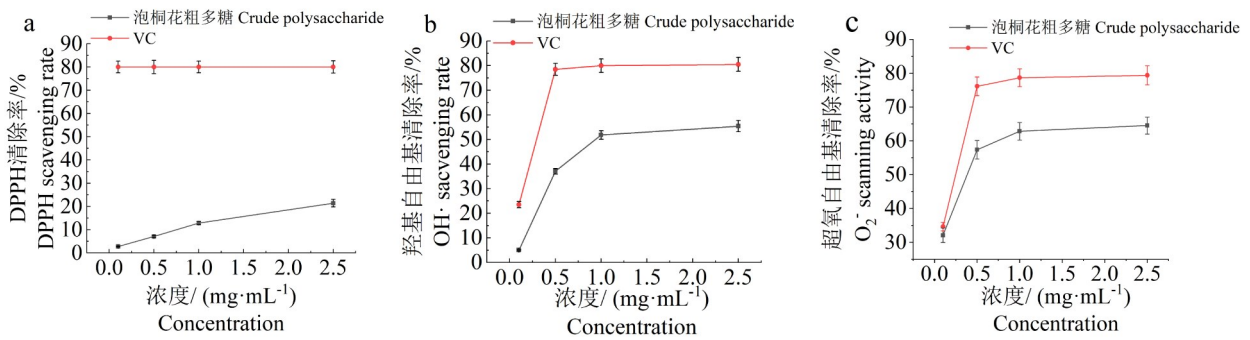


图3 泡桐花粗多糖对DPPH自由基、羟基自由基、超氧自由基的清除率

**Fig.3** The scavenging rates of crude polysaccharides extracted from *P. fortunei* flowers against DPPH radical, hydroxyl radical, and superoxide radical

$Fe^{2+}$等,减少自由基数量;3)多糖分子直接与自由基结合并清除自由基[20-21]。多糖的抗氧化活性与其分子量和分子中糖醛酸的含量相关。低分子量多糖中还原性较强的羟基能够与自由基发生反应,而高分子量多糖中分子内氢键作用较强,限制羟基的形成,导致抗氧化活性较差。糖醛酸的亲电酮或醛基使氢原子更活跃,易于从氢氧键中释放出来与自由基反应,因此高糖醛酸多糖能够表现出更强的抗氧化活性[22]。为了提高多糖的抗氧化活性,可以进行硫酸化,磷酸化和羧甲基化等化学修饰。化学基团提高了多糖表面的负电荷,导致分子链展开和分子间静电排斥,使聚合物具有高水溶性。在负电荷的多糖的螯合特性共同作用下,导致抗氧化性能得到改善[23]。研究表明不同基团的取代水平与多糖抗氧化活性呈正相关[24]。

目前,研究表明许多多糖都具有抗氧化作用,包括聚糖、果胶多糖、葡聚糖等。多糖的抗氧化作用高度依赖其溶解度、糖环结构、分子量、电荷等因素。本研究所得粗多糖是由多种不同成分组成的混合物,后续研究应对泡桐花粗多糖进一步分离纯化,研究多糖物质的具体构成并确定其结构。为泡桐花多糖资源开发利用提供科学依据。

## 4　结论

经Box-Behnken和响应面分析得到泡桐花粗多糖最佳提取条件为31.8 mL·g$^{-1}$、提取时间62 min、温度74 ℃、提取功率456 W,此时粗多糖提取率为3.213%。泡桐花粗多糖应用超声波辅助提取工艺可靠、简便、成本低。泡桐花粗多糖表现出一定的抗氧化活性,DPPH自由基、羟基自由基、超氧自由基均表现出一定的清除作用。但是泡桐花多糖的结构与性质仍需进一步研究。

### 参　考　文　献


[1]王占彬,王亚锴,赵德明,等. 毛泡桐花黄酮对小鼠脾和胸腺超微结构及免疫功能的影响[J]. 畜牧兽医学报,2013,44(6):952-959.
Wang Z B, Wang Y K, Zhao D M, et al. The effect of flavonoids from *Paulownia tomentosa* flowers on the ultrastructure and immune function of spleen and Thymus in mice[J]. Chinese Journal of Animal and Veterinary Sciences, 2013,44(6): 952-959.

[2]刘璐,付嘉阳,邓红霞. 超声波辅助提取泡桐花总黄酮工艺及抑菌活性研究[J]. 东北农业大学学报,2022,53(7):57-66.
Liu L, Fu J Y, Deng H X. Study on ultrasonic-assisted extraction process and antibacterial activity of Flos Paulowniae Fortunei total flavonoids[J]. Journal of Northeast Agricultural University,2022,53(4): 57-66.

[3]Maity M, Hasnain M S, Nayak A K, et al. Biomedical applications of polysaccharides [M]. Tailor-Made Polysaccharides in Biomedical Applications. Amsterdam: Elsevier,2020:1-34.

[4]王露懿,朱华旭. 多糖资源的开发应用现状及存在问题分析[J]. 药物生物技术,2018,25(1):90-94.
Wang L Y, Zhu H X. Development and application status of polysaccharide resources and analysis on existing problems[J]. Pharmaceutical Biotechnology,2018,25(1):90-94.

[5]Qu J L, Huang P, Zhang L, et al. Hepatoprotective effect of plant polysaccharides from natural resources: a review of the mechanisms and structure-activity relationship[J]. International Journal of Biological Macromolecules,2020,161:24-34.

[6]吕亭亭,杨志华,韩永红,等. 响应面法优化苯酚-硫酸法测定泡桐花多糖含量[J]. 化学与生物工程,2020,37(7):62-68.
Lü T T, Yang Z H, Han Y H, et al. Optimization in phenol-sulfuric acid method for determination of content of paulowniae flos polysaccharide by response surface methodology [J]. Chemistry & Bioengineering,2020,37(7):62-68.

[7]Carrillo-Lopez L M, Garcia-Galicia I A, Tirado-Gallegos J M, et al. Recent advances in the application of ultrasound in dairy products: effect on functional, physical, chemical, microbiological and sensory properties[J]. Ultrasonics Sonochemistry, 2021, 73:105467.

[8]刘玉佳,孔繁东,刘兆芳,等. 桔梗多糖Sevag法除蛋白工艺的研究[J]. 中国调味品,2014,39(4):5-7.
Liu Y J, Kong F D, Liu Z F, et al. Research on technology of deproteinization from polysaccharide of *Platycodon grandiflorum* by sevag method[J]. China Condiment, 2014, 39(4):5-7.

[9]陆杰,杨永晶,尹星星,等. 树莓多糖组分RPP-6的分离、结构表征及其体外免疫和抗氧化活性研究[J]. 西北农业学报,2024(3):477-489.
Lu J, Yang Y J, Yin X X, et al. Isolation, structural characterization, immunoregulatory and antioxidant activity of raspberry polysaccharide RPP-6 in vitro[J]. Acta Agriculturae Boreali-occidentalis Sinica,2024(3):477-489.

[10]张明珠,秦华光,穆丹,等. 茶多糖的抗氧化活性及对细胞氧化损伤的保护机制[J]. 植物学报,2022,57(4):444-456.
Zhang M Z, Qin H G, Mu D, et al. Antioxidant activity of tea polysaccharide and its protective mechanism against oxidative damage [J]. Chinese Bulletin of Botany, 2022, 57 (4): 444-456.

[11]郭丽丽,李小兰,田小丽,等. 黄芪茎叶总皂苷的响应面提取工艺优化及抗氧化活性研究[J]. 中国食品添加剂,2023,34(4):158-167.
Guo L L, Li X L, Tian X L, et al. Optimization of extraction technology of total saponins from stems and leaves of *Astragalus membranaceus* by response surface methodology and their antioxidant activity[J]. China Food Additives, 2023, 34(4):158-167.

[12]Alrugaibah M, Yagiz Y, Gu L W. Use natural deep eutectic solvents as efficient green reagents to extract procyanidins and anthocyanins from cranberry pomace and predictive modeling by RSM and artificial neural networking[J]. Separation and Purification Technology,2021,255:117720.

[13]Chen R Z, Li Y, Dong H, et al. Optimization of ultrasonic extraction process of polysaccharides from Ornithogalum Caudatum Ait and evaluation of its biological activities[J]. Ultrasonics Sonochemistry,2012,19(6):1160-1168.

[14]Zhao Q S, Kennedy J F, Wang X D, et al. Optimization of ultrasonic circulating extraction of polysaccharides from *Asparagus officinalis* using response surface methodology[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2011, 49(2):181-187.

[15]刘春阳,白金波,杨尚青,等. 枳椇子多糖的酸提取工艺优化及其理化性质与抗氧化活性研究[J]. 食品与发酵工业,2024,50(9):148-156.
Liu C Y, Bai J B, Yang S Q, et al. Optimization of acid extraction process for polysaccharide from *Hovenia dulcis* seed and analysis of its antioxidant activity [J]. Food and

Fermentation Industries,2024,50(9):148-156.
[16]朱振元,连红玉,陈婧,等. 雪莲果水溶性粗多糖提取分离工艺优化[J]. 农业工程学报,2011,27(S1):397-401.
Zhu Z Y, Lian H Y, Chen J, et al. Process optimization of extraction and separation of water-soluble crude polysaccharide in yacon [J]. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering,2011,27(S1):397-401.
[17]Song Z Y, Xiong X, Huang G L. Ultrasound-assisted extraction and characteristics of maize polysaccharides from different sites [J]. Ultrasonics Sonochemistry, 2023, 95: 106416.
[18]Chen X H, Wang Z R, Kan J Q. Polysaccharides from ginger stems and leaves: effects of dual and triple frequency ultrasound assisted extraction on structural characteristics and biological activities[J]. Food Bioscience,2021,42:101166.
[19]Lobo V, Patil A, Phatak A, et al. Free radicals, antioxidants and functional foods: impact on human health [J]. Pharmacognosy Reviews,2010,4(8):118-126.
[20]Arunachalam K, Sreeja P S, Yang X F. The antioxidant properties of mushroom polysaccharides can potentially mitigate oxidative stress, beta-cell dysfunction and insulin resistance[J]. Frontiers in Pharmacology,2022,13:874474.
[21]姚磊,王振宇,赵海田,等. 豆渣纤维改性多糖的抗氧化活性研究[J]. 东北农业大学学报,2012,43(11):16-19.
Yao L, Wang Z Y, Zhao H T, et al. Antioxidant activities of polysaccharides from soybean meal[J]. Journal of Northeast Agricultural University,2012,43(11):16-19.
[22]Wei Q, Zhang Y H. Ultrasound-assisted polysaccharide extraction from *Cercis chinensis* and properites, antioxidant activity of polysaccharide [J]. Ultrasonics Sonochemistry, 2023,96:106422.
[23]Fernandes P A R, Coimbra M A. The antioxidant activity of polysaccharides: a structure-function relationship overview[J]. Carbohydrate Polymers,2023,314:120965.
[24]Musarurwa H, Tavengwa N T. Application of carboxymethyl polysaccharides as bio-sorbents for the sequestration of heavy metals in aquatic environments[J]. Carbohydrate Polymers, 2020,237:116142.

## Study on ultrasonic-assisted extraction of crude polysaccharides from the flowers of *Paulownia fortunei* and their antioxidant activity

Liu Lu, Fan Shujun, Han Yingying

(*Scholl of Chemistry& Pharmacy, Northwest A&F University, Yangling 712100, China*)

**Abstract**: [Objective] *Paulownia fortunei* flowers are rich in active substances with significant development potential. However, current extraction methods for polysaccharides from *P. fortunei* flowers are time-consuming and energy-intensive, which limit their utilization. Our research aimed to improve the extraction efficiency of crude polysaccharide from *P. fortunei* flowers through ultrasound-assisted extraction. [Method] To investigate the optimal conditions for ultrasonic-assisted extraction of crude polysaccharide from *P. fortunei* flowers, the extraction rate was used as the measurement indicator. Single-factor experiments, Box-Behnken design, and response surface methodology were used to optimize the extraction process conditions. [Results] The results showed that the effects of solid-liquid ratio, extraction power, extraction time, extraction temperature on the extraction rate of crude polysaccharide showed a trend of first increasing and then decreasing with the increase of each factor. High solid-liquid ratio, high-intensity ultrasonic treatment, prolonged extraction time, and high temperature reduced the yield of crude polysaccharide from *P. fortunei* flowers. Among the different factors, extraction temperature had the greatest effect on the extraction rate of crude polysaccharide from *P. fortunei* flowers , while extraction time had the least effect. The optimal conditions for ultrasonic-assisted extraction of crude polysaccharide from *P. fortunei* flowers were as follows: solid-liquid ratio of 31.8 mL·g$^{-1}$, extraction time of 62 mins, extraction temperature of 74 ℃, and extraction power of 456 W. Under these conditions, the extraction rate of crude polysaccharide was 3.213%, close to the predicted value of 3.241%. *In vitro* antioxidant activity test indicated that crude polysaccharides from *P. fortunei* flowers exhibited scavenging activity against DPPH radical, hydroxyl radical, and superoxide radicals within the concentration range of 0.1~2.5 mg·mL$^{-1}$. At a polysaccharide concentration of 2.5 mg·mL$^{-1}$, the maximum scavenging rates for DPPH radicals, hydroxy radicals, and superoxide radicals were 21.41%, 55.41% and 64.52%, respectively. [Conclusion] Ultrasonic-assisted extraction of crude polysaccharides from *P. fortunei* flowers exhibit certain antioxidant activities.

**Keywords**: *P. fortunei* flowers, Response surface method, Ultrasound-assisted extraction, Crude polysaccharide, Antioxidant activity

(编辑:韩志强)