

DOI: 10.13652/j.spjx.1003.5788.2024.80316

超声辅助离子液体提取猪苓多糖的工艺优化及抗氧化性研究

祝 苗¹ 李志洲^{1,2} 刘军海^{1,2} 雷霄云^{1,2}

(1. 陕西理工大学化学与环境科学学院, 陕西 汉中 723000;

2. 陕西理工大学陕西省催化基础与应用重点实验室, 陕西 汉中 723000)

摘要: [目的] 以陕南猪苓菌为原料, 开发高效提取猪苓多糖的工艺, 并对提取物的抗氧化活性进行考察。[方法] 采用超声辅助离子液体法提取猪苓多糖, 在单因素试验的基础上进行五因素四水平的正交试验, 考察提取时间、提取温度、料液比及 1-乙基-3-甲基咪唑醋酸盐 ([EMIM]AC) 质量浓度对猪苓多糖提取率的影响。对超声辅助离子液体提取猪苓菌中的猪苓多糖的工艺进行优化。同时通过 DPPH 自由基清除和羟自由基清除探究猪苓多糖的抗氧化能力。[结果] 超声辅助离子液体提取猪苓多糖的最佳工艺条件为超声时间 60 min, 提取温度 70 °C, 料液比 1:25 (g/mL), [EMIM]AC 质量浓度 3 g/L, 在此条件下猪苓多糖提取率为 8.74%。猪苓多糖对 DPPH 自由基、羟自由基均具有良好的清除作用, 并呈剂量依赖性。[结论] 超声辅助离子液体能有效提高猪苓多糖提取率, 且提取物具有较强的抗氧化活性。

关键词: 离子液体; 超声波; 猪苓; 多糖; 抗氧化活性

Study on the optimization of the process of extracting *Polyporus umbellatus* polysaccharides by ultrasonic-assisted ionic liquid and its antioxidant activity

ZHU Miao¹ LI Zhizhou^{1,2} LIU Junhai^{1,2} LEI Xiaoyun^{1,2}

(1. Shaanxi University of Technology, College of Chemistry and Environmental Sciences, Hanzhong, Shaanxi 723000, China; 2. Shaanxi Institute of Technology Shaanxi Province Catalytic Basic and Application Key Laboratory, Hanzhong, Shaanxi 723000, China)

Abstract: [Objective] This study aimed to develop an efficient extraction process for polysaccharides from southern Shaanxi *Polyporus umbellatus* using ultrasonic-assisted ionic liquid extraction and evaluate the antioxidant activity of the extract. [Methods] Use the ultrasonic auxiliary ionic liquid method to extract poronalt polysaccharides, and conduct five-level orthogonal experiments on the basis of single-factor testing. Examine the effects of extracting time, extraction temperature, material liquid ratio and 1-ethyl-3-methylimidazole acetate quality concentration of the extraction rate of pomollagium polysaccharides. Optimize the process of extracting the poriaon polysaccharide in the liquid liquid of the ultrasonic auxiliary ion liquid. Additionally, the DPPH free radicals clearance and OH free radicals to remove the antioxidant capacity of poronaldium polysaccharides. [Results] Optimal extraction conditions were achieved with a 60 min ultrasonic time, extraction temperature of 70 °C, a solid-to-liquid ratio of 1:25 (g/mL), and a [EMIM]AC was 3 g/L. Under this condition, the extraction rate of polymal polysaccharides is 8.74%. The extracted polysaccharides showed significant antioxidant activity, effectively scavenging DPPH and OH free radicals. [Conclusion] The Ultrasonic-Assisted Ionic Liquid extraction process is efficient and feasible for extracting *P. umbellatus* polysaccharides, yielding a high extraction rate and strong antioxidant activity. This method enhances the potential application of *P. umbellatus* polysaccharides as natural antioxidants.

Keywords: ion liquid; ultrasonic; *Polyporus umbellatus*; polysaccharide; antioxidant activity

基金项目: 陕西省教育厅项目 (编号: 23JK0361)

通信作者: 李志洲 (1969—), 男, 陕西理工大学教授, 硕士。E-mail: 729838161@qq.com

收稿日期: 2024-04-07 改回日期: 2024-09-12

猪苓(*Polyporus umbellatus*)为多孔菌科、多孔菌属多年生真菌,在中国分布广泛,其中以陕西的产量最大、品质最佳^[1]。猪苓菌中富含多种活性成分,包括大分子的多糖类化合物以及小分子的甾体化合物、萜醌类、三萜类和酚酸类化合物。其中,甾体化合物和猪苓多糖被认为是主要的药效成分^[2],具有利尿、抗恶性肿瘤及增强机体免疫力等多种功效^[3-5]。

目前,提取猪苓多糖的方法主要包括热水浸提法^[6]、微波辅助热水提取法^[7]和超声辅助热水提取法^[8]等。与传统提取方法相比,超声波辅助提取法具有提取效率高、在不破坏化合物结构的同时还能提高其生物学活性的特点^[9]。离子液体作为近年来兴起的一种新型的提取分离溶剂,因其本身蒸气压低、不易挥发、熔点低、常温下呈液态、化学及热稳定性好、溶解性广泛,且具有良好的导电和导热性等特性,使其在天然产物萃取分离领域具有独特优势^[10-11],近年来离子液体被广泛应用于萃取^[12]、催化^[13]、电池研发^[14]、修饰改性^[15]、材料研发^[16]等领域。目前,利用离子液体从天然资源中提取活性成分的研究备受关注,但尚未有以超声波协同离子液体的方法来提取猪苓多糖及考察所提取猪苓多糖抗氧化活性的相关报道。研究拟利用超声波和离子液体的特性来对猪苓多糖进行提取,通过单因素试验和正交试验对超声波协同离子液体提取猪苓多糖的工艺条件进行优化,并对猪苓多糖的抗氧化活性进行分析与研究,旨在为离子液体在猪苓多糖的开发与应用提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料与试剂

猪苓:陕西省汉中市留坝区猪苓种植基地;

1-乙基-3-甲基咪唑醋酸盐([EMIM]AC)、1-乙基-3-甲基咪唑硝酸盐([EMIM]NO₃)、1-乙基-3-甲基咪唑溴化盐([EMIM]Br):广州瑞狮生物科技有限公司;

抗坏血酸、1,1-二苯基-2-三硝基苯肼:上海麦克林生化科技有限公司;

2,2-联氮-二(3-乙基-苯并噻唑-6-磺酸)二铵盐:福州飞净科技股份有限公司;

其余试剂均为分析纯。

1.1.2 主要仪器与设备

分析天平:BSA124S型,赛多利斯科学仪器有限公司;
超声波清洗机:GW1030型,深圳市冠博科技有限公司;

冷冻干燥机:Xinyi-10N型,宁波新艺超声设备有限公司。

1.2 方法

1.2.1 猪苓多糖提取工艺流程

猪苓菌→50℃下烘干至恒重→粉碎→过40目筛→加

离子液体超声提取→离心(5 000 r/min,10 min)→上清液蒸发浓缩(70℃)→冷冻干燥(14 h)→猪苓多糖粗品→纯化→冷冻干燥(14 h)→精制猪苓多糖

1.2.2 多糖质量浓度测定 采用苯酚—硫酸法^[17-18],取2.0 mL不同浓度的葡萄糖溶液,向待测液中加入1 mL 5%苯酚和5 mL浓硫酸,充分摇匀后静置。将混合液置于90℃的沸水浴中加热15 min,然后冷却至室温。最后,测定待测试液在490 nm处的吸光值。绘制标准曲线时,以葡萄糖质量浓度C(g/L)为横坐标,吸光度A作为纵坐标。

回归方程为: $A=6.48743C+0.0492$ ($R^2=0.99873$)。

1.2.3 多糖提取率测定 由1.2.2得到的回归方程计算出多糖的质量浓度,根据式(1)计算多糖提取率^[19-20]。

$$P = \frac{C_1 \times D \times V_1}{W} \times 100\%, \quad (1)$$

式中:

P——猪苓多糖提取率,%;

C₁——待测溶液中猪苓多糖的质量浓度,mg/mL;

D——待测溶液的稀释因子;

V₁——总体积,mL;

W——反应容器中所投加的原料质量,g。

1.2.4 离子液体的筛选 分别采用质量浓度为1 g/L的[EMIM]AC溶液、[EMIM]NO₃溶液以及[EMIM]Br溶液作为萃取剂对猪苓多糖进行提取。试验在原料与溶剂的比例为1:20(g/mL)、提取温度为70℃、提取时间为60 min的条件下进行。反应完成后将提取液在5 000 r/min下离心10 min,取上清液于旋转蒸发仪中浓缩,然后取1 mL浓缩液稀释至一定倍数,同时以去离子水为空白对照测定吸光度,根据式(1)计算出猪苓多糖提取率,比较3种离子液体对猪苓多糖提取率的影响,根据猪苓多糖提取率来筛选出最有利于猪苓多糖提取的离子液体。

1.2.5 单因素试验

(1) 提取时间:在料液比为1:25(g/mL)、提取温度为70℃、[EMIM]AC质量浓度为2 g/L的条件下,考察提取时间(40,50,60,70,80,90 min)对猪苓多糖提取率的影响。

(2) 提取温度:在料液比为1:25(g/mL)、提取时间为60 min、[EMIM]AC质量浓度为2 g/L的条件下,考察提取温度(50,60,70,80,90,100℃)对猪苓多糖提取率的影响。

(3) 料液比:在提取温度为70℃、提取时间为60 min、[EMIM]AC质量浓度为2 g/L的条件下,考察料液比[1:10,1:15,1:20,1:25,1:30,1:35(g/mL)]对猪苓多糖提取效果的影响。

(4) [EMIM]AC质量浓度:在料液比1:25(g/mL),提取时间60 min,提取温度70℃的条件下,考察[EMIM]AC质量浓度(1,2,3,4,5,6 g/L)对猪苓多糖提取率的影响。

1.2.6 DPPH 自由基清除试验 根据文献[21],修改如下:精确将猪苓多糖和抗坏血酸分别配制成 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.8, 1.2, 1.6, 2.0, 2.4, 2.8, 3.2, 3.6, 4.0, 4.4, 4.8 mg/mL 系列的溶液。取各个浓度溶液 2 mL,再各加入 0.2 mmol/L 的 DPPH 乙醇溶液 2 mL,混匀后在避光的条件下反应 30 min,反应完成后于 517 nm 处测定反应溶液的吸光度;取 2 mL 的去离子水代替 DPPH 乙醇溶液,加入 2 mL 的猪苓多糖溶液中,测定反应溶液吸光度。取 2 mL 的去离子水代替猪苓多糖溶液,加入 2 mL 的 DPPH 溶液,将所测定的溶液作为阴性对照,测定其吸光度。按式(2)计算 DPPH 自由基清除率。

$$R = \left(1 - \frac{A_1 - A_2}{A_0}\right) \times 100\%, \quad (2)$$

式中:

R ——自由基清除率, %;

A_0 ——空白对照吸光度;

A_1 ——样品组吸光度;

A_2 ——样品对照组吸光度。

1.2.7 羟自由基清除试验 根据文献[22],修改如下:准确将猪苓多糖和抗坏血酸分别稀释配成 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.8, 1.2, 1.6, 2.0, 2.4, 2.8, 3.2, 3.6, 4.0, 4.4, 4.8 mg/mL 系列的溶液。将 6 mmol/L 的硫酸亚铁(FeSO_4)溶液和 6 mmol/L 的 30% 过氧化氢(H_2O_2)溶液各加入 1 mL 于反应器中,随后进行超声混合,确保混合均匀后,再向反应体系中添加 1 mL 的 6 mmol/L 水杨酸溶液。接着将反应液置于 37 °C 恒温水浴中保温反应 1 h,并在 510 nm 波长处测定吸光度。在相同试验条件下,以去离子水替代水杨酸以测定其吸光度。此外,以去离子水替代猪苓多糖溶液进行吸光度的测定。按式(2)计算羟自由基清除率。

1.2.8 数据处理 数据分析及绘图采用 Origin 2021, 正交试验设计及分析采用 SPSS Statistics V20。

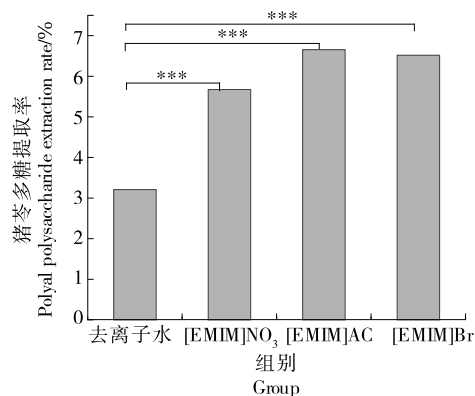
2 结果与分析

2.1 离子液体筛选

由图 1 可知,以 [EMIM]AC 作为提取剂的猪苓多糖提取率最高,提取率可达 6.67%, [EMIM]Br 次之, [EMIM]NO₃ 最低; [EMIM]AC 作为提取剂的提取率显著高于 [EMIM]NO₃ ($P < 0.001$) 和 [EMIM]Br ($P < 0.001$),这是因为 [EMIM]AC 在破坏生物大分子间的氢键作用的同时会与猪苓多糖的氢原子形成氢键,促进了猪苓多糖的溶解。故选择 [EMIM]AC 作为后续试验提取剂。

2.2 单因素试验

2.2.1 提取时间对猪苓多糖提取率的影响 根据图 2 可知,随着提取时间的增加,猪苓多糖的提取率逐步上升。这是因为超声波处理时间的延长导致植物细胞壁的结构受损,从而提升了提取的效率。然而,在提取时间达到 60 min 后,提取率出现了降低的趋势,处理时间过长会导



***表示差异极显著 ($P < 0.001$)

图 1 不同类型咪唑离子液体对多糖提取率的影响

Figure 1 The effects of different types of imidazole ionic liquid on polysaccharides

致植物细胞内部产生的部分气泡将猪苓粉末包裹,对猪苓多糖的提取产生了一定的阻力,从而阻碍了细胞内多糖的溢出,同时因为多糖为大分子,长时间在较高的温度下易发生结构性失活,导致猪苓多糖的提取率逐渐下降。因此,比较适宜的提取时间为 60 min。

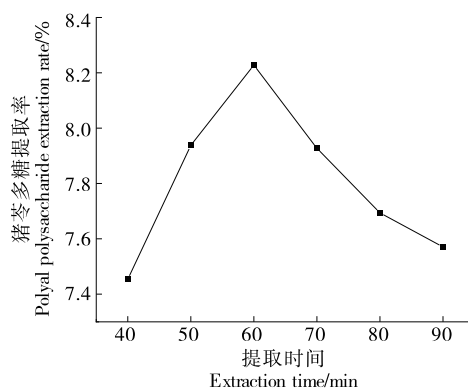


图 2 提取时间对猪苓多糖提取率的影响

Figure 2 The impact of the extraction time on *P. umbellatus* polysaccharide extraction rate

2.2.2 提取温度对猪苓多糖提取率的影响 由图 3 可以看出,随着提取温度的升高,猪苓多糖提取率先增大,在 70 °C 时达最高,超过 70 °C 后猪苓多糖提取率逐渐降低。这是因为随着温度的升高超声所产生的热效应不断增加,从而促进植物细胞内的物质不断溢出,猪苓多糖提取率也不断升高。但当温度超过 70 °C 时,在超声波的空化作用和热效应的影响下提取液产生的气泡将猪苓粉末包裹,使植物细胞壁的物质溢出孔堵塞,导致细胞内部物质溢出受到阻碍,使得猪苓多糖提取率降低。同时随着温度的上升,猪苓多糖易发生结构性失活导致多糖分解。因此,最佳的提取温度为 70 °C。

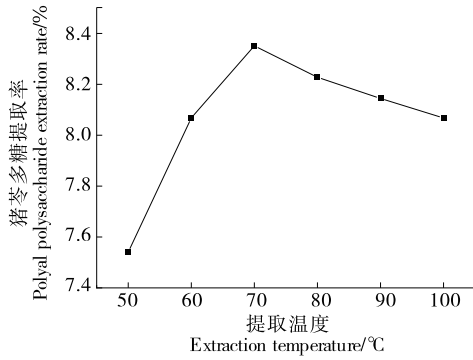


图3 提取温度对猪苓多糖提取率的影响

Figure 3 The effect of extracting temperature on *P. umbellatus* polysaccharide extraction rate

2.2.3 料液比对猪苓多糖提取率的影响 由图4可以看出,随提取剂增多,猪苓多糖的提取率先增大后减小。料液比为1:10~1:25 (g/mL)时猪苓多糖的提取率逐渐增大,这是因为在相同条件下提取猪苓多糖的过程中随着溶剂的增加,漂浮在提取剂表面的猪苓粉末逐渐减少,从而促进了猪苓多糖的溢出,猪苓多糖的提取率也随之升高。但随提取剂的不断增多,植物细胞内的其他物质也逐渐溢出,其中的不溶于水的大分子附着在植物细胞周围形成黏滞层并逐渐扩大,最终阻碍细胞内多糖的溢出,导致猪苓多糖的提取率降低。因此,最佳的料液比为1:25 (g/mL)。

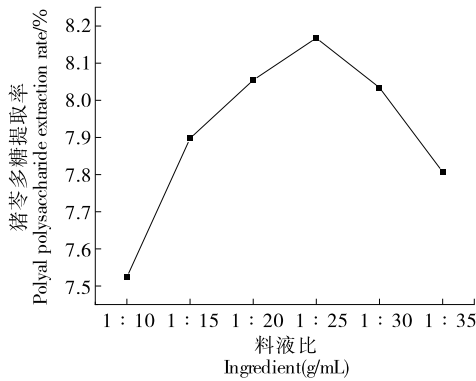


图4 料液比对猪苓多糖提取率的影响

Figure 4 The impact of the ingredient liquid comparison of *P. umbellatus* polysaccharides extraction rate

2.2.4 [EMIM]AC质量浓度对猪苓多糖提取率的影响

由图5可以看出,随着[EMIM]AC质量浓度的增加,猪苓多糖的提取率先增大后减小,在[EMIM]AC质量浓度为3.0 g/L时,猪苓多糖的提取率最高。提取过程中[EMIM]AC与猪苓多糖之间形成了氢键,促进了细胞内物质的溢出,从而提高了猪苓多糖的提取率。但由于离子液体浓度的不断增大,植物细胞内其他物质的溢出速度

也随之提高,猪苓细胞内有效活性成分的溢出速度就相对减小,从而导致猪苓多糖的提取率也逐渐减小。因此,最佳的[EMIM]AC质量浓度为3.0 g/L。

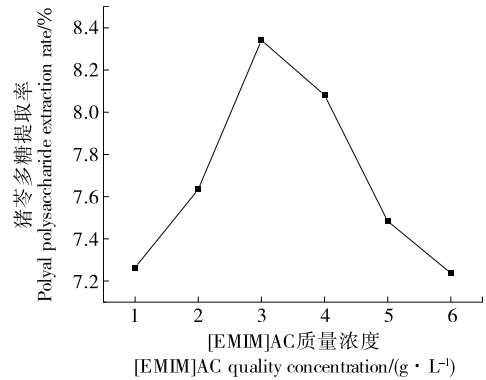


图5 [EMIM]AC质量浓度对猪苓多糖提取率的影响

Figure 5 The effect of [EMIM] AC content on the extraction rate of *P. umbellatus* polysaccharides

2.3 正交试验

2.3.1 正交试验结果及分析 在单因素试验基础上,设计五因素四水平的 $L_{16}(4^5)$ 正交试验,试验因素水平设计见表1。由表2可知,在4个因素中猪苓多糖提取率的因素排序为[EMIM]AC质量浓度>超声时间>料液比>超声温度,最佳提取工艺条件为超声时间60 min、[EMIM]AC质量浓度3 g/L、料液比1:25 (g/mL)、超声温度70℃。

根据表3数据显示,[EMIM]AC质量浓度对提取率有明显作用,因此在提取过程中应该严格管理。提取温度、料液比、提取时间对提取率影响不显著,可根据具体情况进行适度调整。

表1 正交试验因素水平表

Table 1 Factors and levels of orthogonal test

水平	A 超声时间/min	B [EMIM]AC质量浓度/(g·L ⁻¹)	C 料液比 (g/mL)	D 超声温度/°C
1	50	2	1:15	60
2	60	3	1:20	70
3	70	4	1:25	80
4	80	5	1:30	90

2.3.2 验证实验 对最佳工艺条件进行验证实验,结果表明在最佳工艺条件下猪苓多糖的提取率为8.74%。以去离子水为溶剂做空白对照试验,同等条件下猪苓多糖的提取率为3.08%。以离子液体水溶液作为提取剂的提取率比以去离子水作为提取剂的增加约3倍,说明采用离子液体作为萃取剂可以提高猪苓多糖的提取率。

2.4 猪苓粗多糖体外抗氧化活性分析

2.4.1 DPPH 自由基清除能力 图6显示,当样品质量浓

表2 正交试验结果及极差分析

Table 2 Orthogonal test results and extremum difference analysis

试验号	A	B	C	D	E(空白)	提取率/%
1	1	1	1	1	1	7.32
2	1	2	2	2	2	8.11
3	1	3	3	3	3	8.19
4	1	4	4	4	4	7.04
5	2	1	2	3	4	8.13
6	2	2	1	4	3	8.29
7	2	3	4	1	2	8.32
8	2	4	3	2	1	7.87
9	3	1	3	4	2	8.04
10	3	2	4	3	1	8.26
11	3	3	1	2	4	8.20
12	3	4	2	1	3	7.47
13	4	1	4	2	3	8.09
14	4	2	3	1	4	8.27
15	4	3	2	4	1	7.89
16	4	4	1	3	2	7.25
k_1	7.665	7.895	7.765	7.845	7.835	
k_2	8.152	8.232	7.900	8.067	7.930	
k_3	7.992	8.150	8.092	7.957	8.010	
k_4	7.875	7.407	7.927	7.815	7.910	
R	0.487	0.825	0.327	0.252	0.175	

表3 正交试验方差分析

Table 3 Analysis of orthogonal testing squares

项目	偏差平方和	自由度	F比	F临界值	显著性
A	0.505	3	8.145	9.280	
B	1.655	3	26.694	9.280	显著
C	0.217	3	3.500	9.280	
D	0.159	3	2.565	9.280	
误差	0.060	3			

度为0.1 mg/mL时,猪苓多糖对DPPH自由基的消除效果略高于抗坏血酸,其清除率分别为14.0%,12.7%,随着猪苓多糖浓度增大,猪苓多糖对DPPH自由基的清除率随其质量浓度增大而提高。当达到4.0 mg/mL时,清除率增长不明显,此时猪苓多糖对DPPH自由基的清除效果高达96.63%,而抗坏血酸为4.0 mg/mL时对DPPH自由基的清除率为94.73%,猪苓多糖在该质量浓度下对DPPH自由基的清除能力略大于抗坏血酸,说明猪苓多糖对DPPH自由基具有较好的清除能力。郑伊琦等^[23]研究表明,超声

波辅助提取的猪苓多糖对DPPH自由基具有显著的清除能力,在质量浓度为0~1.25 mg/mL时,其清除率最高可达到36.41%。刘国库^[24]研究发现,猪苓多糖分离纯化后得到PPS1、PPS2和PPS3 3个组分在质量浓度为8.0 mg/mL对DPPH自由基清除率分别为74.25%,76.68%,70.25%。而在试验中猪苓多糖在质量浓度为1.2 mg/mL时对DPPH自由基清除率达到63.83%,在猪苓多糖质量浓度为1.6 mg/mL时对DPPH自由基清除率为83.83%,高于刘国库^[24]的研究中的猪苓多糖提取物。这可能是因为在分离纯化过程中,随着分离多糖的精制,提取物中小分子糖类和其他活性物质流失,从而使其抗氧化活性低于试验中猪苓多糖提取物。

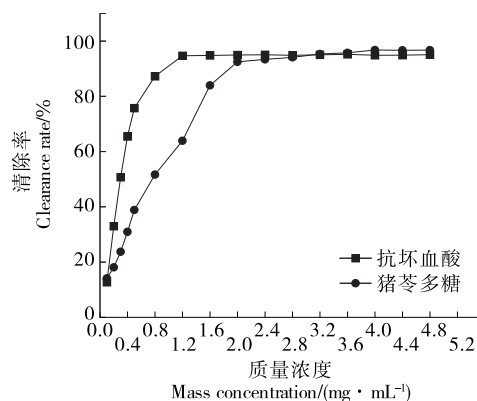


图6 猪苓多糖对DPPH自由基的清除能力

Figure 6 The ability to clear the DPPH free radicals of *P. umbellatus* polysaccharides

2.4.2 羟自由基清除能力 图7显示,样品质量浓度为0.1 mg/mL时,猪苓多糖对羟自由基的清除效果高于抗坏血酸,其清除率分别为9.4%,7.2%,在样品质量浓度达到4.0 mg/mL时,猪苓多糖对羟自由基的清除率不再显著增加,此时猪苓多糖和抗坏血酸对羟自由基的清除率分别为95.7%和94.3%,说明猪苓多糖对羟自由基具有较好的清除作用。张静宇等^[25]研究发现,当样品质量浓度为0.1~0.4 mg/mL时,对羟自由基清除能力显著增强,在此浓度范围内,样品表现出良好的剂量-效应关系。张元等^[26]通过酶法-超声提取猪苓多糖,当样品质量浓度>4.0 mg/mL时清除率略大于抗坏血酸,此时猪苓多糖对羟自由基清除率可达25%以上。而试验中在猪苓多糖质量浓度为0.5 mg/mL时羟自由基清除率为47.17%;在质量浓度为4.0 mg/mL时羟自由基清除率为95.7%,其抗氧化活性低于试验中猪苓多糖提取物,可能与猪苓的质量以及猪苓多糖的提取方法有关^[27]。试验采取超声辅助热水提取法以及加入[EMIM]AC,在提取过程中[EMIM]AC与猪苓多糖之间形成了氢键,加快了植物细胞内活性物质的溢出,提高了猪苓多糖的含量,因而抗氧化活性较强。

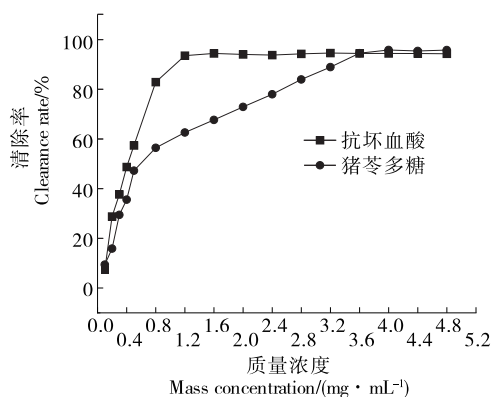


图 7 猪苓多糖对羟自由基的清除能力

Figure 7 The ability to clear the OH free radicals of *Polyporus umbellatus* polysaccharides

3 结论

1-乙基-3-甲基咪唑醋酸盐能够有效提高猪苓多糖的提取率。超声辅助离子液体提取猪苓多糖的最佳工艺参数为超声时间 60 min、超声温度 70 °C、料液比 1:25 (g/mL)、1-乙基-3-甲基咪唑醋酸盐质量浓度 3 g/L, 该条件下猪苓多糖提取率为 8.74%。猪苓多糖对 DPPH 自由基和羟自由基的清除效果显著, 质量浓度达 4.0 mg/mL 时, 96.5% 的 DPPH 自由基清除率和 95.7% 的羟自由基清除率均优于相同质量浓度的抗坏血酸, 展现出良好的抗氧化性, 后续将对复合型离子液体进行相关的影响因素以及复合型抗氧化剂功效探究。

参考文献

[1] 鲁文静, 任慧, 崔小敏, 等. 猪苓利水渗湿的药效物质、药理作用机制及临床应用研究进展[J]. 中国药房, 2023, 34(11): 1399-1403.

LU W J, REN H, CUI X M, et al. Research progress on effective components, pharmacological mechanisms and clinical use of *Polyporus umbellatus* in diuresis-promotion and dampness-clearance[J]. Chinese Pharmacy, 2023, 34(11): 1399-1403.

[2] 王天媛, 张鹏飞, 任跃英, 等. 猪苓化学成分及药理作用研究进展[J]. 上海中医药杂志, 2017, 51(4): 109-112.

WANG T Y, ZHANG F F, REN Y Y, et al. Research progress in study on chemical constituents and pharmacological effects of *Polyporus umbellatus*[J]. Shanghai Traditional Chinese Medicine Magazine, 2017, 51(4): 109-112.

[3] 赖戈娜, 贾文玉, 罗思婉, 等. 猪苓多糖的 PMP 柱前衍生化-HPLC 指纹图谱研究[J]. 中国药房, 2020, 31(7): 788-793.

LAI G N, JIA W Y, LUO S W, et al. Study on pre-column derivatization HPLC finger print of *Polyporus umbellatus*[J]. Chinese Pharmacy, 2020, 31(7): 788-793.

[4] LUO S W, HUANG X P, LI S Q, et al. Homogeneous *Polyporus polysaccharide* exerts anti-bladder cancer effects via autophagy induction[J]. Pharmaceutical Biology, 2024, 62(1): 214-221.

[5] JIA W Y, LUO S W, LAI G N, et al. Homogeneous *Polyporus polysaccharide* inhibits bladder cancer by polarizing macrophages to M1 subtype in tumor microenvironment[J]. BMC Complementary Medicine and Therapies, 2021, 21(1): 150.

[6] 霍达, 张竞男, 马微, 等. 响应面法优化内蒙古肉苁蓉多糖提取工艺[J]. 世界中医药, 2023, 18(12): 1667-1671.

HUO D, ZHANG J N, MA W, et al. Optimization of extraction process of *Cistanche deserticola polysaccharide* form Leimengguo by response surface methodology[J]. World Chinese Medicine, 2023, 18(12): 1667-1671.

[7] 王晨曦, 夏依旦·买合苏木, 房徐涵, 等. 芫菁子油脂微波提取工艺及其脂肪酸和生物活性研究[J]. 粮食与油脂, 2023, 36(10): 56-62.

WANG C X, MAHSUM X, FANG X H, et al. Study on microwave extraction technology of *Brassica rapa* L. seed oil and its fatty acids and biological activity[J]. Grain and Oil, 2023, 36(10): 56-62.

[8] 陶艳阳, 吴凯, 赵生文. 超声辅助复合酶法对冬枣多糖的影响研究[J]. 食品科技, 2023, 48(4): 208-216.

TAO Y Y, WU K, ZHAO S W. Effect of ultrasonic assisted compound enzyme method on *Zizyphus jujube* Cv. Dongzao polysaccharides[J]. Food Technology, 2023, 48(4): 208-216.

[9] 韩晓磊, 吕慧英, 梁珏钦, 等. 春生田头菇粗多糖超声辅助提取及抗氧化性测定[J]. 食品与机械, 2023, 39(9): 169-176.

HAN X L, LU H Y, LIANG Y Q, et al. Ultrasound-assisted extraction and antioxidant study of crude polysaccharide from *Agrocybe praecox*[J]. Food & Machinery, 2023, 39(9): 169-176.

[10] MAGNIM J P, PAPAICONOMOU N, BILLARD I. Polyphenol, polysaccharide and lactate extraction from pulping factory black liquor by ionic liquids[J]. Separation and Purification Technology, 2018, 196: 140-148.

[11] DONG Q Q, QIU W Q, LI L, et al. Extraction of chitin from white shrimp (*Penaeus vannamei*) shells using binary ionic liquid mixtures[J]. Journal of Industrial and Engineering Chemistry, 2023, 120: 529-541.

[12] LI D, GAO Y M, MU M Y, et al. Ionic liquid-modified UiO-66-NH₂ as sorbent of dispersive solid-phase extraction for rapid adsorption and enrichment of benzoylurea insecticides [J]. Microchimica Acta, 2023, 190(11): 446.

[13] CHEN W W, WU Y C, HE J, et al. Ionic liquids assisted construction of efficient ceramic-based catalyst by direct ink writing 3D printing for ultra-deep oxidative desulfurization of diesel[J]. Ceramics International, 2024, 50(7): 10990-11002.

[14] SETAREH S, ALIREZA H J. Ionic liquids in green energy storage devices: lithium-ion batteries, supercapacitors, and

- solar cells[J]. Monatshefte für Chemie - Chemical Monthly, 2024, 155(5): 383-399.
- [15] FAN H, GAO J, ZHANG B, et al. Effects of modified alsub2/subOsub3/sub-decorated ionic liquid on the mechanical properties and impact resistance of a polyurethane elastomer [J]. Materials, 2021, 14(16): 4 712.
- [16] DANG M, DENG Q L, FANG G Z, et al. Preparation of novel anionic polymeric ionic liquid materials and their potential application to protein adsorption[J]. Journal of Materials Chemistry B, 2017, 5(31): 6 339-6 347.
- [17] 王彦平, 娄芳慧, 陈月英, 等. 苯酚—硫酸法测定紫山药多糖含量的条件优化[J]. 食品研究与开发, 2021, 42(4): 170-174.
WANG Y P, LOU F H, CHEN Y Y, et al. Optimization of analytical conditions for the determination of polysaccharides contents in purple yam by phenol-sulfuric acid method[J]. Food Research and Development, 2021, 42(4): 170-174.
- [18] 周加林, 张涵, 岳义民, 等. 响应面法优化地黄多糖的提取工艺及抗氧化活性分析[J]. 广东药科大学学报, 2022, 38(4): 64-71.
ZHOU J L, ZHANG H, YUE Y M, et al. Optimization of extraction and antioxidant activity of crude polysaccharides from *Rehmannia glutinosa* Libosh. by response surface methodology[J]. Journal of Guangdong Pharmaceutical University, 2022, 38(4): 64-71.
- [19] 唐森, 梁冰娜, 覃逸明, 等. 响应面优化白芨水溶性多糖提取工艺的研究[J]. 山东化工, 2019, 48(22): 3-7.
TANG S, LIANG B N, QIN Y M, et al. Extraction process of polysaccharide in *Bletilla striata* optimized by response surface method[J]. Shandong Chemical, 2019, 48(22): 3-7.
- [20] 张璐. 酸枣果肉多糖的提取优化及抗氧化活性研究[J]. 中国酿造, 2015, 34(8): 92-96.
ZHANG L. Optimization of extraction technology of polysaccharide from sour jujube fruits and its antioxidant activity[J]. Chinese Brewing, 2015, 34(8): 92-96.
- [21] HUMA S, HANAN S, AMIR S, et al. Assessment of antioxidant activity of pure graphene oxide (GO) and composite V₂O₅/GO using DPPH radical and H₂O₂ scavenging assays[J]. Journal of Sol-Gel Science and Technology, 2023, 108(3): 840-849.
- [22] 张小霞, 吴巧凤, 董旭旦, 等. 猪苓多糖的提取工艺优化及抗氧化活性研究[J]. 中华中医药学刊, 2016, 34(8): 2 025-2 028.
ZHANG X X, WU Q F, DONG X D, et al. Optimizing extraction process of *Polyporus umbellatus* polysaccharide and its anti-oxidation activity[J]. Chinese Chinese Medicine Journal, 2016, 34(8): 2 025-2 028.
- [23] 郑伊琦, 张安强, 张小军, 等. 响应面优化猪苓菌核多糖超声辅助提取工艺及抗氧化活性分析[J]. 食品工业科技, 2023, 44(16): 255-263.
ZHENG Y Q, ZHANG A Q, ZHANG X J, et al. Optimization of ultrasonic-assisted extraction of polysaccharides from *Polyporus umbellatus* sclerotium by response surface methodology and antioxidant activity[J]. Food Industry Technology, 2023, 44(16): 255-263.
- [24] 刘国库. 国内主产区猪苓指纹图谱特征及菌丝体外多糖活性研究[D]. 咸阳: 西北农林科技大学, 2020: 155-157.
LIU G K. Fingerprint characteristics *Polyporus umbellatus* from main producing areas in China and exopolysaccharide activities from the mycelium[D]. Xianyang: Northwestern Agricultural and Forestry University of Science and Technology, 2020: 155-157.
- [25] 张静宇, 于京, 姜丽影, 等. 猪苓多糖口服液的制备及其抗氧化性的初步研究[J]. 云南化工, 2018, 45(8): 9-11.
ZHANG J Y, YU J, JIANG L Y, et al. Preparation of *Polyporus polysaccharide* oral liquid and preliminary study on its antioxidant activity[J]. Yunnan Chemical, 2018, 45(8): 9-11.
- [26] 张元, 冯琼, 杨晓方, 等. 酶解—超声法对猪苓多糖正交优选提取及抗氧化活性的初步实验研究[J]. 天然产物研究与开发, 2015, 27(9): 1 657-1 662, 1 570.
ZHANG Y, FENG Q, YANG X F, et al. Optimization of enzymatic coupled with ultrasonic-assisted extraction of polysaccharide from *Polyporus umbellatus* and its antioxidant activity[J]. Natural Product Research and Development, 2015, 27(9): 1 657-1 662, 1 570.
- [27] 陈凌, 陈召桂, 骆卢佳, 等. 不同方法提取马齿苋多糖的抗氧化活性比较[J]. 食品研究与开发, 2015, 36(22): 14-18.
CHEN L, CHEN Z G, LUO L J, et al. The comparison of antioxidant activity of polysaccharides extracted from purslane by different ways[J]. Food Research and Development, 2015, 36(22): 14-18.