

超声—微波协同辅助提取海藻酸钠的工艺条件

田洪芸¹, 王洪新^{*1,2}, 戴易兴¹, 秦晓娟¹

(1. 江南大学 食品学院, 江苏 无锡 214122; 2. 食品科学与技术国家重点实验室, 江南大学, 江苏 无锡 214122)

摘要: 以海带为原料, 采用体积分数 2% 的戊二醛溶液前处理剂, 超声—微波协同处理浸泡后的海带。通过正交实验确定协同处理的最佳处理条件为: 微波功率 500 W, 提取时间 60 s, 料液质量体积比 1 g : 20 mL, 提取次数 2 次。在消化反应中控制 pH、温度、时间、料液质量体积比, 得出的最佳提取条件为: pH 12、温度 50 °C、反应时间 2.5 h, 料液质量体积比 1 g : 20 mL。通过上述工艺处理, 所得褐藻酸钠的粘度为 3 670 mPa · s, 提取率为 88.6%。与传统的提取法相比, 利用协同处理破坏细胞结构再进行消化反应具有省时, 提取效率高, 产品质量好的优点。

关键词: 海带; 褐藻酸钠; 戊二醛; 提取率; 超声—微波协同萃取; 消化反应

中图分类号: TS 218 **文献标志码:** A **文章编号:** 1673—1689(2012)02—217—07

The Extraction Process of Sodium Alginate Aassisted by Ultrasound-Microwave

TIAN Hong-yun¹, WANG Hong-xin^{*1,2}, DAI Yi-xin¹, QING Xiao-juan¹

(1. School of Food Science and Technology, Jiangnan University, Wuxi 214122, China; 2. State Key Laboratory of Food Science and Technology, Jiangnan University, Wuxi 214122, China)

Abstract: With the kelp as raw material, 2% glutaraldehyde as pre-treatment agent, the optimum process parameters for the soaked kelp by Ultrasound microwave were determined in this manuscript. The optimum conditions were listed as follows: Ultrasonic power 50 W, microwave power 500 W, the processing time 60 s, liquid ratio 1 : 20, extraction times 2. The optimal extraction conditions in assimilating action were obtained: pH 12, temperature 60 °C, reaction time 2.5 h, liquid ratio 1 : 20. Under the optimum conditions, the extraction rate for sodium alginate was 88.6% and the viscosity was 3670 mPa · S.

Key words: kelp, sodium alginate, glutaraldehyde, extraction rate, ultrasound-microwave extraction, digestion reaction

海藻酸钠 (Sodium Alginate, NaAlg, 简称 AGS) 是从褐藻类的海带或马尾藻中提取的一种多糖碳水化合物, 是由 1,4-β-D-甘露糖醛酸和 α-L-古罗糖醛酸组成的一种线型聚合物, 是海藻酸衍生物

中的一种, 所以有时也称海藻酸钠、海带胶或褐藻胶^[1-4]。海藻酸钠主要以钙盐的形式存在于海带细胞壁中, 而纤维素是构成植物细胞壁的主要成分, 纤维素的存在不利于消化反应中海藻酸盐的溶出,

收稿日期: 2011-09-23

* 通信作者: 王洪新(1964—), 男, 江苏无锡人, 工学博士, 教授, 博士研究生导师, 主要从事功能性食品研究。

E-mail: cnwhx1964@163.com

所以褐藻酸钠的提取关键就在于如何破坏掉海带的细胞结构^[5],这样更有利于在消化反应中与碱溶液反应转化为可溶性的褐藻酸钠。微波提取法具有快速、节能、溶剂使用量少、污染小的特点^[6]。当超声波的频率和功率达到一定水平时,超声波物理场的作用,会使植物细胞剧烈振动,从而使细胞壁开裂或破碎^[7]。与微波辅助提取相比,超声波耗时很长。利用微波辅助提取方法处理时间大幅度减少,微波处理时间较短,可节省大量的生产时间^[8]。日本科学家 Shingo Miyake 曾在 20 世纪 50 年代提出在消化过程中加入少量氢氧化钠使 pH 值大于 12,会使产量有所提高^[9],国内外学者对消化反应进行研究时只对碱液的浓度进行了研究,很少涉及反应过程中的 pH 值作者通过控制消化反应中的 pH 值对褐藻酸钠的提取进行了研究。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

海带 采自山东荣成;无水 Na_2CO_3 、浓 HCl 、戊二醛、浓 H_2SO_4 、咪唑、无水乙醇、 NaOH 、酚酞、pH 试纸:均为国药集团化学试剂有限公司产品。

CW-2000 超声-微波协同萃取仪:上海新拓微波溶样测试技术有限公司产品;UV-2100 紫外分光光度计、101-2 型电热鼓风干燥箱:上海荣丰科学仪器有限公司产品;数显恒温水浴锅:常州市荣冠实验分析仪器厂产品;DNJ-1 型粘度计:余姚市银环流量仪表有限公司产品;BS 124S 型电子分析天平:北京赛多利斯仪器系统有限公司产品。

1.2 实验方法

1.2.1 工艺流程 原料粉碎→体积分数 2% 戊二醛溶液浸泡处理 12 h→超声-微波协同处理→消化反应→过滤→盐酸沉淀褐藻酸→过滤→ NaOH 调节 pH 值为 7→2 倍体积分数 95% 乙醇沉淀→烘干。

1.2.2 褐藻酸钠标准溶液的配制 称取 10.00 g 海带干粉放入烧杯中,加入 300 mL 体积分数 2% 戊二醛溶液,室温下浸泡一夜过滤,用蒸馏水洗涤三次。经处理的海带粉加入 300 mL 质量分数 2% Na_2CO_3 溶液,于 60 °C 水浴锅中提取 2.5 h,两层纱布过滤,滤渣用蒸馏水洗涤 3 次,滤液再过 150 目绢布,400 目绢布去小分子杂质,得 300 mL 粗海藻酸钠溶液。用滴管向粗海藻酸钠溶液中滴加盐酸,调

pH 值为 2,析出海藻酸沉淀^[10]。用蒸馏水洗涤海藻酸沉淀直至无 Cl^- 存在,然后用 2 倍体积分数 95% 乙醇脱水,30 °C 真空干燥。准确称取干燥后的海藻 0.80~1.00 g,加入 25 mL 0.02 mol/L 的 NaOH 溶液,搅拌 0.5 h,完全溶解后以酚酞为指示剂用 0.02 mol/L HCl 滴定,计算褐藻胶的实际含量。将以确定实际含量的褐藻胶配成 1 mg/mL 的标准溶液。

1.2.3 褐藻胶溶液标准曲线的绘制 取 10 mL H_2SO_4 溶液(4 体积浓 H_2SO_4 和 1 体积的水混合液)注入具塞试管中,将其放入冰浴中,吸取不同浓度的标准溶液 1 mL 注入试管中,混合均匀后放入沸水浴中水解 30 min,然后加入 0.5 mL 体积分数 0.3% 咪唑溶液,放入沸水浴中再加热 10 min,最后于室温下放置 40 min,在 550 nm 下比色^[11-13]。

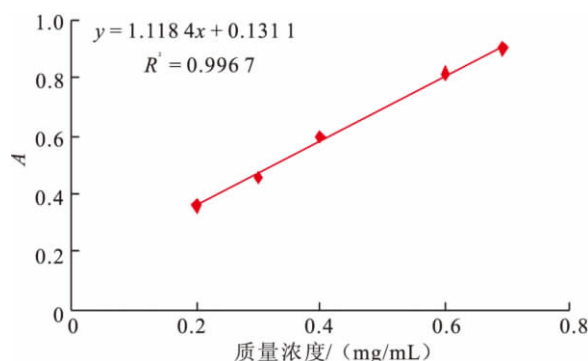


图 1 褐藻胶溶液标准工作曲线

Fig 1 The standard curve of alginate solution

1.2.4 海藻酸钠提取率的计算 海藻酸钠提取率 = $(m_1/m_2) \times 100\%$

其中 m_1 表示海藻酸钠产品的质量; m_2 表示粗海藻酸钠的质量

1.2.5 褐藻酸钠粘度的测定 采用 GB1976-80 方法进行^[14],称取海藻酸钠试样 1.00 g,加冷蒸馏水 25 mL,搅动,再加沸蒸馏水 70 mL,搅拌数分钟,冷后加蒸馏水到 100 mL,于室温放置 4 h 后,使成均匀胶液,选择相应转子置于量罐内,并将胶液缓慢倒入,达到圆锥体的表面下沿,转子完全浸入液体内,将量罐放到架上,将钩挂在驱动器上,调整零点,接通恒温装置,使保持测定温度在 $(20 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ 范围,启动开关,使标尺盘上指针保持稳定,即可读出度数,如果度数小于 10,则需换用第二个较大的转子。粘度 $X(\text{cP})$ 按下式计算:

$$X = \text{指针读数} \times \text{转子倍数} (1\text{cP} = 10^{-3}\text{Pa} \cdot \text{s})$$

1.2.6 海带褐藻酸钠的提取方法

1) 超声-微波协同处理单因素实验 以经消化反应所得褐藻酸钠的提取率为指标,考察微波功率、提取时间、提取次数、料液质量体积比各单因素对提取率的影响。用2倍体积分数95%乙醇沉淀后,60℃烘箱中烘干。按照1.2.4中褐藻酸钠的测定方法测定,计算海藻酸钠的提取率,1.2.5中粘度的测定方法测定粘度。

(1) 处理次数实验 精密称取海带干粉5.00 g,加入150 mL蒸馏水,在微波功率400 W,提取时间为90 s条件下超声-微波协同萃取,提取次数分别为1~5次,过滤,收集滤渣。按照按1.2.1工艺提取,1.2.4中褐藻酸钠的测定方法测定,计算海藻酸钠的提取率,1.2.5中粘度的测定方法测定粘度。

(2) 不同微波功率作用实验 精密称取海带干粉5.00 g,加入150 mL蒸馏水,提取时间为90 s,提取次数为1次,在200、300、400、500、600 W的微波功率下协同萃取,过滤,收集滤渣。按照按1.2.1工艺提取,1.3.1中褐藻酸钠的测定方法测定,计算海藻酸钠的提取率。按照按1.2.1工艺提取,1.2.4中褐藻酸钠的测定方法测定,计算海藻酸钠的提取率,1.2.5中粘度的测定方法测定粘度。

(3) 不同料液比实验 精密称取海带干粉5.00 g,加入150 mL蒸馏水,提取时间为90 s,提取次数为1次,微波功率400 W,在料液质量体积比为1:10、1:15、1:20、1:25、1:30(g:mL)的条件下协同萃取。过滤的滤渣。按照按1.2.1工艺提取,1.3.1中褐藻酸钠的测定方法测定,计算海藻酸钠的提取率。按照按1.2.1工艺提取,1.2.4中褐藻酸钠的测定方法测定,计算海藻酸钠的提取率,1.2.5中粘度的测定方法测定粘度。

2) 消化反应单因素实验

(1) 不同pH值对提取率的影响 精密称取海带干粉5.00 g,体积分数2%戊二醛溶液浸泡处12 h后,过滤得滤渣。滤渣在超声功率50 w,微波功率500 w、时间60 s、料液质量体积比1 g:20 mL,处理2次。过滤后滤渣中加入质量分数2%的溶液,料液质量体积比1 g:20 mL,用NaOH溶液调pH值为11、12、13、14。在50℃水浴锅中反应3 h,平行3次实验,计算褐藻酸钠的提取率。

(2) 不同反应温度对提取率的影响 精密称取海带干粉5.00 g,体积分数2%戊二醛溶液浸泡处

12 h后,过滤得滤渣。微波功率500 W、时间60 s、料液比1:20(g:mL),处理2次。过滤后滤渣中加入2%的溶液,料液比1:20(g:mL),用NaOH溶液调pH为12,在30、40、50、60℃水浴锅中反应3 h,平行3次实验,计算褐藻酸钠的提取率。

(3) 不同反应时间对提取率的影响 精密称取海带干粉5.00 g,体积分数2%戊二醛溶液浸泡处12 h后,过滤得滤渣。滤渣微波功率500 W、时间60 s、料液质量体积比1 g:20 mL,处理2次。过滤后滤渣中加入质量分数2%的溶液,料液质量体积比1 g:20 mL,用NaOH溶液调pH值为12,在在50℃水浴锅中分别反应1.5、2、2.5、3、3.5 h,平行3次实验,计算褐藻酸钠的提取率。

(4) 不同料液质量体积比对提取率的影响 精密称取海带干粉5.00 g,体积分数2%戊二醛溶液浸泡处12 h后,过滤得滤渣。滤渣在超声功率50 W,微波功率500 W、时间60 s、料液质量体积比1 g:20 mL,处理2次。过滤后滤渣中加入质量分数2%的Na₂CO₃溶液,用NaOH溶液调pH值为12,在料液质量体积比为1:10、1:15、1:20、1:25、1:30(g:mL),用NaOH溶液调pH值为12,在50℃水浴锅中反应3 h,平行3次实验,计算褐藻酸钠的提取率。

3) 正交试验

在对以上单因素分析和试验的基础上,根据已有的资料和实际情况,对影响细胞破碎效果的4个主要因素,每个因素3个水平(表1),用L₉(3⁴)进行正交试验设计,以褐藻酸钠的提取率为考察指标,选择最佳的提取条件。

表1 超声-微波协同处理实验因素水平表

Tab. 1 Factors and values of ultrasonic-microwave synergistic

水平	因素			
	A 料液质量体积比/ (g:mL)	B 功率/ w	C 时间/ s	D 处理 次数
1	1:20	300	30	1
2	1:25	400	60	2
3	1:30	500	90	3

2 结果与分析

2.1 超声-微波协同处理结果分析

2.1.1 超声-微波协同处理提取时间的影响 超声-微波协同处理提取时间的影响结果如图2所示。

表 2 消化反应因素水平表

Tab 2 Factors and values of assimilating action

水平	因素			
	A pH	B 温度/℃	C 料液质量体积比/ (g : mL)	D 时间/ h
1	11	30	1 : 10	2.0
2	12	40	1 : 15	2.5
3	13	50	1 : 20	3.0

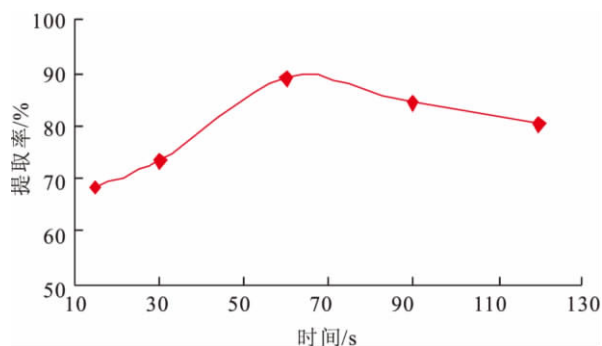


图 2 超声-微波协同处理时间对提取率的影响

Fig. 2 Effect of ultrasonic-microwave synergistic time on the extracting rate

从图 2 可以看出,前 60 s 随着时间的延长,褐藻酸钠的提取率增加,60 s 时提取率达 88.9%,增高的原因是超声-微波协同破坏海带细胞壁,促使消化反应进行彻底。随着时间延长提取率下降,可能是因为协同处理导致多糖降解。所以,处理时间应取 60 s 较适宜。

2.1.2 协同处理提取次数的影响 协同处理次数对提取率的影响如图 3 所示。

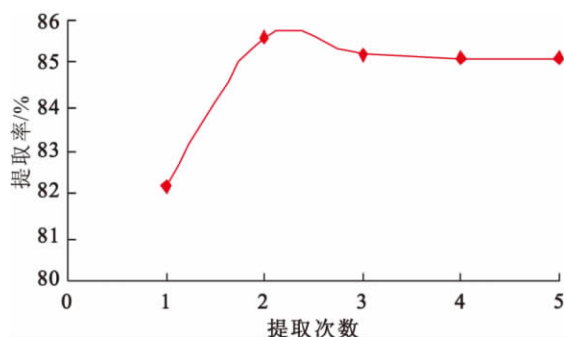


图 3 协同处理次数对提取率的影响

Fig. 3 Effect of ultrasonic-microwave synergistic times on extracting rate

从图 3 可以看出,褐藻酸钠的提取率随着提取次数的增加而增大,提取 2 次时提取率为 85.6%,随着提取次数的增多,多糖提取率的变化不大,可

能与超声-微波作用导致多糖结构破坏有关,所以处理此说应选择 2 次较适宜。

2.1.3 协同处理微波功率的影响 微波功率对提取率的影响如图 4 所示。

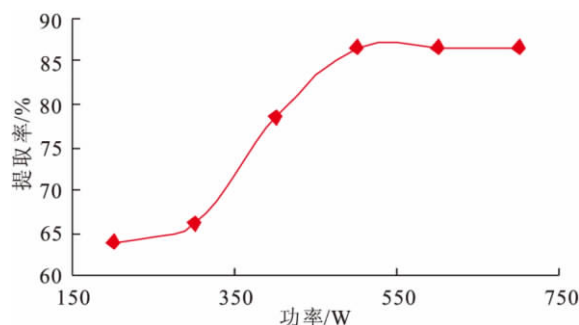


图 4 微波功率对提取率的影响

Fig. 4 Effect of microwave power on the extracting rate

从图 4 可以看出 300~500 W 的功率范围内褐藻酸钠的提取率逐渐升高,500 W 时达到 86.7%,500 W 后提取率变化平稳,粘度下降。这是因为,功率增大时,微波加热速度加快,可溶性成分溶解速度增大,同时微波快速加热导致急剧膨胀,引起细胞内部结构的变化及细胞壁的严重破坏。因此,在一定范围内提高微波功率,可以提高褐藻酸钠的提取率。但当功率超过 500 W 时,可能由于局部过热,导致多糖的降解,提取率呈下降趋势。所以,微波功率应选择 500 W 较适宜。

2.1.4 料液质量体积比的影响 料液质量体积比对提取率的影响如图 5 所示。

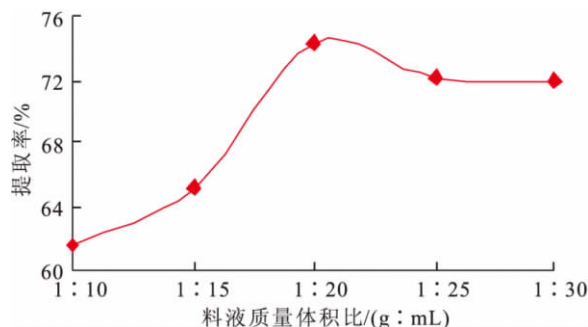


图 5 料液质量体积比对提取率的影响

Fig. 5 Effect of liquid ratio on extracting rate

从图 5 可以看出,随着料液质量体积比的增加,提取率逐渐增加,随后又保持基本不变,意味着更大的浓度差将促进传质过程。料液比为 1 g : 20 mL 时提取率最高,为 74.1%,当料液质量体积比较小时,海带粉与水过于粘稠,使超声波-微波不能充分作用于海带粉,达到 20 倍时,超声波-微波可以充

分作用,提取率达到最大值。超过 20 倍时提取率有所下降,这是因为当微波应用达到大体积的溶剂时,微波产生的效应不再明显。所以,料液质量体积比应选 1 g : 20 mL 较适宜。

2.2 超声—微波协同处理正交试验结果与分析
超声—微波协同处理实验结果如表 3 所示。

表 3 超声—微波协同处理实验结果

Tab. 3 Results of ultrasonic-microwave synergistic

试验号	A 料液质量 体积比/ (g : mL)	B 功率/ W	C 时间/ h	D 提取 次数	得率/ %
1	1	1	1	1	77.4
2	1	2	2	2	82.4
3	1	3	3	3	83.6
4	2	1	2	3	80.4
5	2	2	3	1	81.8
6	2	3	1	2	83.4
7	3	1	3	2	78.2
8	3	2	1	3	80.8
9	3	3	2	1	85.8
K1	82.133	78.667	80.533	81.600	
K2	81.867	81.667	82.867	81.333	
K3	81.600	84.267	81.200	81.667	
k1	27.378	26.222	26.844	27.226	
k2	27.289	27.222	27.622	27.111	
k3	27.200	28.089	27.067	27.200	
R	3.633	5.200	4.033	2.566	

由表 3 结果分析可以看出,各因素对褐藻酸钠提取率影响的主次顺序为 $B > C > A > D$, 即功率 $>$ 时间 $>$ 料液比 $>$ 提取次数,最佳条件为 $B_3C_2A_1D_3$, 即微波功率 500 W、时间 60 s、料液质量体积比 1 g : 20 mL、提取次数 2 次。根据筛选得到的最佳提取条件 $B_3C_2A_1D_3$, 平行实验 3 次, 计算褐藻酸钠的平均提取率, 分别为 86.7%、86.4%、86.6%, 平均提取率为 86.6%。根据最佳提取条件所得的褐藻酸钠的提取率均大于正交设计中的褐藻酸钠的提取率, 3 次最佳工艺条件合理, 同时也表明此工艺具有较好的稳定性。

2.3 消化反应中单因素实验结果分析

2.3.1 消化反应中 pH 值对提取率的影响 消化反应中 pH 值对提取率的影响如图 6 所示。

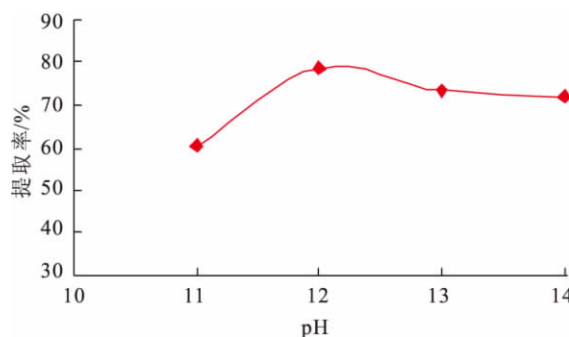


图 6 消化反应中 pH 值对提取率的影响

Fig. 6 Effect of assimilating pH on the extracting rate

由图 6 可以看出,随着 pH 值的增大,提取率逐渐升高,当 pH 值为 12 时,提取率达到最大值,因为高的 pH 值在提取过程中降低了钙离子和镁离子的浓度,加快了消化反应速度。随着溶液 pH 值的增大,消化所得糊状物,颜色明显加重,不得不用大量漂白剂进行漂白,产品的得率和粘度均有所降低,可能与强碱性条件导致多糖的降解有关,所以 pH 值应选 12 为宜。

2.3.2 消化反应中温度对提取率的影响 消化反应中温度对提取率的影响如图 7 所示。

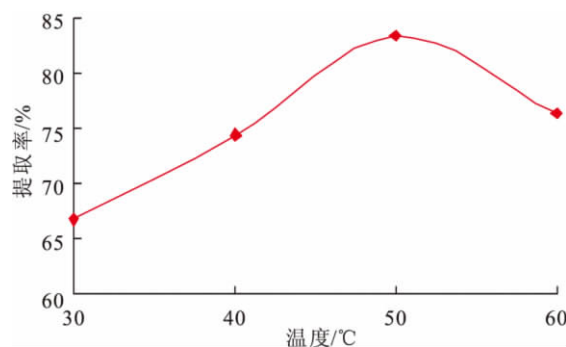


图 7 消化反应中温度对提取率的影响

Fig. 7 Effect of assimilating temperature on the extracting rate

由图 7 可以看出,随着温度的升高,褐藻酸钠的提取率逐渐升高,当 50 °C 时提取率达到最大值,主要是因为温度升高分子运动速度加快,传质速率相应加快,使得消化反应达到完全,提取率达到最大值。当温度超过 50 °C 时,较高的温度导致海藻酸钠大分子的降解,最终不易被沉淀出来,导致提取率降低,所以处理温度应选 50 °C 为宜。

2.3.3 消化反应中时间对提取率的影响

消化反应中时间对提取率的影响如图 8 所示。

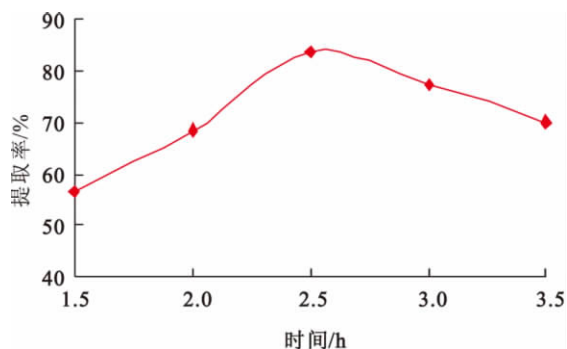


图 8 消化反应时间对提取率的影响

Fig. 8 Effect of assimilating time on the extracting rate

由图 8 可以看出,随着时间的增加,褐藻酸钠的提取率先增加后降低,当反应时间为 2.5 h 时,提取率达到最大。主要是因为时间过短,使消化反应不能充分进行,导致褐藻酸钠不能充分提取出来。消化时间过长,褐藻胶在碱性条件和较高的消化温度下发生降解,不能沉淀出来,导致提取率的下降,所以反应时间应取 2.5 h 为宜。

2.3.4 消化反应中料液质量体积比对提取率的影响

消化反应中料液质量体积比对提取率的影响如图 9 所示。

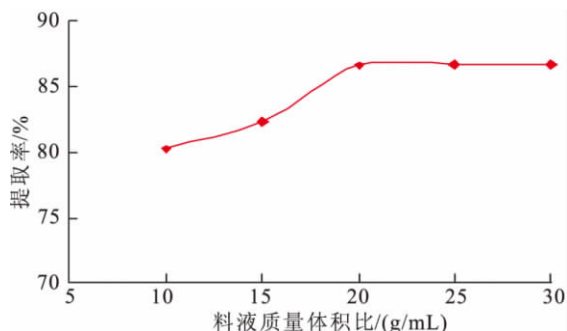


图 9 消化反应中料液比对提取率的影响

Fig. 9 Effect of liquid ratio on the extracting rate

由图 9 可以看出,随着料液质量体积比的增加,褐藻酸钠的提取率逐步增加,当料液质量体积比为 1 g : 20 mL 时,提取率达到最大。当料液质量体积比超过 1 g : 20 mL 时褐藻酸钠的提取率变化不明显,随着碱加入量的增加,导致褐藻酸钠的降解,所以料液质量体积比以 1 g : 20 mL 为宜。

2.4 消化反应正交实验结果分析

由表 4 结果分析可以看出,各因素对褐藻酸钠提取率影响的主次顺序为 $B > D > A > C$,即温度 >

时间 > pH > 料液质量体积比,最佳条件为 $B_2 D_2 A_2 C_3$,即温度 50 °C、时间 2.5 h、料液质量体积比 1 g : 20 mL、pH 值 12。根据筛选得到的最佳提取条件 $B_2 D_2 A_2 C_3$,平行实验 3 次,计算褐藻酸钠的平均提取率,分别为 88.7%、88.4%、88.6%,平均提取率为 88.6%。产品按 1.2.5 测定,粘度为 3.670 mPa · S。根据最佳提取条件所得的褐藻酸钠的提取率均大于正交设计中的褐藻酸钠的提取率,3 次最佳工艺条件合理,同时也表明此工艺具有较好的稳定性。

表 4 消化反应正交试验表

Tab. 4 Results of assimilating experiments

序号	A	B	C	D	提取率/%
1	1	1	1	1	74.2
2	1	2	2	2	83.4
3	1	3	3	3	74.8
4	2	1	2	3	80.4
5	2	2	3	1	85.4
6	2	3	1	2	81.2
7	3	1	3	2	86.7
8	3	2	1	3	83.9
9	3	3	2	1	75.8
K_1	77.467	80.333	79.767	78.200	
K_2	82.333	84.233	79.600	84.167	
K_3	82.267	77.000	82.700	79.700	
k_1	25.82	26.77	26.59	26.07	
k_2	27.44	28.08	26.53	28.06	
k_3	27.42	25.67	27.57	26.57	
R	4.866	7.233	3.100	5.967	

3 结 语

1)目前工业生产中普遍采用甲醛作为前处理剂,但由于甲醛的潜在致癌性,限制了其在食品医药领域的应用,戊二醛作为一种新的杀菌剂,在食品和化妆品防腐中应用^[15]。本文使用 2% 戊二醛代替甲醛作为前处理剂,破坏海带细胞壁,起交联,润涨作用。

2)通过单因素实验和正交试验确定用超声—

微波协同处理海带的最佳处理条件为:超声功率 50 W,微波功率 400 W,提取次数 2 次,提取时间 60 s,料液质量体积比 1 g : 20 mL。研究了消化反应中温度 50 ℃、时间 2.5 h、料液质量体积比 1 g : 20 mL、pH 值 12。通过上述处理所得褐藻酸钠的粘度

为 3 670 mPa · s,提取率为 88.6%。与传统的提取法相比,利用协同处理破坏细胞结构再进行消化反应具有省时,提取效率高,产品质量好的优点,高于文献报道中产品的提取率,与刘秀河使用传统碱化处理提取率 76.9%相比有很大提高^[16]。

参考文献(References):

- [1] Gombotz W R, Wee S F. Protein release from alginate matrices[J]. *Advanced Drug Deliv Rev*, 1998, 31: 267—285.
- [2] Hagen A, Skjak B G, Dornish M. Pharmacokinetics of sodium alginate in mice[J]. *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, 1996, 4: 100.
- [3] Nagasawa N, Mitomo H, Yoshii F, et al. Radiation-induced degradation of sodium alginate[J]. *Polymer Degradation and Stability*, 2000, 69(3): 279—285.
- [4] 陈玺,唐在明. 海藻酸钠在医学上的应用[J]. *中医医讯*, 1998, 26: 95—98.
CHEN Xi, TANG Zai-ming. The application of sodium alginate in medicine[J]. *Chinese and Western Medicine News*, 1998, 26: 95—98. (in Chinese)
- [5] Sherry X C. Molecular mass distribution of sodium alginate by high-performance size exclusion chromatography[J]. *Journal of chromatography A*, 1999, 864: 199—210.
- [6] 李亚萍,程卫东,彦萍,等. 响应面法优化微波辅助提取β-胡萝卜素工艺[J]. *食品与生物技术学报*, 2009, 28(4): 488—489.
LI Ya-ping, CHENG Wei-dong, ZHAN Ping, et al. Optimization for microwave—assisted extraction of β-carotene by response surface method[J]. *Journal of Food Science and Biotechnology*, 2009, 28(4): 488—489. (in Chinese)
- [7] 陈文强,邓百万,刘开辉,等. 猪苓多糖超声提取工艺条件优化[J]. *食品与生物技术学报*, 2008, 27 卷(4): 53—55.
CHEN Wen-qiang, DENG Bai-wan, LIU Kai-hui, et al. Study on the optimization of ultrasonic extracting technique of polysaccharide from polyporus umbellatus[J]. *Journal of Food Science and Biotechnology*, 2008, 27(4): 53—55. (in Chinese)
- [8] 郑利琴,张憨,孙金才,等. 微波与超声波提取杨梅汁多酚类物质的对比研究[J]. *食品与生物技术学报*, 2010, 29(4): 520.
ZHENG Li-qing, ZHANG Min, SUN Quan-cai, et al. Comparison study on the microwave and ultrasonic wave extraction polyphenol from bayberry juice[J]. *Journal of Food Science and Biotechnology*, 2010, 29(4): 520. (in Chinese)
- [9] Percival, E G V, Ross A G. A colorimetric method for the estimation of alginic acid in seaweed specimens[J]. *J Soc Chem Ind*, 1948, 67: 420—421.
- [10] 曾成奎,纪明侯. 马尾藻褐藻胶的研究 I [J]. *海洋科学集刊*, 1962(1): 140—158.
ZENG Cheng-Kui, JI Ming-hong. The research of sargassum alginate I [J]. *Bulletin of Marine Science*, 1962(1): 140—158. (in Chinese)
- [11] Shingo Miyake. New extraction method of alginate by sodium carbonate[J]. *Kogyo Kagaku Zasshi*, 1958 (61): 58—60.
- [12] Perlman A S. Thermal decarboxylation of uronic acids[J]. *Can J Chem*, 1952, 30: 278—290.
- [13] 纪明侯,张燕霞. 褐藻胶 9-氮杂芴比色定量方法的研究[J]. *海洋化学集刊*, 1962(1): 196—204.
JI Ming-hong, ZHANG Yan-xia. The research of alginate by 9-aza-fluorene quantitative colorimetric method[J]. *Bulletin of Marine Science*, 1962(1): 196—204. (in Chinese)
- [14] 中国标准出版社总编室. 中国国家标准汇编[S]. 北京:中国标准出版社, 1985.
- [15] 张衍,杨艺虹. 绿色制药技术[M]. 北京:化学工业出版社, 2006: 197—199.
- [16] 刘秀河. 提高海带功能成分提取率的研究[J]. *食品工业科技*, 1999, 20(3): 29—30.
LI Xiu-he. The Research of improving the extraction rate of kelp functional components[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 1999, 20 (3): 29—30.