

陈秀枝,沈辰婷,曹未音,等. 菊芋中菊糖提取方法的比较[J]. 江苏农业科学,2013,41(11):312-314.

# 菊芋中菊糖提取方法的比较

陈秀枝,沈辰婷,曹未音,王继宏,李燕

(上海海洋大学食品学院,上海 201306)

**摘要:**从干燥菊芋粉中提取菊糖,比较热水浸提法、果胶酶法、纤维素酶法的提取效果,并寻找最佳提取条件。结果表明:在相同固液比(1 g : 14 mL)的条件下,热水浸提法最佳温度 80 ℃、时间 60 min、pH 值自然,最高提取率为 26.20%;果胶酶浸提法最佳温度 45 ℃、时间 150 min、酶浓度 3%、pH 值 4.5,最高提取率为 24.90%;纤维素酶浸提法最佳温度 50 ℃、时间 150 min、酶浓度 7%、pH 值 4.8,最高提取率为 28.21%。在工厂化生产中可以选择成本低的热热水浸提法,实验室中可以选择提取率最高的纤维素酶法。

**关键词:**菊芋;菊糖;热水浸提;果胶酶;纤维素酶;提取

**中图分类号:** TS201.2<sup>+</sup>3;R284.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2013)11-0312-02

菊芋(*Helianthus tuberosus*)俗称洋姜,为菊科向日葵属多年生草本植物。菊芋块茎中富含一种特殊的碳水化合物——菊糖,是一种极具开发价值和健康的天然蔗糖和脂肪替代品,热值低,可促进人体内双歧杆菌和乳酸杆菌的增殖,抑制病原菌生长,促进矿物质尤其是钙的吸收,降血脂、降血糖,防治便秘和治疗肥胖症,适合糖尿病患者食用<sup>[1]</sup>。菊糖属于非还原性聚糖,葡萄糖和果糖都是还原糖。菊芋提取液中菊糖含量的测定是采用总糖含量减去还原糖含量的方法。目前,总糖含量一般采用苯酚-硫酸法测定,还原糖含量一般采用 3,5-二硝基水杨酸法测定<sup>[2]</sup>。由于纤维素酶、果胶酶可以温和地将植物组织分解,加速菊糖释放,提高菊糖提取率,因此,通过比较热水浸提法、果胶酶法、纤维素酶法对菊芋中菊糖的提取率、提取菊糖所消耗的资源和时间等,以获得最佳提取方法,为菊芋中菊糖的进一步开发利用提供科学依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与试剂

新鲜菊芋来自甘肃白银;果胶粉由 Sigma 公司生产;果胶酶,酶活性  $\geq 400$  U/mg,上海源叶生物技术有限公司生产;纤维素酶,酶活性  $\geq 400$  U/mg,上海源叶生物技术有限公司生产;DNS 试剂(化学纯)和苯酚、柠檬酸、浓硫酸(分析纯),均由国药化学试剂有限公司生产。

### 1.2 仪器与设备

SS250-E 型组织捣碎机,佛山市顺德区方胜电器实业有限公司;CP224C 型电子天平,奥豪斯仪器(上海)有限公司;SXC-A 型水浴恒温(调速)震荡器,上海新苗医疗器械制造有限公司;DHG-9140A 型电热恒温鼓风干燥箱,上海一恒科技有限公司;T6 新世纪紫外可见分光光度计,北京普析通用

仪器有限责任公司;H2050R-1 高速冷冻离心机,长沙湘仪离心机仪器有限公司;320-S pH 计,梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司。

### 1.3 样品的预处理

新鲜菊芋清洗,冷水浸泡,取出后用刀去除表面黑色的皮组织,切成大小均匀、厚薄适宜的切片,置于烘箱中 60 ℃ 干燥 10 h,干燥器中冷却后切丝,用组织粉碎机粉碎得粗菊粉。

### 1.4 菊糖提取

**1.4.1 热水浸提法** 量取 70 mL 蒸馏水于 250 mL 锥形瓶中,加入 5.000 0 g 细菊粉,在固液比 1 g : 14 mL 的条件下,改变提取温度和反应时间提取菊糖(表 1)<sup>[7-10]</sup>;纱布初步过滤后,10 000 r/min 离心 15 min,过滤得到菊糖浸提液。

表 1 热水浸提法反应温度与时间因素水平

处理水平	因素	
	A:反应温度(℃)	B:反应时间(min)
1	60	60
2	70	80
3	80	100

**1.4.2 果胶酶法** 量取 70 mL 蒸馏水置于 250 mL 锥形瓶中,煮至 90 ℃;精确称取 5.000 0 g 细菊粉,以固液比 1 g : 14 mL 加入锥形瓶中煮沸灭酶 3 min;降温至 45 ℃,加 20% 柠檬酸调节 pH 值至 4.0~4.5,分别加入不同浓度的果胶酶于各锥形瓶中,45 ℃ 恒温水浴保温 150 min,纱布初步过滤后,10 000 r/min 离心 15 min,得到菊糖浸提液<sup>[13-15]</sup>。

**1.4.3 纤维素酶法** 量取 70 mL 蒸馏水置于 250 mL 锥形瓶中,煮至 90 ℃;精确称取 5.000 0 g 粗菊粉,以固液比 1 g : 14 mL 加入锥形瓶中煮沸灭酶 3 min;降温至 50 ℃,加 20% 柠檬酸调节 pH 值至 4.8,分别加入各浓度的纤维素酶于锥形瓶中,50 ℃ 恒温水浴保温 150 min,纱布初步过滤后,10 000 r/min 离心 15 min,得到菊糖浸提液<sup>[15-16]</sup>。

### 1.5 菊芋中总糖的测定——苯酚-硫酸法<sup>[1,3-4]</sup>

**1.5.1 制定标准曲线** 分别吸取 0.5 mg/mL 果糖标准溶液 0、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5 mL 于 6 支干燥试管中,分别加蒸馏水至 2.0 mL,然后缓慢加入 6% 苯酚 1.4 mL,迅速滴加 98% 硫酸 4.0 mL,振荡均匀后于室温放置 30 min,测吸光度  $D_{490\text{nm}}$ 。

收稿日期:2013-04-02

基金项目:上海市大学生创新计划(编号:B-5106-11-0077)。

作者简介:陈秀枝(1988—),女,安徽安庆人,研究方向为食品质量与安全。E-mail:chenxiuzhi163@163.com。

通信作者:李燕,教授,从事生物化学及天然产物活性成分研究。

E-mail:liyan@shou.edu.cn。

以果糖浓度为横坐标、吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

1.5.2 总糖测定 精确量取1 mL菊糖提取液置于50 mL容量瓶中,加蒸馏水定容至刻度;摇匀后,分别准确吸取0.1 mL溶液加入3支干燥试管,按总糖标准曲线测定方法,490 nm处测定溶液吸光度,根据标准曲线求得菊芋中总糖含量。

1.6 菊芋中还原糖测定——3,5-二硝基水杨酸比色法<sup>[1,4-6]</sup>

1.6.1 制定标准曲线 取6支20 mL刻度试管,分别加入0.5 mg/mL果糖标准溶液0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 mL,各加入1 mL DNS试剂,充分混合,沸水浴煮沸5 min显色,流水冷却后用蒸馏水稀释至10 mL,在波长550 nm处测吸光度。以还原糖浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

1.6.2 还原糖测定 精确量取菊糖浸提液1 mL于10 mL刻度试管,蒸馏水定容至10 mL;从刻度试管中各吸取0.1 mL于3支试管中,分别加入1 mL DNS试剂,沸水浴煮沸5 min,流水冷却后用蒸馏水稀释至10 mL,在波长550 nm处测定吸光度,根据标准曲线求得菊芋中还原糖含量。

### 1.7 统计方法

菊糖含量(g) = 总糖含量(g) - 还原糖含量(g);菊糖提取率 = 菊糖含量/菊粉质量 × 100%。

## 2 结果与分析

### 2.1 总糖和还原糖标准曲线

以果糖为标准物,采用苯酚-硫酸法测定绘制总糖标准曲线如图1所示,采用3,5-二硝基水杨酸比色法测定绘制还原糖标准曲线如图2所示。

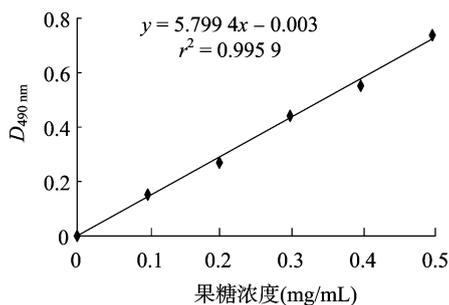


图1 总糖标准曲线

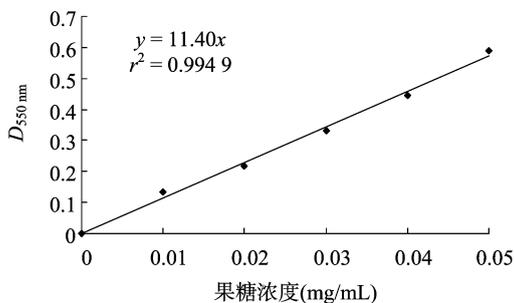


图2 还原糖标准曲线

### 2.2 热水浸提法提取菊糖正交试验结果

由表2可知,在影响菊糖浸提率的因素中,时间影响较大;热水浸提法提取菊糖最佳组合为A<sub>3</sub>B<sub>1</sub>,即80℃条件下提取60 min,最高提取率为26.20%。

### 2.3 果胶酶法提取菊糖最佳酶浓度确定

由图3可知,果胶酶浓度在3.0%之前,菊糖提取率呈上

表2 热水浸提法浸提菊糖L<sub>9</sub>(3<sup>2</sup>)正交试验结果

试验号	因素及水平		菊糖提取率 (%)
	A:反应温度	B:反应时间	
1	1	1	22.07
2	1	2	22.24
3	1	3	22.87
4	2	1	24.38
5	2	2	20.82
6	2	3	19.89
7	3	1	26.20
8	3	2	22.01
9	3	3	22.30
k <sub>1</sub>	22.39	24.22	
k <sub>2</sub>	21.70	21.69	
k <sub>3</sub>	23.50	21.69	
R	1.8	2.53	

升趋势,3.0%以后呈下降趋势,继续增加果胶酶浓度,提取率曲线呈缓慢下降状态。确定果胶酶最佳浸提菊糖条件:固液比1 g : 14 mL,提取温度45℃,提取时间150 min,果胶酶浓度3%,pH值4.5,最高提取率达24.9%。

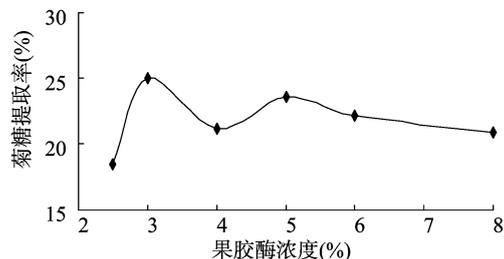


图3 不同浓度果胶酶浸提菊糖

### 2.4 纤维素酶法提取菊糖最佳酶浓度确定

由图4可知,随纤维素酶浓度增大,菊糖提取率升高,在酶浓度为7.0%时达最高,随后显著下降。纤维素酶浸提菊糖最佳条件:固液比1 g : 14 mL,提取温度50℃,提取时间150 min,纤维素酶浓度7.0%,pH值4.8,菊糖提取率为28.21%。

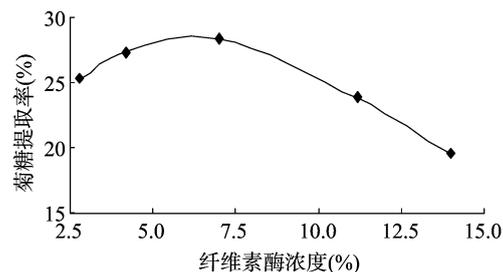


图4 不同浓度纤维素酶菊糖浸提率

### 2.5 不同菊糖提取方法试验结果比较

由表3可见,纤维素酶法对菊糖的提取率最高,为28.21%;热水浸提法次之,果胶酶法最低。

表3 菊糖提取方法比较

方法	固液比 (g : mL)	提取温度 (°C)	提取时间 (min)	酶浓度 (%)	pH值	提取率 (%)
热水浸提法	1 : 14	80	60		自然	26.20
果胶酶法提取	1 : 14	45	150	3	4.5	24.90
纤维素酶法提取	1 : 14	50	150	7	4.8	28.21

周文美,程兰香,赵辰路,等. 马尾松松针中莽草酸的提取工艺研究[J]. 江苏农业科学,2013,41(11):314-316.

# 马尾松松针中莽草酸的提取工艺研究

周文美,程兰香,赵辰路,张建敏

(贵州大学贵州省发酵工程与生物制药重点实验室/贵州大学化学与化工学院,贵州贵阳 550025)

**摘要:**研究加热回流提取马尾松松针中莽草酸含量的工艺。以水为提取溶剂,采用单因素试验和正交试验优选莽草酸最佳提取工艺,考察时间、料液比、温度及原料粒度对莽草酸得率的影响。结果表明,莽草酸的最佳提取工艺条件为提取时间 2.5 h,料液比为 1 g : 20 mL,提取温度 95 ℃,原料粒度为 60 目。优选得到的工艺稳定、合理、可行。

**关键词:**马尾松松针;莽草酸;提取工艺;加热回流

**中图分类号:**TS201.2;R284.2 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-1302(2013)11-0314-03

莽草酸(shikimic acid)化学名称 3,4,5-三羟基-1-环己烯-1-羧酸,广泛分布于八角、莽草和松针等植物体内,是制造抗禽流感药物“达菲”的重要原料<sup>[1]</sup>。莽草酸的来源主要是从天然植物中(主要原料为八角茴香的果实)提取和微生物发酵获取。目前,大量的莽草酸是通过微生物发酵途径获取的<sup>[2]</sup>。松针指松树的针叶,味苦、性温,有补充营养、健脾理气、祛风燥湿、杀虫止痒、活血安神等功效,富含黄酮类、木脂素、挥发油、维生素等多种活性成分,莽草酸也是其主要活性成分之一<sup>[3]</sup>。

目前,莽草酸的提取方法有热回流法<sup>[4]</sup>、超声波萃取法<sup>[5]</sup>、水蒸气蒸馏浸提法<sup>[6]</sup>、微波辅助萃取法<sup>[7]</sup>,研究较多的是微波及超声等辅助手段提取方法。但是对于天然植物最传统的提取手段——热回流提取,尤其是用该方法对松针中莽草酸的提取,却很少有人报道。本研究以马尾松松针为原料,在热回流提取的条件下,考察各种因素对松针中莽草酸提取率的影响,通过单因素试验和正交试验优选最佳提取条件,为马尾松松针中莽草酸提取的产业化提供理论依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器

UV-6100S 双光束紫外分光光度计(上海美谱达仪器有限公司);RE-52 旋转蒸发器(上海亚荣生化仪器厂);电子天平 FA2004N(上海菁海仪器有限公司);SHZ-III 循环水式真空泵(上海亚荣生化仪器厂);电动离心机(江苏省常州澳华仪器有限公司)。

收稿日期:2013-04-24

基金项目:贵州省科技厅重大专项(编号:黔科合重大专项字[2012]6015号)。

作者简介:周文美(1964—),女,河南南阳人,硕士,教授,主要从事生物化学及发酵食品开发的工作。Tel:(0851)4730036;E-mail:zwm45@126.com。

## 3 小结与讨论

本研究除了采用传统的热热水浸提法及果胶酶法提取菊糖外,还采用了目前较少使用的纤维素酶提取菊糖。研究表明,纤维素酶法的提取率最高,热水浸提法次之。纤维素酶法浸提温度比热水浸提低 30 ℃,可以降低能耗,但纤维素酶价格高,考虑经济成本,采用热水浸提法,仍然具有工业化生产应用的前景。

### 参考文献:

- [1]郭旭颖,王丽威,宋永亮. 鲜切菊芋在加工过程中菊糖变化情况的研究[J]. 安徽农业科学,2009,37(16):7661-7662,7739.
- [2]赵琳静,李洪森,陈婷婷,等. 菊芋菊糖含量的测定[J]. 化工生产与技术,2010,17(4):43-45.
- [3]刘晓涵,陈永刚,林 励,等. 蒽酮硫酸法与苯酚硫酸法测定枸杞子中多糖含量的比较[J]. 食品科技,2009,34(9):270-272.
- [4]黄 亮,王俊杰,王 锋,等. 菊芋中菊糖提取方法的研究[J]. 食品与机械,2007,23(4):76-79,91.
- [5]杨 振,杨富民,王雪燕. 菊芋中菊粉提取工艺优化研究[J]. 甘肃农业大学学报,2009,44(5):147-151.
- [6]熊善柏,赵 山,李云捷,等. 菊糖的提取与精制[J]. 冷饮与速

- 冻食品工业,2001,7(4):1-3.
- [7]顾天成,吕跃钢. 从洋姜中提取菊糖[J]. 北京轻工业学院学报,1998,16(3):21-25.
- [8]孔 涛,吴祥云,刘 璇,等. 菊芋菊糖最佳提取工艺[J]. 辽宁工程技术大学学报:自然科学版,2009,28(增刊):229-230.
- [9]钟振声,潘晓琴. 不同条件对菊芋菊糖提取的影响[J]. 江苏农业科学,2011,39(3):386-387.
- [10]胡 娟,金征宇,王 静. 菊芋菊糖的提取与纯化[J]. 食品科技,2007,32(4):62-65.
- [11]张 飞,岳田利,费 坚,等. 果胶酶活力的测定方法研究[J]. 西北农业学报,2004,13(4):134-137.
- [12]王小敏,吴文龙,阎连飞,等. 分光光度计法测定果胶酶活力的方法研究[J]. 食品工业科技,2007,28(5):227-229.
- [13]李雪雁,陈晓前,王玉丽. 果胶酶浸提菊芋菊糖的研究[J]. 食品工业科技,2009,30(11):223-225.
- [14]庄 平,王乃馨,杨 艳. 酶法提取菊芋中菊糖的工艺研究[J]. 粮油加工,2010,9(9):152-154.
- [15]马利华,秦卫东,贺菊萍,等. 复合酶法提取生姜多糖[J]. 食品科学,2008,29(8):369-371.
- [16]张雪颖,徐仲伟,战 宇,等. 酶法浸提甜菊糖甙的研究[J]. 食品工业科技,2007,28(5):190-192.