

紫苏叶多糖活性炭脱色工艺优化

Optimization on decolorizing conditions for perilla leaf polysaccharide (II) by active charcoal

张丽红¹ 谢三都² 徐芳² 林晓燕² 高宁²

ZHANG Li-hong¹ XIE San-du² XU Fang² LIN Xiao-yan² GAO Ning²

(1. 漳州职业技术学院, 福建 漳州 363000; 2. 福建师范大学闽南科技学院, 福建 泉州 362332)

(1. Zhangzhou Institute of Technology, Zhangzhou, Fujian 363000, China;

2. Fujian Normal University Minnan Science and Technology Institute, Quanzhou, Fujian 362332, China)

摘要:为建立一种利用活性炭对紫苏叶多糖提取液高效低损的脱色方法。采用活性炭脱色,并通过响应曲面法进行工艺优化。结果表明,采用活性炭用量 0.58% (m/m)、pH 6.0、温度 50℃、时间 15 min 的工艺条件处理紫苏叶多糖提取液,其脱色率达 99.99%、多糖损失率为 5.05%。该法具有脱色效率高、损失率低等特点。

关键词:紫苏;多糖;脱色;活性炭

Abstract: A high-efficiency and low-loss method was established, for decoloration of perilla leaf polysaccharide by using active charcoal. With the decoloration method of activated charcoal, the decoloration process of perilla leaf polysaccharide was optimized by using response surface methodology. The best processing conditions was determined as 0.58% activated carbon, pH 6.0, and decolorization temperature 50℃, decolorization time 15 min. Under those conditions, the decolorizing rate and the loss rate of polysaccharide reached 99.99% and 5.05%, respectively. The results suggested that the proposed method had ideal effect in decoloration of perilla leaf polysaccharide.

Keywords: perilla leaf; polysaccharide; decoloration; activated charcoal; response surface method

紫苏 [*Perilla frutescens* (L.) Britt.] 属唇形科紫苏属,是药食两用的一年生草本植物^[1-3]。其叶片中含有 9 种花色苷及顺式异构体,其中以丙二酰基紫苏宁和紫苏宁最为典型^[4-6]。在紫苏叶多糖提取过程中,水溶性的花色苷与多糖一起被提取出来,导致产品呈现黑紫色或红紫色,降低了紫苏叶多糖的纯度,不利于进一步研究。

目前,有关植物多糖脱色的方法主要有化学方法和物理方法两种。化学方法一般是通过化学物质本身所具有的强氧化性破坏色素结构而不呈现颜色达到脱色目的,如双氧

水^[7,8],但容易造成目标物质被破坏而产生严重损失。物理方法是通过吸附剂对色素颗粒的吸附作用使用其与目标物质分离而达到脱色目的,常见的吸附剂有活性炭^[9-11]和大孔树脂^[12-14]。到目前为止,未见有关紫苏叶多糖脱色的研究性报道。

本研究拟以紫苏叶多糖提取液的脱色率和多糖损失率为指标,考察活性炭类型、活性炭用量、脱色时间、脱色温度、脱色 pH 对紫苏叶多糖脱色效果的影响,并采用响应曲面法优化对各因素进行优化,提高了紫苏叶多糖的纯度。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料与试剂

紫苏:2013 年 7 月采摘自南安市码头镇野生紫苏叶片;
粉末活性炭(过 120 目标准样筛)、条形活性炭、椰壳活性炭:福建省南平元力活性炭有限公司;

D(+)-无水葡萄糖、柠檬酸、苯酚、浓 H_2SO_4 等:分析纯,国药集团化学试剂有限公司。

1.1.2 主要仪器设备

紫外可见分光光度计:UV-2802S 型,龙尼柯上海仪器有限公司;

数显恒温水浴锅:HH-8 型,江苏省金坛市荣华仪器制造有限公司;

旋转蒸发器:RE-2000A 型,上海亚荣生化仪器厂;

数显 pH 计:PHS-3C 型,上海精密科学仪器有限公司。

1.2 方法

1.2.1 紫苏叶多糖提取液制备流程

新鲜紫苏叶→预处理→浸提→过滤→活性炭处理→过滤、离心→上清液→产品

1.2.2 脱色率的计算

(1) 紫苏叶提取液吸收峰的检测:将紫苏叶多糖提取液

作者简介:张丽红(1970—),女,漳州职业技术学院副教授,硕士。

E-mail: zlhong1970@163.com

通讯作者:谢三都

收稿日期:2015-01-08

经全波段扫描,设备参数:中速扫描、波长间隔 1.0 nm、波长范围 190.0~1 100.0 nm。

全波段扫描结果显示,在波长为 330 nm 处有吸收峰,故以该波长作用检测波长。

(2) 脱色率的计算:根据式(1)计算脱色率:

$$Y_1 = \frac{OD_1 - OD_0}{OD_0} \times 100\% \tag{1}$$

式中:

Y_1 ——紫苏叶多糖提取液的脱色率,%;

OD_0 ——原样品在波长为 330 nm 处的吸光度;

OD_1 ——处理后的样品在波长为 330 nm 处的吸光度。

1.2.3 多糖损失率的计算 采用苯酚—硫酸法^[15]测定样品中多糖的含量,并按式(2)计算紫苏叶多糖损失率:

$$Y_2 = \frac{m_1 - m_0}{m_0} \times 100\% \tag{2}$$

式中:

Y_2 ——紫苏叶多糖损失率,%;

m_0 ——原样品中紫苏叶多糖含量,g;

m_1 ——处理后样品中紫苏叶多糖含量,g。

1.2.4 紫苏叶多糖提取液活性炭脱色工艺的单因素试验

(1) 活性炭类型:紫苏叶多糖提取液(pH 6.7)分别添加粉末活性炭、条形活性炭、椰壳活性炭的量均为 0.5%,在 40℃下脱色 20 min 后过滤,计算脱色率和多糖损失率。

(2) 活性炭用量:紫苏叶多糖提取液(pH 6.7)分别添加 0.25%,0.50%,0.75%,1.00%,1.25%,2.00%的活性炭在 40℃下脱色 20 min 后过滤,计算脱色率和多糖损失率。

(3) 脱色时间:紫苏叶多糖提取液(pH 6.7)添加 0.75%的活性炭在 40℃下分别脱色 5,10,15,20,25,30 min 后过滤,计算脱色率和多糖损失率。

(4) 脱色温度:紫苏叶多糖提取液(pH 6.7)添加 0.75%的活性炭分别在 30,40,50,60,70,80℃下脱色 20 min 后过滤,计算脱色率和多糖损失率。

(5) pH 值:采用磷酸缓冲液调整样品的 pH 分别为 4.5,5.0,5.5,6.0,6.7,7.0,7.5,8.0 后添加 0.75%的活性炭、在 60℃下脱色 20 min 后过滤,计算脱色率和多糖损失率。

1.2.5 响应面法优化活性炭脱色工艺 在单因素试验基础上,以脱色率(Y_1)和多糖损失率(Y_2)作为响应值,根据 BBD 中心组合设计的原理^[16,17]进行响应曲面优化,确定活性炭脱色的最优条件。

1.2.6 数据处理 采用 Design-Expert 7.1.3 数据处理软件对响应结果进行二次多项回归拟合、方差分析、显著性检测、响应面分析和工艺验证实验。

2 结果与分析

2.1 活性炭种类对脱色效果的影响

由图 1 可知,采用粉末型活性炭的脱色效果最好:脱色率高、多糖损失少。活性炭是通过对色素颗粒的物理性吸附并随活性炭的去除达到脱色目的,与条形活性炭和椰壳活性炭比较,粉末活性炭的比表面积(800~2 000 m²/g)最大,吸附能力强,具有速度快、脱色率高、成本低等优点^[18-21]。因

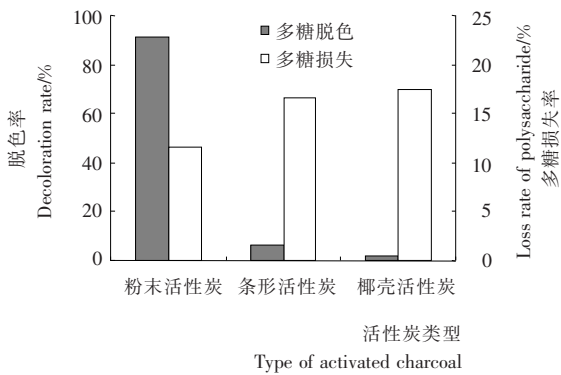


图 1 不同活性炭种类的脱色效果

Figure 1 Effect of the types of activated charcoal on the decolorization

此,本试验采用粉末型活性炭作用为脱色剂。

2.2 活性炭用量对脱色效果的影响

由图 2 可知,活性炭用量的增加,使得紫苏叶多糖提取液的脱色率逐渐增加后趋于平稳,这是因为随着活性炭用量增加,紫苏叶多糖提取液中的色素颗粒几乎被去除而使脱色率增长缓慢;而当脱色率趋于稳定时,多余的活性炭转而吸附多糖导致多糖损失明显地增大,综合脱色率和多糖损失率两个指标试验结果,活性炭用量宜选择 0.75%左右为宜。

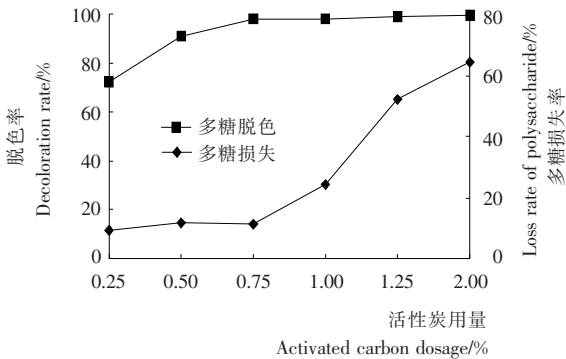


图 2 不同活性炭用量的脱色效果

Figure 2 Effect of activated carbon dosage on decolorization

2.3 脱色时间对脱色效果的影响

由图 3 可知,伴随着脱色时间的增加,紫苏叶多糖提取液脱色率呈先增加后略有下降的趋势,而多糖损失率呈先下降后上升的趋势。当活性炭用量一定时,色素颗粒与多糖分子间存在竞争性吸附关系,因此,脱色时间仅为 5 min 时,脱色率较低而多糖损失率较高;活性炭吸附属物理过程,是一种动态的吸附与解析的过程^[22],因此,随着脱色时间延长,多糖分子解析而色素颗粒进一步吸附导致脱色率继续上升而多糖损失率下降的现象;继续延长脱色时间,色素颗粒可能存在解析过程和多糖分子再吸附缘故而出现脱色率略有下降而多糖损失率上升的现象。

2.4 脱色温度对脱色效果的影响

由图 4 可知,随着脱色温度的升高,紫苏叶多糖提取液

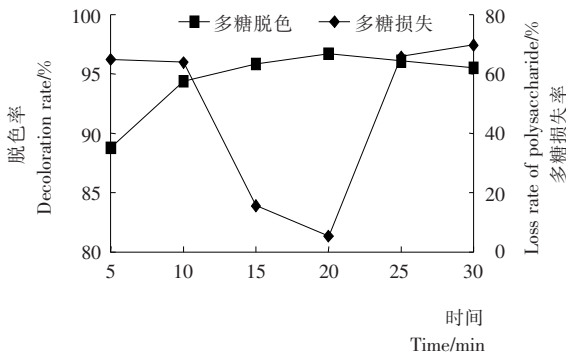


图 3 不同脱色时间的脱色效果

Figure 3 Effect of decoloring time on decolorization

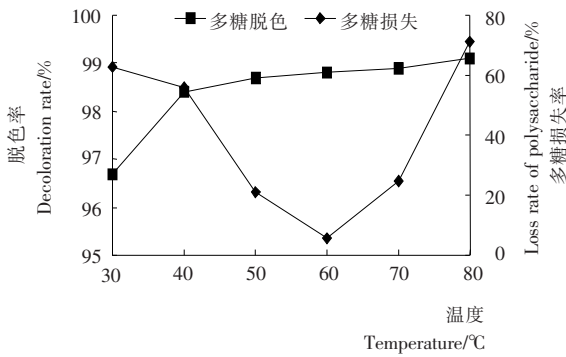


图 4 脱色温度对紫苏叶多糖脱色效果的影响

Figure 4 Effect of decoloring temperature on decolorization

脱色率逐渐增加,但持续的高温并未使脱色率显著上长反而导致多糖损失明显增加。这是由于温度升高有利于分子扩散运动及多糖分子的解析从而加强了色素颗粒与活性炭之间的吸附^[21]。在较低温度条件下,由于多糖分子解析速度加快而使紫苏叶多糖损失率逐渐下降,但升高温度可能是由于较高温度破坏了多糖结构导致损失率的增加。综合脱色效果,本试验宜采用 60 ℃左右的脱色温度。

2.5 pH 值对脱色效果的影响

由图 5 可知,随着 pH 的上升,紫苏叶多糖提取液脱色率总体呈下降趋势,多糖损失率呈先下降后上升的趋势。这是因为一般情况下,活性炭在酸性条件下比在碱性条件下的

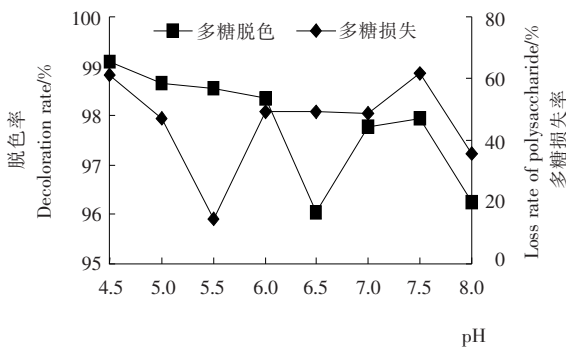


图 5 不同 pH 值的脱色效果

Figure 5 Effect of pH on decolorization

吸附能力强,而多糖在碱性条件下比在酸性条件下稳定。因此,选择 pH 5.5 时脱色效果较好。

2.6 响应面试验结果分析

2.6.1 响应面的试验设计及结果 根据单因素试验结果设计响应曲面法的因素水平编码表,见表 1。

表 1 响应面因素水平编码表

Table 1 Factors and levels of response surface experiments

水平	X ₁ 活性炭用量/%	X ₂ 时间/min	X ₃ 温度/℃	X ₄ pH
−1	0.50	15	50	5.0
0	0.75	20	60	5.5
1	1.00	25	70	6.0

根据 Box-Benhknen 设计方案进行响应面试验,所得结果见表 2。

表 2 响应面分析试验设计及结果

Table 2 Design and results of response surface experiments

序号	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	Y ₁	Y ₂
1	−1	−1	0	0	83.0	21.6
2	1	−1	0	0	88.3	29.9
3	−1	1	0	0	97.3	26.4
4	1	1	0	0	85.3	47.2
5	0	0	−1	−1	80.2	43.1
6	0	0	1	−1	95.1	38.1
7	0	0	−1	1	99.1	53.1
8	0	0	1	1	88.3	61.2
9	−1	0	0	−1	90.0	25.7
10	1	0	0	−1	90.6	37.5
11	−1	0	0	1	93.2	42.4
12	1	0	0	1	87.7	65.5
13	0	−1	−1	0	94.1	8.4
14	0	1	−1	0	97.7	32.0
15	0	−1	1	0	92.6	26.3
16	0	1	1	0	95.2	38.9
17	−1	0	−1	0	90.0	35.6
18	1	0	−1	0	93.3	50.9
19	−1	0	1	0	81.6	41.1
20	1	0	1	0	89.8	50.8
21	0	−1	0	−1	91.6	40.7
22	0	1	0	−1	99.7	21.7
23	0	−1	0	1	93.2	20.4
24	0	1	0	1	97.0	70.9
25	0	0	0	0	89.2	48.9
26	0	0	0	0	89.2	39.0
27	0	0	0	0	90.8	38.3

2.6.2 模型回归拟合 经多元回归拟合后,得到紫苏叶多糖脱色率(Y_1)和紫苏叶多糖损失率(Y_2)对活性碳用量、脱色时间、脱色温度、pH 的二次多项回归方程分别为:

$$Y_1=89.73-0.008\ 3X_1+2.45X_2-0.98X_3+0.94X_4-4.33X_1X_2+1.23X_1X_3-1.53X_1X_4-0.25X_2X_3-1.08X_2X_4-6.42X_3X_4-2.52X_1^2+3.10X_2^2+0.85X_3^2+1.93X_4^2\tag{3}$$

$$Y_2=42.07+7.42X_1+7.48X_2+2.78X_3+8.89X_4+3.13X_1X_2-1.40X_1X_3+2.83X_1X_4-2.75X_2X_3+17.38X_2X_4+3.28X_3X_4-0.43X_1^2-11.71X_2^2+0.18X_3^2+5.28X_4^2\tag{4}$$

2.6.3 模型有效性检验 为检验响应模型的有效性,采用 Design-Expert 7.1.3 软件对模型进行方差分析,所得结果见表 3、4。

表 3 回归模型方差分析及系数显著性检验[†]

Table 3 Variance analysis of the regression equation and significance test for the regression coefficients

变异来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	502.327 7	14	35.880 5	2.738 9	0.044 0	*
X ₁	0.000 8	1	0.000 8	0.000 1	0.993 8	
X ₂	72.030 0	1	72.030 0	5.498 3	0.037 1	*
X ₃	11.603 3	1	11.603 3	0.885 7	0.365 2	
X ₄	10.640 8	1	10.640 8	0.812 3	0.385 2	
X ₁ X ₂	74.822 5	1	74.822 5	5.711 5	0.034 1	*
X ₁ X ₃	6.002 5	1	6.002 5	0.458 2	0.511 3	
X ₁ X ₄	9.302 5	1	9.302 5	0.710 1	0.415 9	
X ₂ X ₃	0.250 0	1	0.250 0	0.019 1	0.892 4	
X ₂ X ₄	4.622 5	1	4.622 5	0.352 9	0.563 5	
X ₃ X ₄	165.122 5	1	165.122 5	12.604 4	0.004 0	* *
X ₁ ²	33.779 3	1	33.779 3	2.578 5	0.134 3	
X ₂ ²	51.115 6	1	51.115 6	3.901 9	0.041 7	*
X ₃ ²	3.815 6	1	3.815 6	0.291 3	0.599 3	
X ₄ ²	19.934 8	1	19.934 8	1.521 7	0.241 0	
失拟差	155.497 5	10	15.549 8	18.222 4	0.053 1	
纯误差	1.706 7	2	0.853 3			
总和	659.531 8	26				

† “* * *”表示极显著;“*”表示显著。

由表 3 可知,方程的模型显著性 $P<0.05$,显著,则模型有意义;失拟差 P 为 $0.053\ 1>0.05$,不显著,即回归模型与实际的试验数值无明显的差异。该模型的校正决定系数为 $R^2_{Adj}=0.967\ 2$,说明该模型至少能解释 96.72% 响应值的变化,仅仅只有总变异大约 3.28% 无法解释;而相关系数为 $R^2=0.961\ 6$,表明该模型具有良好的拟合程度,试验误差小,该模型可用于预测脱色过程色素脱除情况。模型一次项 X_2 ($P<0.05$) 的系数显著,交互项 X_1X_2 ($P<0.05$) 的系数显著、 X_3X_4 ($P<0.01$) 的系数高度显著,二次项 X_2^2 ($P<0.05$) 的系数显著,其他项系数均不显著。平方项对响应值有影响,说明响应值与试验因素之间并不是简单的线性关系^[23]。

由表 4 可知,方程的模型显著性 $P<0.000\ 1$,极显著,则

模型有意义;失拟差 P 为 $0.593\ 5>0.05$,不显著,即回归模型与实际的实验值无明显差异。模型校正决定系数 $R^2_{Adj}=0.921\ 3$,说明该模型至少能解释 92.13% 响应值的变化,但仍然有总变异大约 7.87% 无法解释;相关系数 $R^2=0.929\ 5$,表明该模型具有良好的拟合程度,试验误差小,该模型可用于预测脱色过程中多糖损失情况。模型一次项 X_1 、 X_2 、 X_4 ($P<0.01$) 的系数高度显著;二次项 X_2^2 ($P<0.01$) 的系数高度显著;交互项 X_2X_4 ($P<0.000\ 1$) 的系数极显著,其他项系数均不显著。平方项对响应值有影响,说明响应值与试验因素之间并不是简单的线性关系。

2.6.4 响应面分析 根据响应曲面图和等高线图能直观分析各考察因素之间的交互作用及与响应值之间的关系,见图 6~11。

表 4 回归模型的方差分析及系数显著性检验[†]

Table 4 Variance analysis of the regression equation and significance test for the regression coefficients

变异来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	4 994.615 4	14	356.758 2	10.034 1	<0.000 1	***
X ₁	660.083 3	1	660.083 3	18.565 4	0.000 9	**
X ₂	672.003 3	1	672.003 3	18.900 6	0.000 9	***
X ₃	92.407 5	1	92.407 5	2.599 0	0.132 9	
X ₄	948.740 8	1	948.740 8	26.684 1	0.000 2	**
X ₁ X ₂	39.062 5	1	39.062 5	1.098 7	0.315 2	
X ₁ X ₃	7.840 0	1	7.840 0	0.220 5	0.647 1	
X ₁ X ₄	31.922 5	1	31.922 5	0.897 8	0.362 1	
X ₂ X ₃	30.250 0	1	30.250 0	0.850 8	0.374 5	
X ₂ X ₄	1 207.562 5	1	1 207.562 5	33.963 7	<0.000 1	***
X ₃ X ₄	42.902 5	1	42.902 5	1.206 7	0.293 5	
X ₁ ²	1.001 5	1	1.001 5	0.028 2	0.869 5	
X ₂ ²	731.120 4	1	731.120 4	20.563 4	0.000 7	**
X ₃ ²	0.171 2	1	0.171 2	0.004 8	0.945 8	
X ₄ ²	148.637 9	1	148.637 9	4.180 6	0.063 5	
失拟差	356.367 5	10	35.636 8	1.0140 4	0.593 5	
纯误差	70.286 7	2	35.143 3			
总合	5 421.269 6	26				

† “***”表示极显著;“*”表示显著。

由图 6(a)可知,活性炭用量和脱色时间对紫苏叶多糖提取液的脱色率的影响明显,曲线变化均较为陡峭,但从等高线图可知二者的交互作用不显著。由图 6(b)可知,活性炭用量和脱色时间对紫苏叶多糖损失率的影响明显,曲线变化较为陡峭,二者的交互作用显著,表现为等高线呈椭圆形。

由图 7(a)可知,活性炭用量对紫苏叶多糖提取液脱色率的影响明显,脱色温度的影响不明显,且二者的交互作用不显著。由图 7(b)可知,曲线变化均较为陡峭,故活性炭用量

和脱色温度对紫苏叶多糖损失率的影响明显,但二者的交互作用不显著。

由图 8(a)可知,活性炭用量和 pH 对紫苏叶多糖提取液脱色率的影响明显,但二者的交互作用不显著。由图 8(b)可知,曲线变化均较为陡峭,故活性炭用量和 pH 对紫苏叶多糖损失率的影响明显,但二者的交互作用不显著。

由图 9(a)可知,脱色时间对紫苏叶多糖提取液脱色率的影响明显,脱色温度的影响不明显;等高线图呈椭圆形,说明

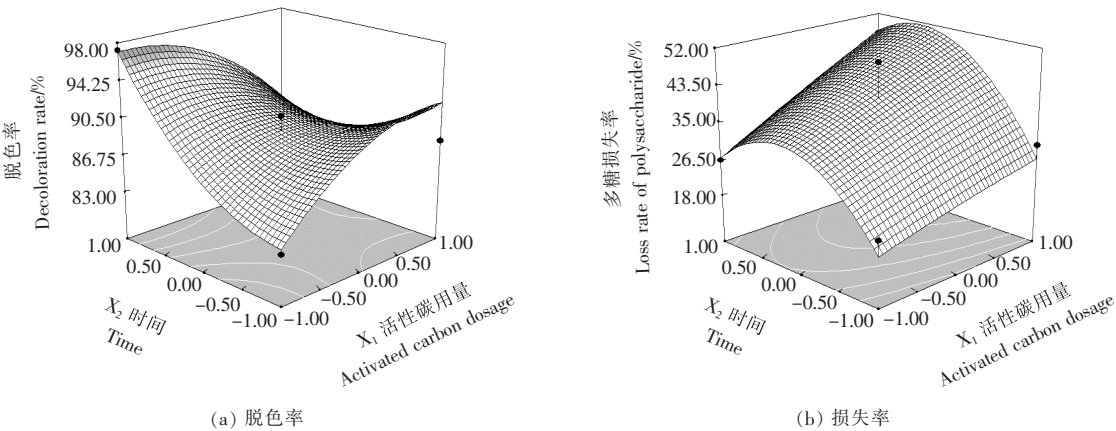


图 6 活性炭用量和脱色时间对紫苏叶多糖脱色效果的交互效应

Figure 6 There-dimensional response surface graphs showing combined effects of activated carbon dosage and decoloring time on decolorization of perilla leaf polysaccharide

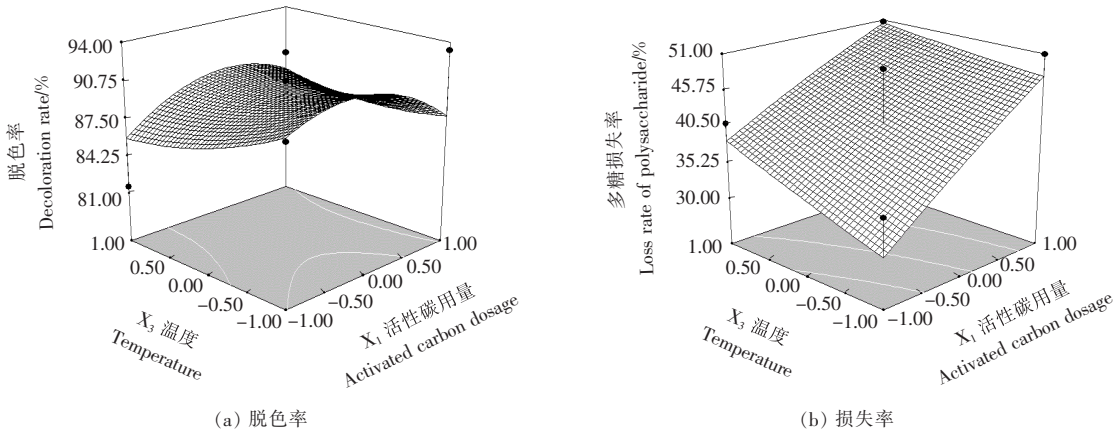


图 7 活性炭用量和脱色温度对紫苏叶多糖脱色效果的交互效应

Figure 7 There-dimensional response surface graphs showing combined effects of activated carbon dosage and decoloring temperature on decolorization of perilla leaf polysaccharide

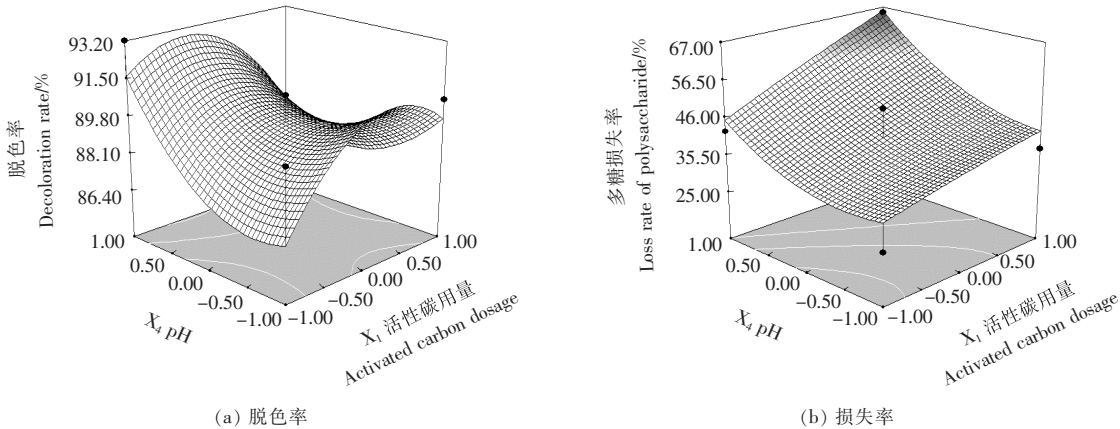


图 8 活性炭用量和 pH 对紫苏叶多糖脱色效果的交互效应

Figure 8 There-dimensional response surface graphs showing combined effects of activated carbon dosage and pH on decolorization of perilla leaf polysaccharide

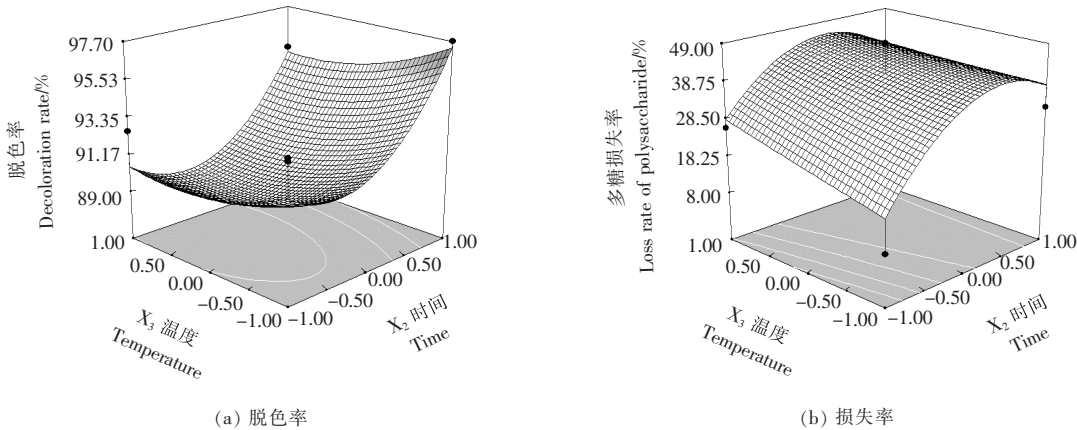


图 9 脱色时间和脱色温度对紫苏叶多糖脱色效果的交互效应

Figure 9 There-dimensional response surface graphs showing combined effects of decoloring time and decoloring temperature on decolorization of perilla leaf polysaccharide

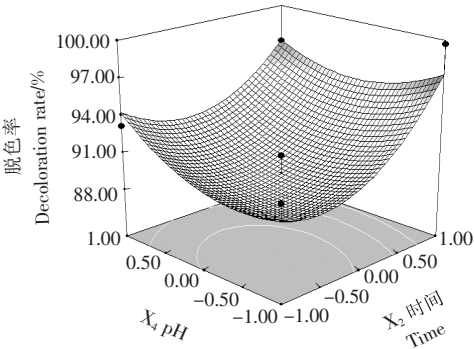
二者的交互作用显著。由图 9(b)可知,曲线变化均较为陡峭,故脱色时间和脱色温度对紫苏叶多糖损失率的影响明

显,但二者的交互作用不显著。

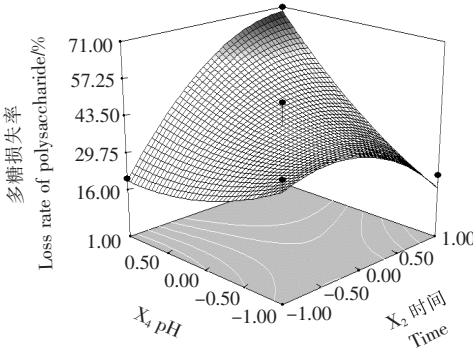
由图 10(a)可知,脱色时间和 pH 对紫苏叶多糖提取液

脱色率的影响明显;等高线图呈椭圆形,说明二者的交互作用显著。由图 10(b)可知,曲线变化均较为陡峭,故脱色时间和 pH 对紫苏叶多糖损失率的影响明显,但二者的交互作用不显著。

由图 11(a)可知,脱色温度和 pH 对紫苏叶多糖提取液脱色率的影响明显,但二者的交互作用不显著。由图 11(b)可知,曲线变化均较为陡峭,故脱色温度和 pH 对紫苏叶多糖损失率有影响,但二者的交互作用不显著。



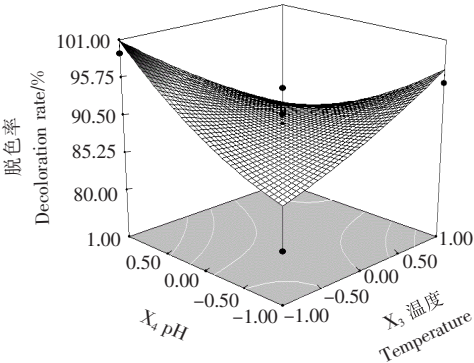
(a) 脱色率



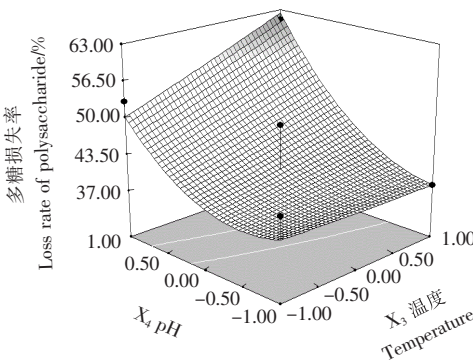
(b) 损失率

图 10 脱色时间和 pH 对紫苏叶多糖脱色效果的交互效应

Figure 10 There-dimensional response surface graphs showing combined effects of decoloring time and pH on decolorization of perilla leaf polysaccharide



(a) 脱色率



(b) 损失率

图 11 脱色温度和 pH 对紫苏叶多糖脱色效果的交互效应

Figure 11 There-dimensional response surface graphs showing combined effects of decoloring temperature and pH on decolorization of perilla leaf polysaccharide

2.6.5 工艺验证实验 采用 Design-Expert7.1.3 软件分析回归模型,得出紫苏叶多糖的最优脱色工艺参数:活性炭用量 0.58%,脱色时间 15 min,脱色温度 50 ℃,pH 6.0,紫苏叶多糖脱色率的预测值为 99.99%,紫苏叶多糖损失的预测值为 5.05%。采用上述优化的脱色工艺条件进行验证实验,所得紫苏叶多糖脱色率为 99.63%、紫苏叶多糖损失率为 5.25%,与理论预测值差别不大。

3 结论

植物色素苷在紫苏叶片中大量存在且与所提取的多糖具有相同的溶解性能,均为水溶性。提取时,大量的色素被提取出来混入多糖中,为了进一步研究紫苏叶多糖的生物活性、多糖组成及结构等,必须对其进行分离纯化。活性炭法脱色具有吸附性能强、反应条件温和、操作简便等优点,成为

植物多糖脱色处理的常用方法之一。在单因素试验基础上,响应面法优化活性炭脱色的结果表明,紫苏叶多糖提取液的最佳活性炭脱色工艺条件为:活性炭用量 0.58%,pH 6.0,温度 50 ℃,时间 15 min,紫苏叶多糖提取液脱色率达 99.99%,多糖损失率为 5.05%。与其它植物多糖脱色工艺比较,本研究具有高脱色率、低多糖损失的优点。

参考文献

1 陆洁静,任文彬. 紫苏的研究概况[J]. 农产品加工(学刊),2009 (6): 32~34.
2 李海丽,史晓蓉. 紫苏的应用现状及发展前景[J]. 农业科技与装备,2011(7): 66~67,71.

(下转第 241 页)

36

Hernández F, Portolés T, Ibáñez M, et al. Use of time-of-flight mass spectrometry for large screening of organic pollutants in surface waters and soils from a rice production area in Colombia[J]. Science of the Total Environment, 2012, 439: 249~259.

37

刘畅. 食品中兽药残留高通量筛查与检测平台的建立及膳食暴露评估研究[D]. 上海: 第二军医大学, 2013.

38

刘吉成. HPLC—MS/MS测定猪肉和猪肝中氯霉素残留量的研究[J]. 食品与机械, 2012, 28(4): 93~95.

39

何亚斌. UPLC—MS—MS法测定水产品中克百威及其代谢物[J]. 食品与机械, 2012, 28(4): 89~92.

40

任佳, 郑小平, 黄菲菲, 等. UPLC—MS/MS法测定乳制品中的氯霉素类药物[J]. 食品与机械, 2011, 27(4): 75~77.

41

严丽娟, 张洁, 潘晨松, 等. 超高效液相色谱—飞行时间质谱法高通量筛查乳制品中 20 种镇静剂[J]. 分析化学, 2013, 41(1): 31~35.

42

张晓波, 黄丽英, 陈小珍, 等. UFLC—IT—TOF—MS 分析婴幼儿配方乳粉中的 12 种雌孕激素[J]. 分析测试学报, 2013, 32(11): 1 289~1 295.

43

王美玲, 颜鸿飞, 傅善良, 等. 高效液相色谱—离子阱飞行时间质谱对保健食品中激素类成分的快速筛查和确证[J]. 色谱, 2012, 30(10): 980~985.

44

Kaufmann A, Butcher P, Maden K, et al. Quantitative multi-residue method for about 100 veterinary drugs in different meat matrices by sub 2- μ m particulate high-performance liquid chromatography coupled to time of flight mass spectrometry[J]. Journal of Chromatography A, 2008, 1 194(1): 66~79.

45

Peters R J B, Bolck Y J C, Rutgers P, et al. Multi-residue screening of veterinary drugs in egg, fish and meat using high-resolution liquid chromatography accurate mass time-of-flight mass spectrometry [J]. Journal of Chromatography A, 2009, 1 216(46): 8 206~8 216.

46

Ortelli D, Cognard E, Jan P, et al. Comprehensive fast multi-residue screening of 150 veterinary drugs in milk by ultra-performance liquid chromatography coupled to time of flight mass spectrometry[J]. Journal of Chromatography B, 2009, 877(23): 2 363~2 374.

47

Romero-González R, Aguilera-Luiz M M, Plaza-Bolaños P, et al. Food contaminant analysis at high resolution mass spectrometry: Application for the determination of veterinary drugs in milk[J]. Journal of Chromatography A, 2011, 1 218(52): 9 353~9 365.

48

郑翠梅. 高效液相色谱—四级杆—飞行时间质谱法同时测定粮食中 13 种真菌毒素[D]. 泰安: 山东农业大学, 2012.

49

Sirhan A Y, Tan G H, Wong R C S. Determination of aflatoxins in food using liquid chromatography coupled with electrospray ionization quadrupole time of flight mass spectrometry (LC—ESI—QTOF—MS/MS) [J]. Food Control, 2013, 31(1): 35~44.

50

Luo Xiao-hu, Wang Ren, Wang Li, et al. Structure elucidation and toxicity analyses of the degradation products of aflatoxin B1 by aqueous ozone [J]. Food Control, 2013, 31(2): 331~336.

(上接第 230 页)

3

张卫明, 石雪萍. 紫苏全草营养成分测定[J]. 食品研究与开发, 2009, 30(2): 132~135.

4

张志军, 张鑫, 李会珍, 等. 环境因素和添加物对紫苏花青素稳定性的影响[J]. 食品研究与开发, 2011, 32(6): 21~24.

5

胡晓丹, 孙爱东, 王彩霞, 等. 超声波辅助提取紫苏叶中花色素苷的工艺研究[J]. 食品工业科技, 2008, 29(6): 183~188.

6

胡晓丹, 张德权, 孙爱东, 等. 大孔吸附树脂纯化紫苏叶花色素苷的研究[J]. 北京林业大学学报, 2008, 30(4): 34~38.

7

谭周进, 谢达平, 李立恒, 等. 蜜环菌多糖分离纯化及性质的研究[J]. 食品与机械, 2002(4): 13~15.

8

李超, 林松毅, 周斌, 等. 废弃香菇培养基中多糖类化合物的提取与初步纯化[J]. 食品与机械, 2008, 24(6): 62~67.

9

郭巧玲, 杨学敏, 谢建华, 等. 菠萝多糖脱色工艺的研究[J]. 漳州师范学院学报(自然科学版), 2012(3): 90~93.

10

纪纯阳, 矫丽曼. 牛肝菌多糖脱色方法的研究[J]. 辽宁林业科技, 2010(4): 20~21.

11

贾淑珍, 王成忠, 于功明. 香菇多糖脱色方法的研究[J]. 食品科技, 2007(6): 113~115.

12

肖丽霞, 于洪涛, 胡晓松. 香菇多糖的树脂脱色工艺研究[J]. 食品与机械, 2011, 27(6): 241~244.

13

张华林, 王冬梅, 杨红艳, 等. 树脂吸附对巴戟天多糖脱色脱蛋白的工艺研究[J]. 现代食品科技, 2012, 28(12): 1 709~1 713.

14

陈振兴, 陈地灵, 林励, 等. 利用 D-900 树脂对巴戟天多糖脱色工艺进行优化[J]. 食品科学, 2012, 33(8): 71~75.

15

丁保金, 金丽琴, 吕建新. 多糖的生物活性研究进展[J]. 中国药理学杂志, 2004, 39(8): 561~564.

16

欧阳薇, 乐龙, 王志祥, 等. 超声波优化栀子苷提取的工艺研究[J]. 中国药物警戒, 2011, 8(3): 155~157.

17

汪仁官, 陈荣召. 实验设计与分析[M]. 北京: 中国统计出版社, 1998.

18

常瑜, 邢金龙, 白英彬, 等. 活性炭脱色性能的研究[J]. 太原工业大学学报, 1995, 26(2): 95~98.

19

David J, Sessa F J, Ellerb D E, et al. Improved methods for decolorizing corn zein[J]. Industrial Crops and Products, 2003, 18(1): 55~65.

20

Cheryan M. Method for extracting xanthophylls from corn; United States Patent, 6169217[P]. 2001—01—02.

21

陈荔红, 郑宝东. 仙草胶提取液脱色工艺的研究Ⅱ—活性炭[J]. 中国农学通报, 2009, 25(17): 36~40.

22

李瑞, 陈华, 夏秋瑜. 椰壳活性炭脱色蔗糖溶液的研究[J]. 现代食品科技, 2007, 23(12): 53~55.

23

李春英, 李晓娟, 杨磊, 等. 响应面分析法优化甘草酸和甘草黄酮联合提取工艺[J]. 黑龙江大学自然科学学报, 2009, 29(3): 390~395.