

# 微波辅助提取和田玉枣环磷酸腺苷的工艺 及与其他方法比较

王立霞

(陕西学前师范学院, 陕西 西安 710100)

**摘要:** 研究了微波辅助提取和田玉枣环磷酸腺苷(cAMP)工艺参数,并与传统溶剂法和超声波辅助法对比。结果表明,微波辅助提取和田玉枣 cAMP 最优工艺条件为:乙醇体积分数 10%,微波功率 300 W、微波时间 3 min、浸泡时间 6 h、料液比 1:30,和田玉枣 cAMP 提取量为 795.63  $\mu\text{g/g}$ ;各因素影响和田玉枣 cAMP 提取量的显著顺序:微波时间>微波功率>料液比>浸泡时间;微波辅助法较传统溶剂法和超声波辅助法提取量高、提取时间短、能耗低。采用 LS-200 型树脂分离纯化和和田玉枣 cAMP 的分离效率为 97.81%,cAMP 粗品纯度 3.47%。

**关键词:** 和田玉枣;环磷酸腺苷;微波;提取

**中图分类号:** TS 255.4 **文献标志码:** A **文章编号:** 1673—1689(2014)03—0293—08

## Processing Parameters for Extraction of cAMP from Hetian Jade Jujuba by Microwave-Assisted Extraction and Comparison of Different Extracting Methods

WANG Lixia

(Shaanxi Xueqian Normal University, Xian 710100, China)

**Abstract:** The process parameters for the microwave-assisted extraction of cAMP from Hetianyuzao systemically was investigated in the study, and the results were compared with the traditional solvent extraction and ultrasonic-assisted extraction methods. The processing parameters of extracting cAMP from Hetian jade jujube with microwave-assisted extraction were obtained and listed as follows that: ethanol concentration 10%, microwave-assisted power 300 W, microwave-assisted extraction time 3min, soak period 6 h, liquid/solid ratio 1:30; Under the optimal extraction conditions, the yield of cAMP was 795.63  $\mu\text{g}/(\text{g} \cdot \text{dw})$ . The effect sequence of four main factors for the yield were as follows: microwave time>microwave power>liquid/solid ratio>soak period time. Microwave-assisted method extracted more cAMP than that of the traditional solvent extraction during short time, and extracted more cAMP than ultrasonic wave-assisted extraction with low energy consumption. The separation efficiency of cAMP by LS-200 was 97.81%, in 3.47% purity.

收稿日期: 2013-07-31

基金项目: 科技部农业科技成果转化基金项目(2011GB2360); 陕西省科技计划项目(2012JM3014); 陕西省教育厅科研计划项目(12JK0818); 陕西学前师范学院科研基金项目(2013KJ063)。

作者简介: 王立霞(1980—),女,山东德州人,讲师,主要从事农产品加工与品质控制方面的科研与教学工作。E-mail: 9796212@qq.com

**Keywords:** hetian jade jujuba, cAMP, microwave-assisted, extraction

环磷酸腺苷 (简称 cAMP, Adenosine 3', 5'-cyclic monophosphate) 1957 年由 Sutherland 发现, 它普遍存在于哺乳动物体内, 控制并调节细胞新陈代谢<sup>[1-3]</sup>。医学研究证实, 至少 40 多种疾病(癌症、冠心病、心源性休克、高血压和心肌梗死等重大疾病)与 cAMP 代谢有关, 人体缺乏 cAMP 或 cAMP/cGMP 值下降, 会导致众多疾病的发生。cAMP 是枣中重要活性物质<sup>[4-5]</sup>。据报道, 枣成熟果肉中 cAMP 含量为一般动植物的数千至数万倍, 具有重要开发价值<sup>[6-7]</sup>。目前, 已有关于 cAMP 在保健食品领域应用的报道<sup>[8]</sup>。我国枣园面积已达 150 多万公顷, 产量 200 万 t, 新疆和田地区凭借其独特资源优势, 近年枣业发展迅速, 面积达 30 多万公顷<sup>[9]</sup>。作者已对不同产地、不同含水量、不同组织骏枣、灰枣中 cAMP 含量进行了研究并得出结论, 和田玉枣(山西省交城县骏枣引种于和田后其商品名称为和田玉枣)中 cAMP 含量相对最高。

微波辐射过程是高频电磁波穿透萃取介质, 达到物料内部维管束和腺胞系统, 胞内温度迅速上升, 细胞膨胀破裂, 胞内有效成分自由流出, 在较低的温度下提取介质。利用微波可更快、更均衡地加热材料, 并且实现更高的产量和有更干净的反应物。关于 cAMP 的提取方法, 作者已对传统溶剂提取法进行了研究, 本研究中引入了微波辅助提取法, 并对传统溶剂提取法和微波辅助提取法进行对比, 以获取微波辅助提取和田玉枣 cAMP 的最优工艺参数。本研究成果为和田玉枣及其它枣品种 cAMP 的深入研究及开发利用提供了参考及理论依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与仪器

新疆和田玉枣, 2012 年 10 月采摘后烘干枣, 枣去核经 40 °C 干燥, 粉碎过 60 目筛, 室温下密封保存; cAMP 标品(纯度 ≥ 99%), 色谱纯, 德国 Sigma 公司生产; 甲醇(纯度 99.8%), 色谱纯, 加拿大 Promptar 公司生产; 其余试剂为国产分析纯。LS-200 型大孔吸附树脂, 西安蓝深特种树脂有限公司生产。

1525 型高效液相色谱仪, Waters 公司制造;

TDL-5 型低速大容量离心机, 上海安亭科学仪器有限公司制造; UV2550 型紫外可见分光光度计, Shimadzu 公司制造; WD780BS 微波炉, 格兰仕电器有限公司制造。

### 1.2 实验方法

**1.2.1 高效液相色谱检测条件** 色谱柱: Brava-BDS C18(250 mm×4.6 mm, 5 μm)柱; 流动相: 甲醇-双蒸水(pH 为 3)(体积比 10:90); 体积流量 0.8 mL/min, 紫外全波长扫描(如图 1 所示)确定检测波长 257.0 nm, 室温, 进样量 20 μL<sup>[10-12]</sup>。

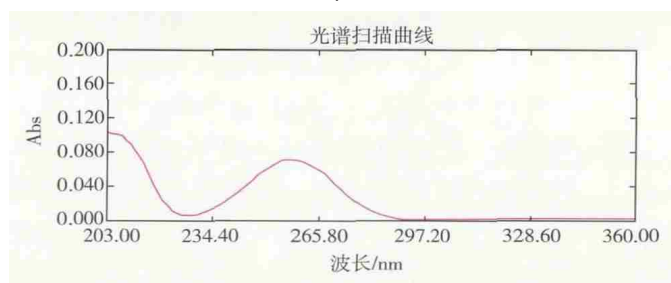


图 1 cAMP 标准品扫描图谱

Fig. 1 Scanning images of standard cAMP

**1.2.2 cAMP 标品溶液的制备及标准曲线的制作** 精密称取 cAMP 标品 2.5 mg, 置 50 mL 容量瓶, 加流动相至刻度, 摇匀, 得 0.05 mg/L cAMP 标品溶液。分别吸标品溶液 1、2、3、4、5、6、7、8 mL 于 10 mL 容量瓶, 加流动相至刻度, 摇匀, 得 5、10、15、20、25、30、35、40 μg/mL 系列标品溶液, 分别吸 20 μL 系列标品溶液入色谱仪<sup>[13-14]</sup>, 记录色谱图, 以浓度为横坐标, 以 cAMP 峰面积为纵坐标线性回归, 得线性方程

$$y=21\ 592x-4\ 372.7\ r=0.999\ 9\ (1)$$

**1.2.3 乙醇体积分数对枣 cAMP 提取量的影响实验** 准确称取和田玉枣粉 2 g (按 1.1 中所介绍方法制得), 以料液比 1:15<sup>[9]</sup> 分别溶解于体积分数 5%、10%、15%、20%、25%、30%、35%、40% 的乙醇溶液, 常温浸泡 8 h, 300 W 功率微波处理 1 min, 所得溶液离心、过滤、真空浓缩后用双蒸水定容, 过 0.45 μm 滤膜, 进样分析, 保留时间法定性。如图 2 所示, 样品峰与标品峰的保留时间几乎一致, 分别为 8.253 min 和 8.297 min, 以后均按此法进行检测<sup>[15-16]</sup>。峰面积外标法定量<sup>[8-9]</sup>, 测不同体积分数乙醇中提取物的提取量(μg/g)。

$$w_{cAMP} = \frac{\text{提取液中 cAMP 质量 } m(\mu\text{g})}{\text{和田玉枣粉质量 } m_{in}(\text{g})} \quad (2)$$

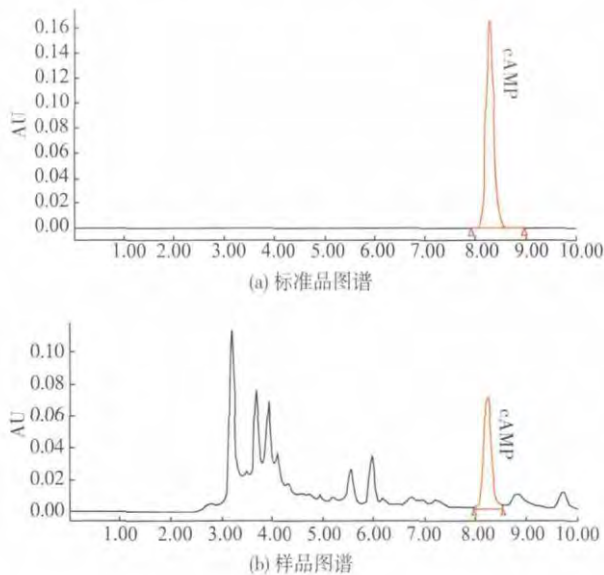


图2 样品及标品中cAMP色谱图

Fig. 2 Chromatogram of cAMP in jujube sample and standard cAMP

**1.2.4 微波提取条件对枣cAMP提取量的影响实验**影响微波辅助提取效果的主要因素有微波功率、微波时间、浸泡时间及液料比,对上述4因素进行单因素实验,并在此基础上进行正交实验,确定最佳提取工艺参数<sup>[17-21]</sup>。在进行微波辅助法提取的同时,与超声波辅助法及传统溶剂法进行对比。

1)微波功率对枣cAMP提取量的影响实验:准确称取和田玉枣粉2g,以料液比1:15加入体积分数10%乙醇溶液,常温浸泡8h,分别在100、200、300、400、500、600W功率下微波处理1min<sup>[22]</sup>。分别测定(方法见1.2.3,下同)cAMP提取量(μg/g),确定最佳提取功率。

2)微波时间对枣cAMP提取量的影响实验:准确称取和田玉枣粉2g,以料液比1:15加入体积分数10%乙醇溶液,常温浸泡8h,300W功率分别微波处理1、2、3、4、5、6min<sup>[23]</sup>。分别测定cAMP提取量(μg/g),确定最佳提取时间。

3)浸泡时间对枣cAMP提取量的影响实验:准确称取和田玉枣粉2g,以料液比1:15加入体积分数10%乙醇溶液,分别常温浸泡0、2、4、6、8、10h,300W功率微波处理3min<sup>[24]</sup>。分别测定cAMP提取量(μg/g),确定最佳浸泡时间。

4)液料比对枣cAMP提取量的影响实验:准确

称取和田玉枣粉2g,分别以料液比1:10、1:15、1:20、1:25、1:30、1:35加入体积分数10%乙醇溶液,常温浸泡6h,以300W功率微波处理3min。分别测定cAMP提取量(μg/g),确定最佳料液比。

5)正交实验:在单因素实验基础上对微波功率、微波时间、浸泡时间、料液比采用L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>)正交实验进行优选,以确定最佳微波工艺。因素水平设计见表1<sup>[25]</sup>。

表1 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>)实验因素水平表

Table 1 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>) Orthogonal factor level table

水平	因素			
	微波功率 D/W	微波时间 B/min	浸泡时间 A/h	料液比 C
1	200	2	4	1:20
2	300	3	6	1:25
3	400	4	8	1:30

**1.2.5 和田玉枣cAMP的分离效果实验**用LS-200型大孔吸附树脂做动态吸附及解吸实验<sup>[1]</sup>,计算和田玉枣cAMP的分离效率。

$$w_i = \frac{\text{解吸液中 cAMP 质量 } m_i(\mu\text{g})}{\text{上样液中 cAMP 含量 } m_s(\mu\text{g})} \times 100\% \quad (3)$$

1)泄露曲线的研究试验:准确称取25mL处理好的LS-200型树脂装玻璃层析柱,将和田玉枣粉以1:15料液比加入体积分数10%乙醇溶液,按照2.2.5中最优条件提取cAMP,过滤后真空浓缩,调整质量浓度为30μg/mL,pH为4,进行动态吸附<sup>[1]</sup>:上样体积流量1mL/min,其间每管收集20mL,过0.45μm滤膜,进样分析,测流出液浓度,至流出液浓度与上样液浓度相同时停止上样,做泄露曲线,确定最佳上样体积。

2)LS-200型树脂的洗脱曲线:准确称取25mL处理好的LS-200型树脂装玻璃层析柱,量取160mL和田玉枣cAMP上样液,调整质量浓度为30μg/mL,pH为4,以1mL/min体积流量上柱吸附。先用蒸馏水洗脱,每50mL收集一份,再用体积分数35%乙醇洗脱,每20mL收集一份,分别将洗脱液于50℃下真空浓缩除去溶剂,用蒸馏水定容于25mL容量瓶中,过0.45μm滤膜,进样分析,计算其cAMP含量,做洗脱曲线,并将洗脱液真空浓缩后冷冻干燥,测定其纯度。

## 2 结果与分析

### 2.1 乙醇体积分数对枣cAMP提取量的影响

乙醇体积分数对枣cAMP提取量的影响见图

3. 可见,随着乙醇体积分数增大,cAMP 提取量先增大后缓慢减小。在乙醇体积分数为 15%时,cAMP 提取量达到最高,为 570.33  $\mu\text{g/g}$ ,仅比乙醇体积分数 10%时高 1  $\mu\text{g/g}$ ,考虑能量节省及减少污染等因素,乙醇体积分数以 10%为宜。

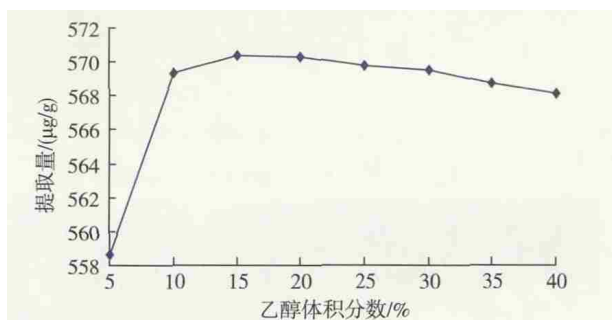


图 3 乙醇体积分数对 cAMP 提取量的影响

Fig. 3 Effect of ethanol volume fraction on extracting content of cAMP

## 2.2 微波提取条件对枣 cAMP 提取量的影响

2.2.1 微波功率对枣 cAMP 提取量的影响 微波功率对枣 cAMP 提取量的影响见图 4。由图可见,cAMP 提取量随微波功率的增大而先增大后缓慢减小,当微波功率为 300 W 时,cAMP 提取量最高为 571.23  $\mu\text{g/g}$ ,故选择微波提取功率 300 W 为宜。

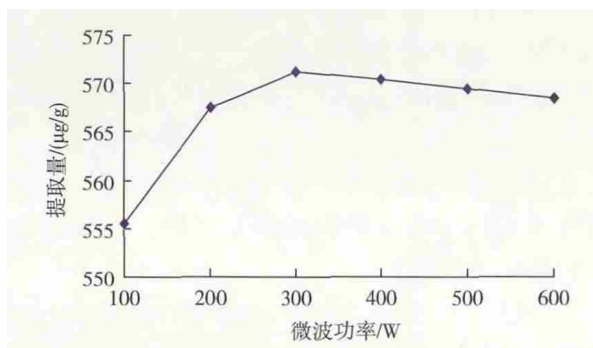


图 4 微波功率对 cAMP 提取量的影响

Fig. 4 Effect of power of microwave wave on extracting content of cAMP

2.2.2 微波时间对枣 cAMP 提取量的影响 提取时间对枣 cAMP 提取量的影响见图 5。由图可见,cAMP 提取量随微波时间的延长而先增大后缓慢减小,当微波时间为 3 min 时,cAMP 提取量最高为 590.89  $\mu\text{g/g}$ ,故选择微波提取时间 3 min 为宜。

2.2.3 浸泡时间对枣 cAMP 提取量的影响 浸泡时间对枣 cAMP 提取量的影响见图 6。可见,cAMP 提取量随浸泡时间的延长而先增大后减小,这是由于适当浸泡可促进细胞中 cAMP 的溶出,但浸泡时

间过长,cAMP 又发生改变,当浸泡时间为 6 h 时,cAMP 提取量最高为 621.35  $\mu\text{g/g}$ ,故选择浸泡时间 6 h 为宜。

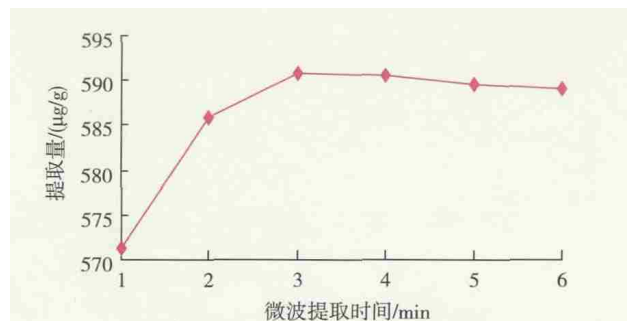


图 5 微波时间对 cAMP 提取量的影响

Fig. 5 Effect of microwave time on extracting content of cAMP

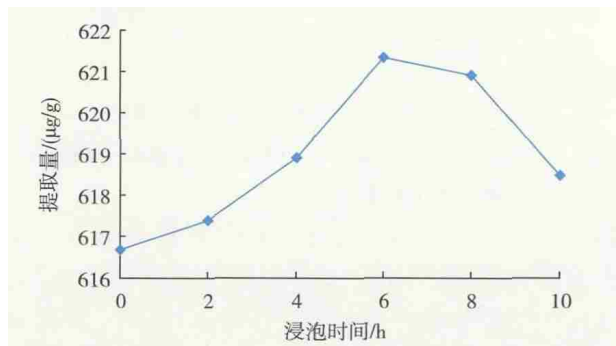


图 6 浸泡时间对 cAMP 提取量的影响

Fig. 6 Effect of soak period on extracting content of cAMP

2.2.4 料液比对枣 cAMP 提取量的影响 料液比对枣 cAMP 提取量的影响见图 7。可见,cAMP 提取量随料液比的增大而先增大后趋于一致,当料液比为 1:25 时,cAMP 提取量最高为 651.65  $\mu\text{g/g}$ ,故选择料液比 1:25 为宜。

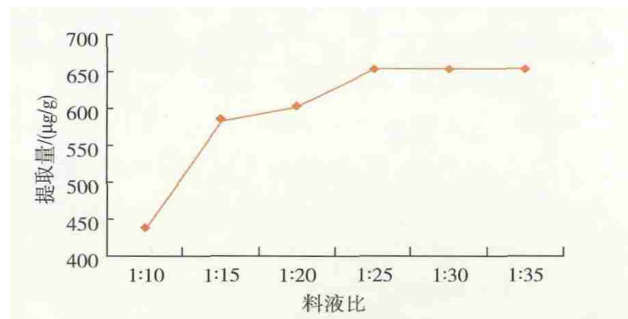


图 7 料液比对 cAMP 提取量的影响

Fig. 7 Effect of liquid-solid ratio on extracting content of cAMP

2.2.5 正交实验 按  $L_9(3^4)$  进行正交实验,数据处理及结果见表 2,方差分析见表 3。由极差分析可



知,各因素对 cAMP 提取量影响的大小顺序为:微波时间>微波功率>料液比>浸泡时间。微波辅助提取和田玉枣 cAMP 最优工艺组合为  $A_2B_2C_2D_3$ ,即微

波功率 300 W、微波时间 3 min、浸泡时间 6 h、料液比 1:30。由表 3 方差分析知,微波功率、微波时间、浸泡时间、料液比差异显著。

表 2 正交实验结果

Table 2 Result of orthogonal experiment

实验号	因素				cAMP 提取量/( $\mu\text{g/g}$ )
	微波功率 A/W	微波时间 B/min	浸泡时间 C/h	料液比 D	
1	1(200)	1(2)	1(4)	1(1:20)	686.35
2	1	2(3)	2(6)	2(1:25)	710.35
3	1	3(4)	3(8)	3(1:30)	703.26
4	2(300)	1	2	3	715.28
5	2	2	3	1	723.59
6	2	3	1	2	706.25
7	3(400)	1	3	2	681.78
8	3	2	1	3	711.85
9	3	3	2	1	693.34
$k_1$	699.99	694.47	701.48	701.09	
$k_2$	715.04	715.26	706.32	699.46	
$k_3$	695.66	700.95	702.88	710.13	
R	19.38	20.79	4.84	10.67	

表 3 方差分析表

Table 3 Variance analysis table

因素	偏差平方和	自由度	F 值	P 值	显著性
A	1 886.547 9	2	2 388.796 9	0.000 1	*
B	2 018.014 8	2	2 555.263 7	0.000 1	*
C	118.507 1	2	150.056 8	0.000 1	*
D	608.076 2	2	769.962 2	0.000 1	*
误差	7.107 7	18			

**2.2.6 验证实验** 正交实验中提取量最高的组合为  $A_2B_2C_3D_1$ ,正交表分析得出最佳组合为  $A_2B_2C_2D_3$ ,对两组工艺进行验证实验,分别重复 3 次,取平均值。结果表明,最优组合  $A_2B_2C_2D_3$  的 cAMP 提取量

为 795.63  $\mu\text{g/g}$ ,组合  $A_2B_2C_3D_1$  提取量为 723.59  $\mu\text{g/g}$ ,因此微波辅助提取和田玉枣 cAMP 最优工艺条件为微波功率 300 W、微波时间 3 min、浸泡时间 6 h、料液比 1:30。

**2.3 提取方法比较**

采用传统溶剂法<sup>[9]</sup>、超声波辅助法<sup>[11]</sup>提取和田玉枣 cAMP,并与 2.2.5 中微波辅助法最优工艺进行对比。3 种方法工艺条件及实验结果见表 4。可见,微波辅助法(提取量 795.63  $\mu\text{g/g}$ )明显优于传统溶剂法(620.28  $\mu\text{g/g}$ ),优于超声波辅助法(771.95  $\mu\text{g/g}$ )。由于微波功率及微波时间短,故能耗少于超声波辅助法。

表 4 3 种提取方法比较

Table 4 Comparison of different extraction methods

提取方法	乙醇体积分数/%	功率/W	提取时间/min	提取温度/ $^{\circ}\text{C}$	料液比	cAMP 提取量/( $\mu\text{g/g}$ )
微波辅助法	10	300	360+3(常温浸泡+微波处理)	-	1:30	795.63
超声波辅助法	15	400	50	35	1:20	771.95
传统溶剂法	15	0	480	40	1:20	620.28

**2.4 和田玉枣 cAMP 分离纯化效果**

**2.4.1 泄露曲线** LS-200 型树脂对和田玉枣 cAMP 的泄露曲线见图 8。可见,上样 160 mL,即第 8 份收

集液以后流出液中 cAMP 含量开始升高,故将其确定为漏点。确定 LS-200 型树脂最大上样体积 160 mL,即 6.4 倍树脂体积。

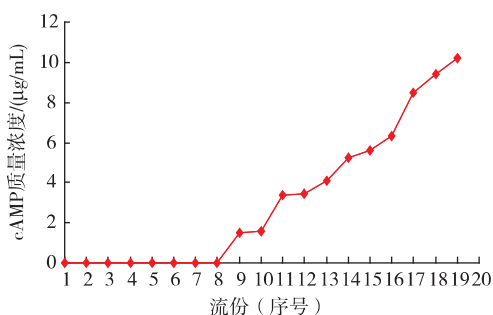


图8 LS-200型树脂对和田玉枣cAMP的泄露曲线

Fig. 8 Leak curve of LS-200 resin adsorb cAMP from Hetianyuzao

**2.4.2 LS-200型树脂洗脱曲线** LS-200型树脂洗脱曲线见图9。可见,水洗过程中极少量cAMP洗脱下来,不影响cAMP得率。同时,HPLC色谱图中发现大量杂质被洗脱下来,第4份水洗物中吸收峰已很少,故确定脱除杂质水洗体积200 mL(8倍树脂体积)。35%乙醇洗脱第一份时,即有cAMP检出,收集至第6份时,洗脱液几乎不含cAMP,故确定体积分数35%乙醇洗脱剂为120 mL,即4.8倍树脂体积。

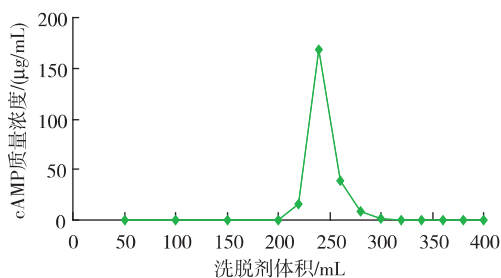


图9 洗脱曲线

Fig. 9 Washing curve

经计算和田玉枣cAMP分离效率为97.81%。洗

脱过程发现,颜色最重流份中cAMP含量最高,没有颜色流份中几乎不含cAMP,说明cAMP和色素结合在一起,故得到cAMP粗品纯度不高,为3.47%。粗品色谱图见图10

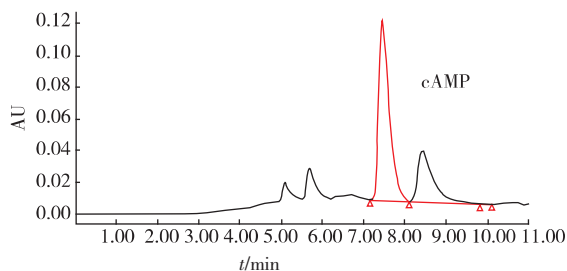


图10 和田玉枣cAMP粗品色谱图

Fig. 10 Chromatogram of cAMP in Hetianyuzao crude sample

### 3 结语

经单因素及正交实验分析,确定微波辅助提取和田玉枣cAMP的最优工艺条件:乙醇体积分数10%,微波功率300 W,微波时间3 min,浸泡时间6 h,料液比1:30。在此工艺条件下,和田玉枣cAMP平均提取量为795.63 µg/g;影响和田玉枣cAMP提取量的各因素显著顺序为:微波时间>微波功率>料液比>浸泡时间。

通过对3种提取方法的比较,得知微波辅助法较传统溶剂法提取量高,提取时间短;较超声波辅助法提取量高,能耗低。

采用LS-200型树脂分离纯化和和田玉枣cAMP的分离效率为97.81%。cAMP粗品纯度为3.47%。

### 参考文献:

- [1] 程功,白焱晶,赵玉英. 枣属植物化学成分及药理活性研究概况[J]. 国外医药:植物药分册,1999,14(4):151-157.  
CHENG Gong, BAI Yanjing, ZHAO Yuying. Jujube is a summary of the research on chemical constituents and pharmacological activities in plants[J]. *Foreign Medical Sciences: Plant Medicine*, 1999, 14(4): 151-157. (in Chinese)
- [2] Fedyk E R, Adawi A, Looney R J, et al. Regulation of IgE and cytokine production by cAMP; Implication for extrinsic asthma[J]. *Clinical Immunology and Immunopathology*, 1996, 81(2): 101-113.
- [3] Nikolaus A. The current status of cyclic AMP in high plants[J]. *Annual Review of Plant Physiology*, 1977, 2(8): 123-132.
- [4] Jyong-Chycl Cyong, Kiyomichi Hanabusa. Cyclic adenosine monophosphate in fruits of *zizyphus jujuba*[J]. *Pergamon Press Ltd. Printed in England*, 1980, 19: 2747-2748.
- [5] Hanabusa K, Cyong J, Takahashi M. High-Level of cyclic AMP in the jujube plum [J]. *Hippokrates Verlag GmbH*, 1981, 42: 380-384.
- [6] 刘孟军,王永惠. 枣和酸枣等14种园艺植物cAMP含量的研究[J]. 河北农业大学学报, 1991, 14(4): 20-23.  
LIU Mengjun, WANG Yonghui. CAMP contents of *zizyphus jujuba* mill *zizyphus spinosus* hu and other twelve hortieural plants

- [J]. **Journal of Hebei Agricultural University**, 1991, 14(4):20-23. (in Chinese)
- [7] 王立霞. 和田玉枣 cAMP 口服液的研制[J]. 农产品加工, 2010(4):76-78.  
WANG Lixia. Development of Hetian jade jujube cAMP oral liquid[J]. **The Processing of Agricultural Products**, 2010(4):76-78. (in Chinese)
- [8] 王立霞. 和田玉枣 cAMP 的分析检测方法的研究[J]. 食品科技, 2011(7):303-306.  
WANG Lixia. Methods analysing cAMP from Hetian jade jujuba [J]. **Food Science and Technology**, 2011 (7):303-306. (in Chinese)
- [9] 朱建华, 邹秀容, 陈侠涛. 微波提取碎米中蛋白质的工艺研究[J]. 现代食品科技, 2013(2):294-296.  
ZHU Jianhua, ZOU Xiurong, CHEN Xiatao. Study on the microwave extraction of protein from broken rice [J]. **Modern Food Science and Technology**, 2013(2):294-296. (in Chinese)
- [10] 王立霞, 陈锦屏, 张娜, 等. 和田玉枣中 cAMP 提取工艺的研究[J]. 食品工业科技, 2009(10):234-236.  
WANG Lixia, CHEN Jinping, ZHANG Na, et al. Study on technology of extracting cAMP from Hetian jade jujuba[J]. **Science and Technology of Food Industry**, 2009(10):234-236. (in Chinese)
- [11] 王立霞, 陈锦屏, 张娜, 等. 和田玉枣中环磷酸腺苷(cAMP)的分离纯化工艺研究[J]. 食品科学, 2008(12):250-254.  
WANG Lixia, CHEN Jinping, ZHANG Na, et al. Separation and purification of adenosine 3',5'-Cyclic monophosphate (cAMP) from Hetian jade jujube[J]. **Food Science**, 2008(12):250-254. (in Chinese)
- [12] 王立霞. 超声波辅助提取和田玉枣 cAMP 的工艺研究[J]. 食品工业科技, 2013, 34(12):267-274.  
WANG Lixia. The technology of extracting cAMP from Hetian jade jujuba by the auxiliary of ultrasonic wave [J]. **Science and Technology of Food Industry**, 2013, 34(12):267-274. (in Chinese)
- [13] 吴世斌, 葛跃, 耿莉, 等. 高效液相色谱法测定环磷酸腺苷及其制剂的含量[J]. 中国生物药物杂志, 2001, 22(1):32-33.  
WU Shibin, GE Yue, GENG Li, et al. Determination of cAMP and its preparation by HPLC[J]. **Chinese Journal of Biochemical Pharmaceutics**, 2001, 22(1):32-33. (in Chinese)
- [14] 王荔, 仵树艳, 莫晓燕. 大枣环磷酸腺苷提取纯初步研究[J]. 食品科技, 2012, 37(4):191-194.  
WANG Li, QI Shuyan, MO Xiaoyan. Preliminary on extraction and purification of cAMP from Chinese jujube [J]. **Food Science and Technology**, 2012, 37(4):191-194. (in Chinese)
- [15] 周向辉, 王娜, 石聚领, 等. 微波-超声波联合提取枣中环磷酸腺苷的工艺研究[J]. 食品科学, 2009, 30(18):196-201.  
ZHOU Xianghui, WANG Na, SHI Juling, et al. Combined ultrasonic and microwave extraction of cyclic adenosine monophosphate from ziziphus jujuba cv. huizao fruits[J]. **Food Science**, 2009, 30(18):196-201. (in Chinese)
- [16] 崔志强, 孟宪军. 微波辅助萃取冬枣环磷酸腺苷工艺研究[J]. 食品科学, 2007, 28(4):163-166.  
CUI Zhiqiang, MENG Xianjun. Study on microwave-assisted extraction of AMP in winter dates [J]. **Food Science**, 2007, 28(4):163-166. (in Chinese)
- [17] Setyaningsih W, Palma M, Barroso C G. A new microwave-assisted extraction method for melatonin determination in rice grains [J]. **Journal of Cereal Science**, 2012, 56(2):340-346.
- [18] MAO Xuejin, WAN Yiqun, YAN Aiping. Simultaneous determination of organophosphorus, organochlorine, pyrethroid and carbamate pesticides in Radix astragali by microwave-assisted extraction/dispersive-solid phase extraction coupled with GC-MS [J]. **Talanta**, 2012, 97:131-141.
- [19] Zhang Z F, Lv G Y, Pan H J. Optimization of the microwave-assisted extraction process for polysaccharides in Himematsutake (*Agaricus blazei* Murrill) and Evaluation of their antioxidant activities [J]. **Food Science and Technology Research**, 2011, 17(6):461-470.
- [20] Mostafa Khajeh, Mansour Ghaffari Moghaddam. Optimization of microwave assisted extraction for determination of iron and manganese in cereal flour using FAAS: Doehlert design[J]. **Russian Agricultural Sciences**, 2012, 38(4):275-280.
- [21] Delazar A, Nahar L, Hamedeyazdan S, et al. Microwave-assisted extraction in natural products isolation [J]. **Methods Mol Biol**, 2012, 864:89-115.
- [22] 李紫薇, 刘伟, 张艺, 等. 薰衣草总黄酮的微波提取及其抗氧化性研究[J]. 食品工业科技, 2013, 34(5):255-258.  
LI Ziwei, LIU Wei, ZHANG Yi, et al. Study on microwave extraction and antioxidant activity of total flavonoid in lavender[J]. **Science and Technology of Food Industry**, 2013, 34(5):255-258. (in Chinese)

- [23] 周丹红,蔡晓咏,王聪,等. 微波-超声波辅助提取枸杞中的多糖工艺[J]. 光谱实验室,2013,30(1):383-387.  
ZHOU Danhong,CAI Xiaoyong,WANG Cong,et al. Technology of extraction of polysaccharides from lycium barbarum by microwave-ultrasonic assisted extraction[J]. **Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory**,2013,30(1):383-387.(in Chinese)
- [24] 邹建国,刘飞,刘燕燕,等. 响应面法优化微波辅助提取枳壳中总黄酮工艺[J]. 食品科学,2012,33(2):24-28.  
ZOU Jianguo,LIU Fei,LIU Yanyan,et al. Optimization of microwave-assisted extraction of total flavonoids from fructus aurantii immaturus by response surface methodology[J]. **Food Science**,2012,33(2):24-28.(in Chinese)
- [25] 王建辉,刘永乐,李赤翎,等. 丝兰皂甙的微波辅助提取工艺研究[J]. 食品科学,2012,33(2):58-62.  
WANG Jianhui,LIU Yongle,LI Chiling,et al. Optimization of microwave-assisted extraction process for yucca saponins[J]. **Food Science**,2012,33(2):58-62.(in Chinese)

## 科 技 信 息

日本研究人员采用同步免疫磁珠分离法检测食品样本中大肠杆菌 O26、O111 以及 O157

据食物保护杂志信息,2014年1月,日本研究人员采用同步免疫磁珠分离法检测食品样本中大肠杆菌 O26、O111 以及 O157。

研究人员将三种样品牛柳、碎牛肉和萝卜苗人为污染大肠杆菌 O26、O111 和 O157 菌株,在浓缩肉汤中恒温培养,并进行同步免疫磁珠分离实验。同步免疫磁珠分离实验并不影响靶细胞的敏感性检测。研究对比不同培养基中大肠杆菌 O26、O111 和 O157 的检测结果。

[信息来源] 食品伙伴网. 日本研究人员采用同步免疫磁珠分离法检测食品样本中大肠杆菌 O26、O111 以及 O157 [EB/OL]. (2014-1-16). <http://news.foodmate.net/2014/01/255450.html>.

加拿大批准亚麻降低胆固醇的健康声称

据食品导航网站消息,加拿大卫生部食品理事会批准一项关于亚麻的健康声称——全粒亚麻籽可降低胆固醇。加拿大亚麻委员会已获悉该消息。

加拿大亚麻委员会推荐制造商在食品标签上做如下声称:研碎全粒亚麻籽有助减少/降低胆固醇;高胆固醇是心脏病的风险因子;研碎全粒亚麻籽有助减少/降低胆固醇,高胆固醇是心脏病的风险因子。

[信息来源] 食品伙伴网. 加拿大批准亚麻降低胆固醇的健康声称 [EB/OL]. (2014-2-17). <http://news.foodmate.net/2014/02/257177.html>.

欧洲拟降低双酚 A(BPA)每日允许摄入量

在完成众盼已久的双酚 A 健康研究审核后,欧洲食品安全局(EFSA)提议降低双酚 A(BPA)的每日允许摄入量(TDI)。

双酚 A 被用来生产聚碳酸酯,是数百项研究的对象,其中一些研究表明该成分会带来不良健康影响。EFSA 在 1 月 17 日发布的声明中说:“EFSA 审核了有关双酚 A 潜在健康危害的 450 多项研究,发现它可能对肝脏和肾脏有不良影响,且对乳腺的不良作用也可能与双酚 A 暴露有关。因此推荐降低现行的每日允许摄入量。”

双酚 A 的每日允许摄入量目前为 50  $\mu\text{g}/\text{kg}/\text{bw}/\text{d}$  (即 0.05  $\text{mg}/\text{kg}/\text{bw}/\text{d}$ ), 而 EFSA 现在提议降至 5  $\mu\text{g}/\text{kg}/\text{bw}/\text{d}$  (0.005  $\text{mg}/\text{kg}/\text{bw}/\text{d}$ )。EFSA 设定的这一每日允许摄入量属于临时性质。这是因为还存在不确定性,还要等待美国国家毒理学计划的研究结果。但是,EFSA 称,双酚 A 对所有人群的健康风险较低,包括胎儿、婴儿、青少年和成年人,因为暴露水平很低。EFSA 说,所估计的口腔和非口腔双酚 A 暴露的最高数字比拟定的每日允许摄入量低 3-5 倍,根据年龄层有所不同。在全龄人群中,口腔暴露比拟定的每日允许摄入量要低 5 倍以上。

EFSA 正公开征求公众意见,且邀请所有利益相关者和有关各方对该文件置评。公众可通过 EFSA 的网站提交意见,截止日期为 3 月 13 日。

[信息来源] 厦门 WTO/TBT-SPS 通报咨询工作站. 欧洲拟降低双酚 A(BPA)每日允许摄入量 [EB/OL]. (2014-2-20). <http://www.xmtbt-sps.gov.cn/detail.asp?id=45620>.