

田海龙,高颖,邢振雷,等. 纤维素粒径对胶原纤维膜性能的影响[J]. 江苏农业科学,2020,48(18):198-205.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2020.18.040

纤维素粒径对胶原纤维膜性能的影响

田海龙¹,高颖¹,邢振雷¹,徐利¹,刘坤²,刘飞²,陈茂深²

(1. 山东瑞博斯烟草有限公司,山东临沂 276400; 2. 江南大学食品学院,江苏无锡 214122)

摘要:因天然肠衣存在来源有限、加工繁琐以及质量不稳定等问题,机械化程度高、质量稳定的胶原肠衣已被广泛应用于肠衣加工等肉制品工业中。但国内胶原肠衣生产起步较晚,肠衣还存在强度不够、应用品质较差等问题,本研究以期通过纤维素共混的方式来改善胶原肠衣的特性,探索纤维素粒径对胶原肠衣的影响规律及机制。测定胶原纤维膜的物化特性和应用扫描电子显微镜(SEM)等手段,观测添加不同尺寸和添加量的纤维素共混胶原纤维膜中纤维素以及胶原纤维的排列结构;运用傅里叶红外光谱(FTIR)分析、X射线衍射仪(XRD)、差示扫描量热仪(DSC)等手段分析测定胶原纤维膜的结构特点和热稳定性;结合胶原膜宏观理化特性和微观结构的特点,分析不同粒径纤维素对膜性能影响规律及其原因。结果表明,添加 200 PF 纤维素的膜样品具有最致密、光滑的微观结构,且表现出了最好的性能,其中湿态和水煮拉伸强度分别提高 260%、50%,而热变性温度升高了约 10℃。本研究以期将其应用于胶原纤维肠衣的实际生产中,为其品质的提高提供技术指导。

关键词:胶原纤维膜;纤维素;热收缩率;热溶胀率;力学性能;微观结构

中图分类号: TS206.4 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2020)18-0198-07

胶原蛋白是一种丰富的动物源蛋白,主要存在于动物皮、骨和结缔组织中,由于具有独特的天然螺旋结构、弱抗原性、良好的生物相容性以及来源丰富等一系列优良性能,使得胶原蛋白具有广泛的用途^[1-2]。近年来,由于合成塑料包装膜材料引起的环境问题日益严峻,开发可再生、可降解的环境友好型天然生物大分子可食用膜材料替代合成塑料包装、减少白色污染已成为当今食品包装领域的一种新趋势^[3]。胶原蛋白作为一种天然的生物材料,越来越多地被研究用于包装行业,如可食用包装膜、人造胶原蛋白肠衣等^[4-5]。

牛皮来源的胶原纤维具有良好的成膜性和食用价值,因而工业中采用牛皮胶原作为原料制备人造肠衣,能够通过纤维之间的排列和侧链基团间的相互作用形成更为紧密的空间网络结构^[6]。胶原蛋白分子具备独特的三螺旋结构,可以构成抗拉强度很大的纤维束,因而纤维膜具有一定的机械性能^[7]。

但在实际应用过程中,由于香肠生产操作强度高,纯的胶原蛋白制备的肠衣不足以满足机械强度需求,有研究指出,纤维素可作为增强剂,与胶原蛋白复合制得的可食用膜的性能会有很大的提高^[8-9]。因而工业生产胶原蛋白肠衣时,多将纤维素用作改良剂,通过它们之间的协同作用能够有效提高复合膜的机械性能和阻隔性能^[10-11]。然而,工业中的纤维素种类繁多,粒径不同,其性质差异也较大^[12]。但不同粒径的纤维素对肠衣性质的影响尚不清晰。

本研究拟通过制备添加不同粒度纤维素的胶原纤维膜样品,测定不同样品的热收缩率、热溶胀率、干湿煮 3 种状态下的抗拉强度和断裂延伸率,同时对不同样品的微观结构、胶原纤维堆积密度、热稳定性和分子间的相互作用强度进行分析,研究纤维素的粒度对胶原纤维肠衣膜宏观性质和微观结构的影响,以及纤维素与胶原纤维之间的相互作用。以期深入了解和阐述胶原纤维膜的组织、结构以及二者之间的关系,另一方面希望能够为改善胶原纤维肠衣的特性、推动胶原纤维肠衣产业的进步提供技术思路。

1 材料与方法

试验于 2019 年 9—11 月在江南大学胶华实验

收稿日期:2020-05-22

基金项目:国家自然科学基金(编号:31801589);江苏省自然科学基金(编号:BK20180615)。

作者简介:田海龙(1985—),男,山东青岛人,硕士,主要从事再造烟叶工艺技术研究、质量管理。E-mail:thl2003@126.com。

通信作者:刘飞,博士,副研究员,主要从事可食用膜研究。
E-mail:feiliu@jiangnan.edu.cn。

室进行。

1.1 材料与试剂

牛二层皮原料,由北京秋实农业股份有限公司提供。甘油、浓盐酸、氨水及其他试剂,均购自国药集团化学试剂有限公司。不同粒径的纤维素(软木纤维、200 植物纤维(PF)纤维素、300PF 纤维素、500PF 纤维素)购自美国 FMC 公司,具体参数见表 1。

表 1 不同纤维素粒径参数

纤维素种类	体积平均粒径 (μm)	D_{50} (μm)
软木纤维	71.87	52.98
200PF 纤维素	81.29	62.69
300PF 纤维素	90.82	60.38
500PF 纤维素	102.5	67.56

注: D_{50} 为中值粒径。

1.2 仪器设备

电热恒温鼓风干燥箱,购自上海森信实验仪器有限公司;电子分析天平,购自梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司;Panda Plus 高压均质机,购自德国 GEA 公司;Fisco-1S 真空搅拌脱气机,购自德国 Fluko 公司;Discovery DHR-3 旋转流变仪,购自美国 TA 公司;物性分析仪,购自英国 SMS 公司;X 射线衍射仪,购自德国布鲁克 AXS 有限公司;傅立叶红外光谱仪(Nicolet IS50 FT-IR),购自美国赛默飞世尔科技公司;差式扫描量热仪,购自德国耐驰仪器制造有限公司;TA.XTPlus 物性分析仪,购自源顺国际有限公司;亚克力干燥箱,购自飞世尔实验器材(上海)有限公司。

1.3 试验方法

1.3.1 胶原纤维膜的制备 将洗净牛皮剪成 $1\text{ cm} \times 1\text{ cm}$ 小块,将切块后的牛皮与 2.5 倍碎冰放入高速粉碎机中粉碎得皮浆。将 9.3 g 盐酸、25 g 甘油加入 1 000 mL 容量瓶配制 pH 值为 2 的酸液并定容。将皮浆分别与等质量的含 0.5% (质量分数) 软木纤维、200PF 纤维素、300PF 纤维素、500PF 纤维素的酸液混合,并用悬臂搅拌器搅拌约 5 min 使其混合均匀。在 $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下,酸化膨胀 18~24 h。在胶团中加入 9 倍质量的去离子水,使用悬臂搅拌器

搅拌至均匀状态,经 30 MPa 高压均质机均质 1 次后使用高速冷冻离心机在 4 000 r/min 条件下脱气 5 min。准确称量 40 g 脱气后胶原稀溶液于平板中,置于 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱干燥 36 h,成膜后将其置于恒温恒湿箱内平衡 72 h。以不添加纤维素的胶原纤维膜作为对照。

1.3.2 胶原纤维膜样品热收缩率的测定 将膜纵向剪成固定大小($4\text{ cm} \times 1\text{ cm}$)的样品条,测量长度记 L_0 。取样于去离子热水中分别煮 1、10 min 后取出,用滤纸吸干膜样品表面水分,再次测量长度为 L_1 ,膜样品的热收缩率为其收缩的长度。每个样品至少测 4 个平行。计算公式如下:

$$\text{热收缩率} = \frac{L_1 - L_0}{L_1} \times 100\% \quad (1)$$

1.3.3 胶原纤维膜样品热溶胀率的测定 将膜剪成固定大小($4\text{ cm} \times 1\text{ cm}$)的样品条,称质量记为 W_0 ,取样于去离子热水中分别煮 1、10 min 后取出,用滤纸吸干膜样品表面水分,再次称质量为 W_1 ,膜的热溶胀率为其煮后吸收的水分重量。每个样品至少测 4 个平行。计算公式如下:

$$\text{热溶胀率} = \frac{W_1 - W_0}{W_1} \times 100\% \quad (2)$$

1.3.4 胶原纤维膜样品湿溶胀率的测定 将膜剪成固定大小($4\text{ cm} \times 1\text{ cm}$)的样品条,称质量记为 W_0' ,取样于水中浸泡 1 min 后取出,用滤纸吸干膜样品表面水分,再次称质量为 W_1' ,膜的湿溶胀率为浸泡后吸收的水分质量。每个样品至少测 4 个平行。计算公式如下:

$$\text{湿溶胀率} = \frac{W_1' - W_0'}{W_1'} \times 100\% \quad (3)$$

1.3.5 干态下胶原纤维膜的机械特性测定 将膜样品裁剪成固定大小($5\text{ cm} \times 1\text{ cm}$)的样品条,将其夹到质构仪(TA.XTPlus100,源顺国际有限公司)的夹具后,先用螺旋测微器测定其厚度,随机测定 5 个点,计算平均值。随后测定膜样品的抗拉强度和断裂延伸率。测试原始长度为 30 mm,拉伸速率为 1.0 mm/s ,至少重复测试 8 个样品。抗拉强度和断裂延伸的计算公式如下:

$$\text{抗拉强度}(\text{MPa}) = \frac{\text{轴向拉伸力}(\text{N})}{\text{膜的宽度}(\text{mm}) \times \text{膜的厚度}(\text{mm})}; \quad (4)$$

$$\text{断裂延伸率} = \frac{\text{样品拉伸后的长度} - \text{样品拉伸前的长度}}{\text{样品拉伸前的长度}} \times 100\% \quad (5)$$

测试条件:夹具 A-MTG;测试参数:触发力为 10 g,测前速度为 1.0 mm/s,测试速度为 1.0 mm/s,测后速度为 6.0 mm/s。

1.3.6 湿状态下胶原纤维膜的机械特性测定 将膜样品裁剪成固定大小(5 cm × 1 cm)的样品条,置于水中浸泡 1 min 后取出,并用滤纸吸干表面水分,其他方法同“1.3.5”节。

1.3.7 煮状态下胶原纤维膜抗拉强度和断裂延伸率的测定 将膜样品裁剪成固定大小(5 cm × 1 cm)的样品条,置于水中分别煮 1 min 后和 10 min 后取出,并用滤纸吸干表面水分,其他方法同“1.3.5”节。

1.3.8 扫描电镜(SEM)观测 胶原纤维膜样品于液氮中冷冻断裂后。分别取表面样和截面样,喷金后于扫描电镜 100、500、1 000、10 000 倍下观察纤维素的排列结构。

1.3.9 傅立叶红外光谱(FTIR)分析 将胶原纤维膜样品剪成 2 cm × 2 cm 的小块,用傅里叶红外光谱仪进行测定,测试波数为 4 500 ~ 500 cm⁻¹,扫描次数为 16 次,分辨率为 4 cm⁻¹。

1.3.10 X 射线衍射(XRD)分析 将胶原纤维膜样品剪成 2 cm × 2 cm 的小块,用 X 射线衍射仪(D2 Phaser, Bruker AXS Germany)测试,测试条件:扫描范围 5° ~ 60°,步宽 0.02°,扫描速率 0.02°/0.1 s。

1.3.11 差式量热扫描(DSC)分析 取放置于相对湿度为 53% (25 °C)的亚克力干燥箱内平衡 72 h 之

后的膜样品 3 ~ 5 mg,密封于铝盒中,测定不同膜样品的热变温度,氮气氛围,扫描区间温度为 25 ~ 180 °C,升温速率为 5 °C/min。

1.4 数据统计与分析

使用 Origin Pro 2017 和 SPSS Statistics 软件分析所得数据和作图,结果以“平均值 ± 标准差”的形式表示,至少做 3 次平行。对数据进行单向方差分析(ANOVA),用邓肯多重范围检验来确定平均值的显著差异($P < 0.05$)。

2 结果与分析

对空白对照和添加了 0.5% 的软木纤维、200PF 纤维素、300PF 纤维素、500PF 纤维素的胶原纤维膜样品进行热收缩率、热溶胀率、湿溶胀率、力学性能、微观结构和热特性等综合分析,了解不同粒径纤维素对胶原纤维膜的影响规律及相关机制。

2.1 不同纤维素对胶原纤维膜热收缩率的影响

添加不同种类纤维素的胶原纤维膜样品的热收缩率见图 1,与空白对照相比,添加纤维素之后,在煮 1、10 min 条件下,膜样品的热收缩率均会出现一定程度的降低,且随着纤维素粒径的增大,膜样品的热收缩率下降也越明显,其中添加 500PF 纤维素膜样品的热收缩率下降最明显。表明 4 种纤维素均能在一定程度上提高膜样品的抗收缩能力,这可能是由于纤维素会对填充在胶原纤维膜基质中,在胶原热收缩时起到支撑的作用^[11]。

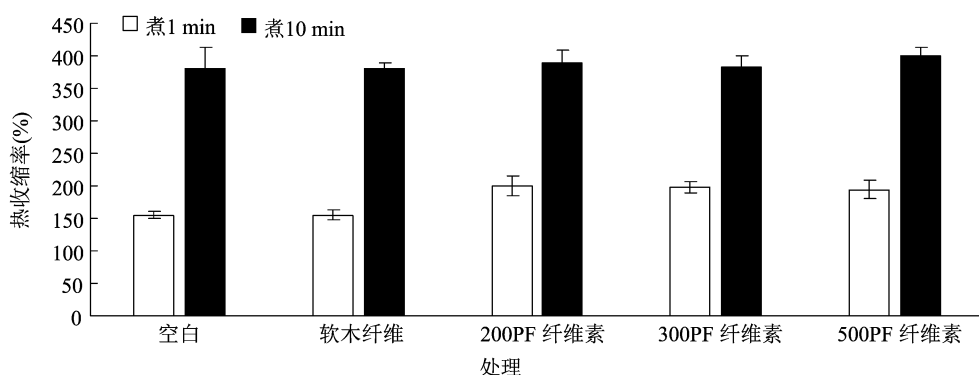


图1 各胶原纤维膜的热收缩率

2.2 不同纤维素对胶原纤维膜热溶胀率的影响

溶胀性可以反映胶原纤维膜的耐水性,同时与湿煮状态的机械特性相关^[13],添加不同种类纤维素的胶原纤维膜样品的热溶胀率见图 2。膜样品在煮 1 min 的条件下,热溶胀率与对照组相比均有一定程度的提升,其中提升最小的为软木纤维,添加其

他 3 种纤维素的膜样品的热溶胀率增加 30%,表明添加的几种纤维素破坏了胶原纤维膜的紧密结构,因而水分更容易进入膜基质内。在煮 10 min 的条件下,只有添加 300PF 纤维素的膜样品热溶胀率小于对照组,添加 200PF 和 500PF 纤维素的膜样品的热溶胀率略大于对照组,表明在煮较长时间的情况

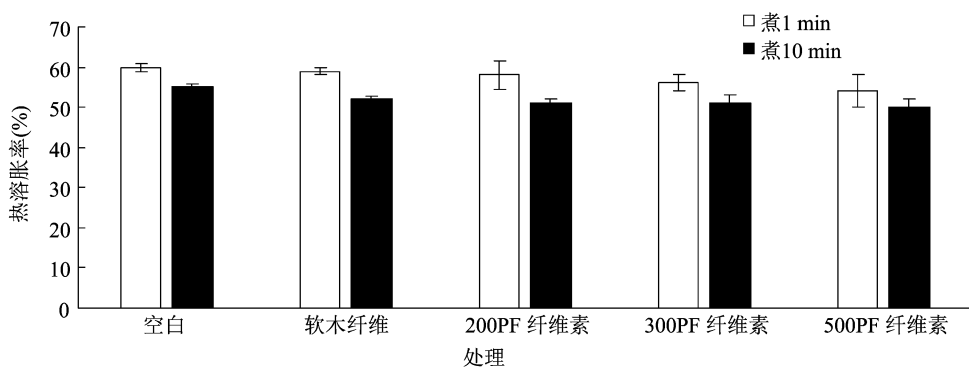


图2 各胶原纤维膜的热溶胀率

下,添加 300PF 纤维素较为合适。

2.3 不同纤维素对胶原纤维膜干、湿、煮状态机械特性的影响

由于在实际生产中,胶原纤维肠衣须要经受灌肠等内容物对肠衣壁的机械挤压作用,因此要具备一定的抗拉强度和耐拉伸性^[14]。但抗拉强度和断裂伸长率与胶原纤维肠衣的性能并不是完全呈正相关关系。强度不足时,容易出现肠衣破裂,而过高的抗拉强度则会降低食用品质,过大的断裂伸长率可能会出现咬不断的现象^[15]。使用物性分析仪对所制备的膜样品不同状态的抗拉强度和断裂延伸率进行测定,从图 3 可以看出,添加 4 种纤维素后,膜样品在干状态下的抗拉强度都有了不同程度的下降,说明不同粒径纤维素均会破坏胶原纤维膜的结构,且软木纤维的影响最大。但在湿状态或煮 1、10 min 状态下,添加纤维素的抗拉强度大多大于对照组,说明在湿热处理时,纤维素的添加可缓解胶原纤维膜样品机械强度的下降。这可能是由于纤维素可以缓解胶原纤维结构的破坏。对于断裂延伸率而言,在干状态下,200PF 和 500PF 的纤维素对胶原膜的断裂延伸率略有提升。添加软木纤维的膜样品在湿状态下展现出很大的断裂延伸率,可能是因为软木纤维与胶原纤维的相容性较好,形成了较好的融合^[8]。添加纤维素后的膜样品随着水煮时间的延长,断裂延伸率均明显降低,其中 500PF 纤维素的膜样品下降的程度最大,这可能是纤维素的加入使得膜样品中的胶原纤维更容易在水煮时被破坏,而粒径越大(500PF)破坏程度越大。总体而言,添加 200PF 纤维素对膜样品的积极影响最大,特别是在煮较长时间下,表现出较好的力学性能。

2.4 不同纤维素对胶原纤维膜微观形貌的影响

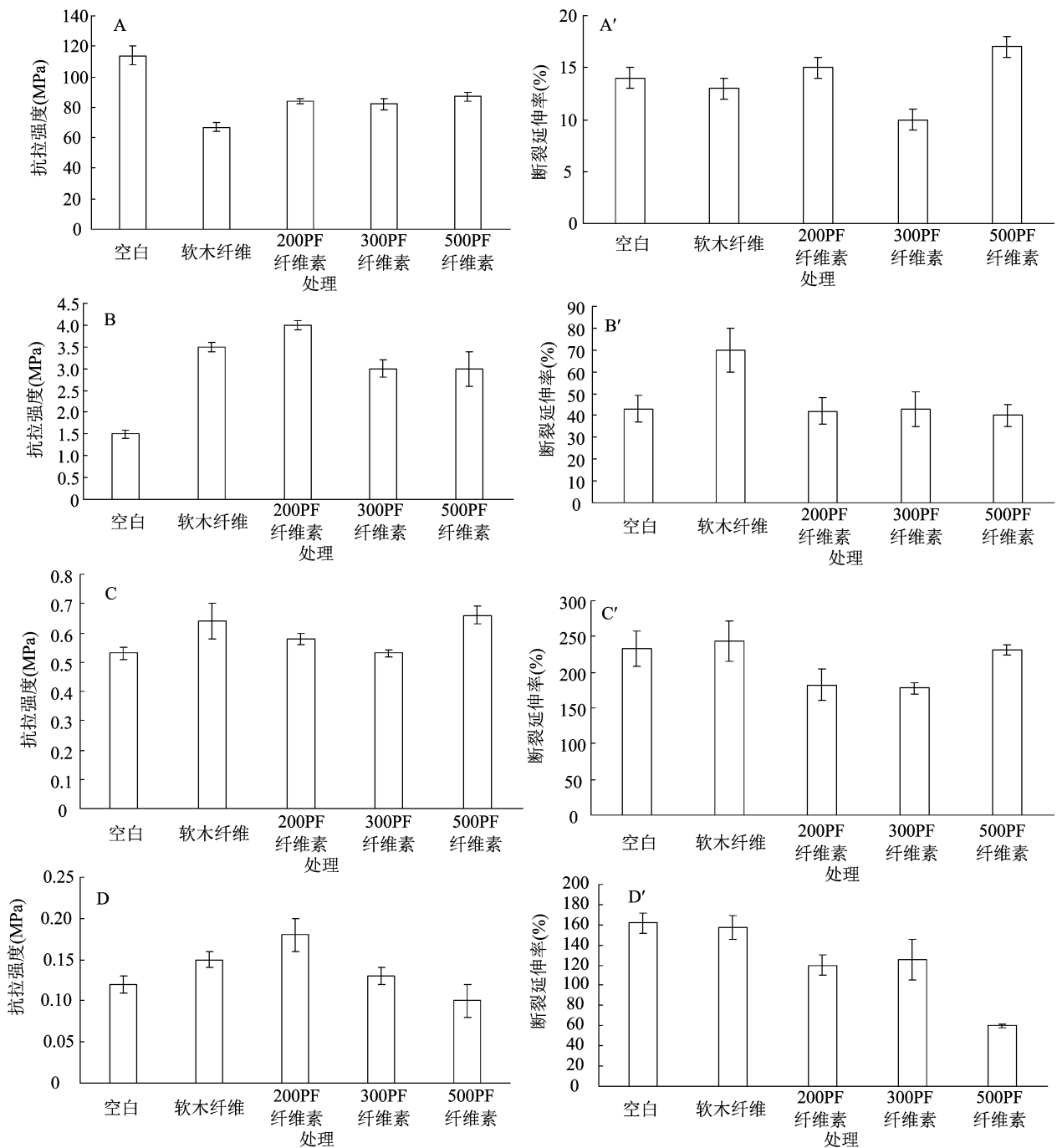
各胶原纤维膜样品扫描电镜图像见图 4,由上

至下依次为对照组、软木纤维、200PF 纤维素、300PF 纤维素、500PF 纤维素处理。空白组表面较为平整,无明显气孔及裂纹等缺陷,也存在部分胶原纤维聚集形成的小凸起。试验组在放大倍数为 100 倍情况下可以看到膜样品表面的纤维素凸起;在 1 000 倍状态下可以更为清晰地看出几种纤维素的形态,添加软木纤维素的膜样品较为粗糙,可能是由于其粒径较小,更容易发生聚集。200PF 纤维素和 300PF 纤维素的加入使膜样品变得较为致密。在 10 000 倍下可以观察到添加 200PF 纤维素的膜样品,胶原纤维聚集情况有所改善。而 500PF 纤维素可能由于粒径过大,使得膜表面隆起,从而使得膜表面变得粗糙。

2.5 不同纤维素对胶原纤维膜傅里叶红外光谱的影响

从图 5 可以看出,膜样品在 $4\,000 \sim 2\,500\text{ cm}^{-1}$ 的区域(氢键区)有 3 个胶原蛋白的特征峰,包括酰胺 A 谱带($3\,310 \sim 3\,290\text{ cm}^{-1}$)、酰胺 B 谱带($3\,070 \sim 3\,060\text{ cm}^{-1}$)和 $-\text{CH}_2$ 不对称伸缩振动峰($2\,930 \sim 2\,920\text{ cm}^{-1}$)。N—H 和 O—H 等 2 种共价键的伸缩会引起酰胺 A 谱带变化,而酰胺 A 对胶原蛋白的三股螺旋结构比较敏感^[16],在膜样品添加不同种类纤维素后,酰胺 A 谱带几乎无变化,表明所制备的胶原纤维膜中加入其他纤维素并没有生成新的官能团,胶原纤维的三股螺旋构型特征没有改变^[11]。

在 $1\,700 \sim 1\,200\text{ cm}^{-1}$ 的区域有酰胺 I 谱带($1\,650 \sim 1\,640\text{ cm}^{-1}$)、酰胺 II 谱带($1\,550 \sim 1\,540\text{ cm}^{-1}$)以及酰胺 III 谱带($1\,250 \sim 1\,240\text{ cm}^{-1}$)的出现,它们都是胶原蛋白的特征峰。其中酰胺 I 谱带为 $\text{C}=\text{O}$ 以及 $\text{C}=\text{N}$ 的伸缩振动峰,对胶原蛋白的三股螺旋结构变化较为敏感^[17],加入几种纤维素后,酰胺 I 谱带均变得更加尖锐,说明引起了



A~D 分别为干态、湿态、水煮 1min 和水煮 10 min 对应的拉伸强度(左)和断裂延伸率(右)

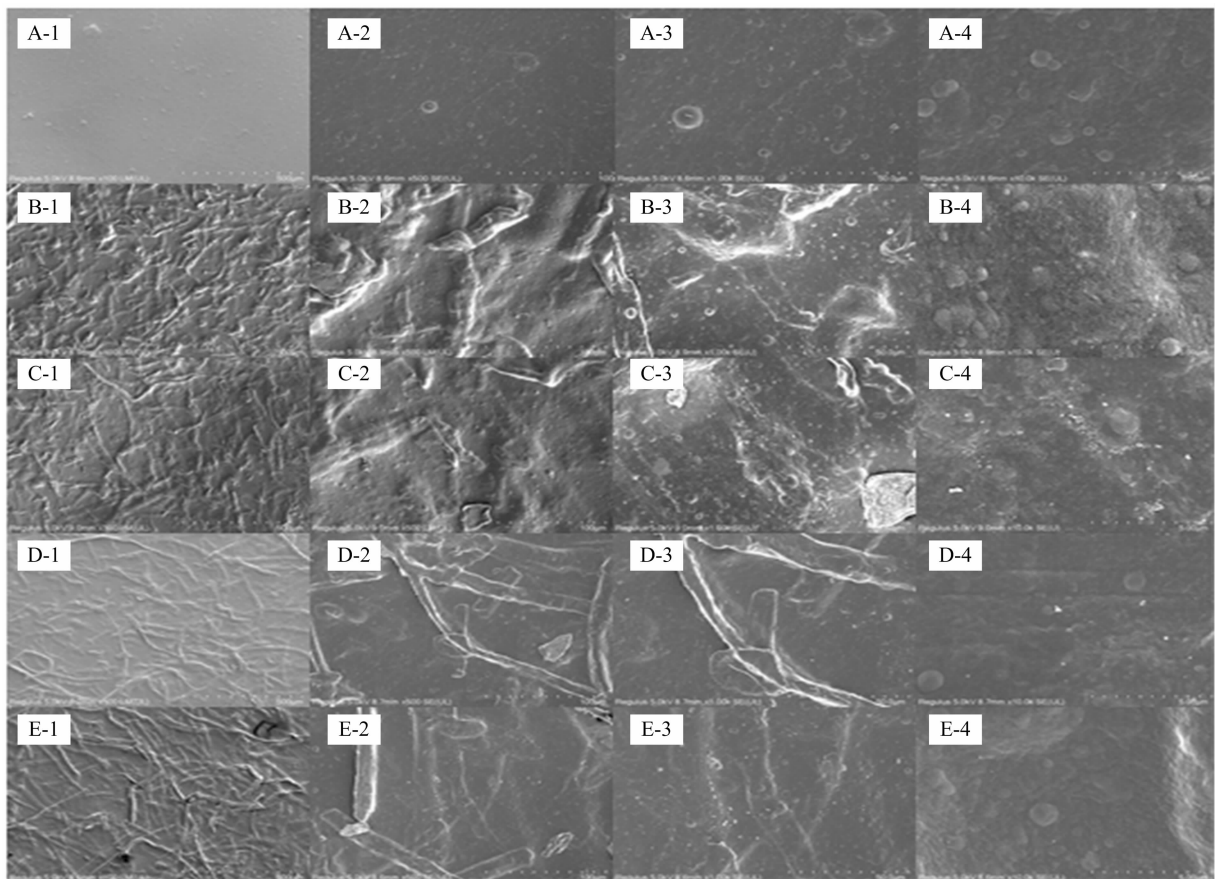
图3 各胶原纤维膜在不同状态下的拉伸强度(左)和断裂延伸率(右)

C=O 键的伸缩振动;酰胺 II 谱带与三股螺旋结构相关性较小,在纤维素加入后也变得更加尖锐,说明几种纤维素与胶原纤维之间均有氢键作用,影响最大的是 500 PF 纤维素;酰胺 III 谱带中 C—N 的拉伸振动,以及胶原蛋白的甘氨酸主链中—CH₂ 基团都会引起酰胺 III 谱带的变化,由 FTIR 图可以看出,纤维素的添加在一定程度上影响了胶原蛋白分子间的相互作用^[10],其中最显著的为软木纤维,这与

膜样品干态的力学性能具有一致性。

2.6 不同纤维素对胶原纤维膜的 X 射线衍射图谱的影响

采用 X 射线衍射分析可以确定不同胶原纤维分子的结构,也能显示出胶原中三股螺旋的含量^[18]。从图 6 可以看出,胶原纤维膜样品均具有 2 个明显的特征峰,分别为 $2\theta = 8.32^\circ$ 的尖锐的峰和 $2\theta = 17.26^\circ$ 时的宽峰。与对照组相比,添加纤维素



A~E 分别为空白、软木纤维、200PF 纤维素、300PF 纤维素、500PF 纤维素处理；左一图(如 A-1)为放大 100 倍；左二图(如 A-2)为放大 500 倍，左三图(如 A-3)为放大 1 000 倍；右图(如 A-4)为放大 10 000 倍

图4 各胶原纤维膜的扫描电子显微图像

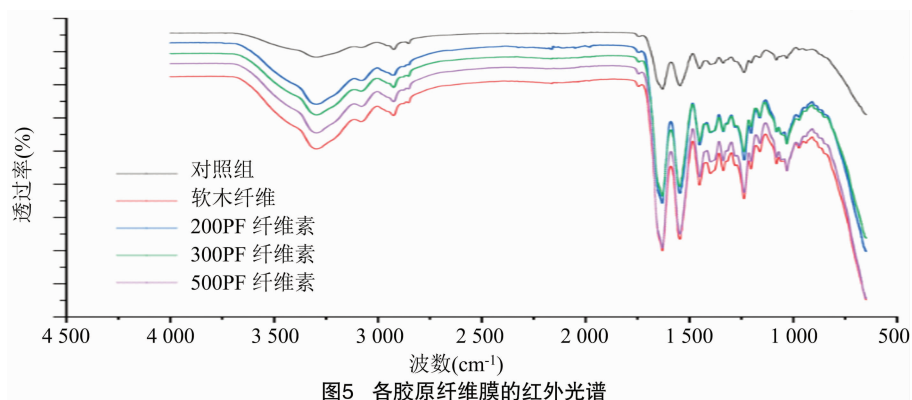


图5 各胶原纤维膜的红外光谱

的膜样品在 $2\theta = 22.84^\circ$ 处有较为尖锐的特征峰,此处显示的为 4 种纤维素的结晶度,最为明显的是 300PF 纤维素,可以看出在纤维素与胶原纤维形成的聚合物结晶度会发生变化。 $2\theta = 8.32^\circ$ 附近的峰与三股螺旋结构有关,其峰强度与膜样品中三股螺旋结构的含量呈正相关。在加入软木纤维后对该特征峰无明显影响,表明纤维素的添加对胶原纤维的三股螺旋结构影响较小,主要为物理填充和网络结构增强作用^[11],此结果与 FTIR 图谱所显示的结

果一致。

2.7 不同纤维素对胶原纤维膜热稳定性的影响

采用差示扫描量热仪对该组膜样品的热性能进行测定,从图 7 可以看出,所有膜样品都有 1 个吸收峰,为胶原纤维的三股螺旋结构转化为杂乱无序的单链结构的转化峰,峰值温度的变化与胶原纤维分子的降解过程密切相关^[18-19],此温度均为 90°C 左右,说明胶原蛋白发生了热变性,这与相关报道中胶原纤维的变性温度^[18]基本一致。

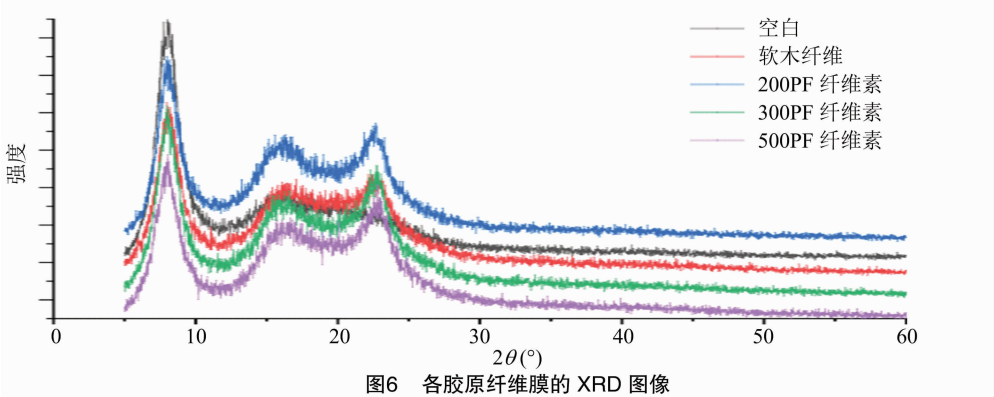


图6 各胶原纤维膜的 XRD 图像

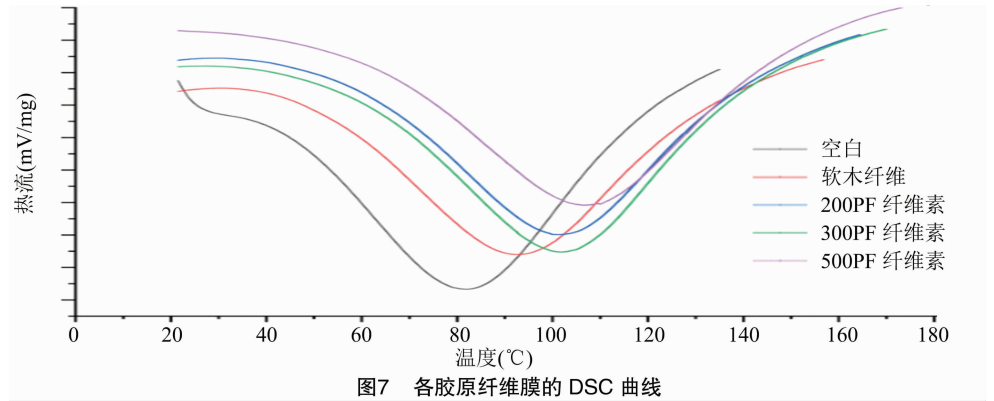


图7 各胶原纤维膜的 DSC 曲线

继续升高温度,膜样品也不再出现突变峰,形成一条较为平滑的线,表明纤维素也是在 90 ℃左右发生了热变性。纤维素的加入对膜样品的热稳定性起到了积极作用,其中最有效的是 500PF 纤维素,它使得峰值温度由 81.95 ℃升高到 93.49 ℃(表 2)。这可能是因为纤维素的热稳定性高,复合后能够增强整体的热稳定性,且粒径越大越稳定^[8]。

表 2 不同胶原纤维膜的 DSC 特征温度

纤维素种类	温度(℃)		
	起始	终止	峰值
空白	54.34	119.11	81.95
软木纤维	45.78	126.43	85.50
200PF 纤维素	50.39	131.15	91.93
300PF 纤维素	43.93	131.41	91.91
500PF 纤维素	49.19	130.69	93.49

3 讨论与结论

本研究通过对添加不同种类纤维素的膜样品的微观结构进行观测和物性进行测定,综合分析可知,不同粒径纤维素的添加可通过物理填充而降低胶原纤维膜的热收缩率,但纤维素与胶原纤维之间排列形成的缝隙便于水分的渗入,从而增大了其热溶胀率,且随着纤维素粒径的增大而更加明显。无

论哪种粒径的纤维素,总体上均未改变胶原的三股螺旋结构,但提高了胶原纤维膜的湿、煮机械特性和热稳定性,其中添加 500PF 的纤维素时,水煮 10 min 时机械特性下降明显,而热变性温度提升最明显,约为 12 ℃。研究结果表明,200PF 纤维素为最合适的种类,它对膜样品的表面结构影响较小,同时跟胶原纤维形成较为紧密的结构,对膜的其他性质均有一定改善。

参考文献:

[1]李贞景. 我国胶原蛋白肠衣市场前景广阔[J]. 肉类工业,2014 (8):1-2.

[2]杨 坤,陈树兴,赵胜娟,等. 可食性蛋白膜研究进展[J]. 食品研究与开发,2009,30(7):174-178.

[3]叶 勇. 人造胶原肠衣的研制及特性表征[D]. 成都:四川大学,2004.

[4]Gennadios A. Protein-based films and coatings[M]. Boca Raton: CRC Press,2002.

[5]Battersby R E,Goldfarb E,Soto M A,et al. Edible collagen casings finished with polysorbate;US2015296812[P]. 2015-04-15.

[6]李佳昕. 牛皮中纤维体的制备、表征及产品开发[D]. 上海:东华大学,2019.

[7]刘少博,陈复生,徐卫河,等. 胶原蛋白的提取及其可食性膜的研究进展[J]. 食品与机械,2014,30(2):242-246.

[8]周 伟. 软木纤维复合材料研究[D]. 杨凌:西北农林科技大学,2008.

田光辉, 庞海霞, 刘存芳, 等. 玫瑰红景天粗脂肪的成分及其性质分析[J]. 江苏农业科学, 2020, 48(18): 205–210.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2020.18.041

玫瑰红景天粗脂肪的成分及其性质分析

田光辉, 庞海霞, 刘存芳, 刘军海, 吴睿, 张强, 王伟

(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:以乙醚为溶剂, 利用索氏提取器提取玫瑰红景天的粗脂肪并用气相色谱-质谱联用仪(gas chromatography-mass spectrometry, 简称 GC-MS)分析其组分; 测定玫瑰红景天粗脂肪的抗菌活性及其对 1,1-二苯基-2-三硝基苯肼(1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl, 简称 DPPH)自由基、羟自由基的清除率, 以确定其抗氧化活性。结果表明, 玫瑰红景天粗脂肪的主要组分为乙酸二十三醇酯(31.71%)、乙酸二十七醇酯(20.55%)、乙酸二十一醇酯(17.89%)、香叶醇(3.96%)、1-辛醇(2.87%)、1-二十一醇(2.75%)、亚麻酸(2.58%)等; 玫瑰红景天粗脂肪对抗菌试验菌株均有抑制和灭活作用, 其中对白色念珠菌 ATCC 10231 株的最小抑菌浓度(minimum inhibitory concentration, 简称 MIC)为 0.08 mg/mL, 最小杀菌浓度(minimum bactericidal concentration, 简称 MBC)为 0.72 mg/mL, 对金黄色葡萄球菌 ATCC 25925 株的 MIC 为 0.16 mg/mL, MBC 为 2.18 mg/mL; 对 DPPH 自由基和羟自由基均有清除作用, 对 DPPH 自由基、羟自由基的半抑制浓度(IC₅₀)分别为 0.005 7、0.010 2 mg/mL。由研究结果可以看出, 玫瑰红景天粗脂肪有潜在的应用价值。

关键词:玫瑰红景天; 粗脂肪; 气相色谱-质谱法; 抗菌活性; 抗氧化活性

中图分类号: R284.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2020)18-0205-06

玫瑰红景天(*Rhodiola rosea* L.) 又名为蔷薇红景天^[1], 为景天科红景天属一种多年生草本植物, 在我国西藏、宁夏、甘肃等地及朝鲜、保加利亚、芬

兰等国家有分布^[2-3], 是被广泛使用的中药材。玫瑰红景天有玫瑰香味, 全草药食两用, 中药常用其根茎, 其性味“甘、苦、平。归肺、心经”, 其气香甜、味苦涩, 能“扶正固本”。《神农本草经》中将红景天列为药中上品, 并指出: 服用红景天可轻身益气, 不老延年, 无毒多服。玫瑰红景天有抗病毒、抗抑郁、抗缺氧、抗疲劳、抗辐射、抗肿瘤、活血化瘀等生物活性^[4-5], 常用于治疗气虚血瘀、胸痹心痛、中风偏瘫、倦怠气喘、冠心病等病症, 同时具有保护心脑血管的功能^[6], 还能益气活血、通脉平喘。这些生物

收稿日期: 2019-09-16

基金项目: 陕西省科技厅社会发展科技攻关项目(编号: 2018SF-307); 陕西省教育厅重点实验室项目(编号: 19JS011)。

作者简介: 田光辉(1970—), 男, 陕西渭南人, 硕士, 教授, 从事天然产物开发与利用研究。E-mail: tianguang@snut.edu.cn。

通信作者: 刘存芳, 硕士, 教授, 从事药用活性分子筛选研究。Tel: (0916) 2641670; E-mail: liucf@snut.edu.cn。

[9] 薛兴福. 绿色胶原蛋白食品包装膜的研制[D]. 成都: 四川师范大学, 2006.

[10] Ding C C, Zhang M, Li G Y. Preparation and characterization of collagen/hydroxypropyl methylcellulose (HPMC) blend film[J]. Carbohydrate Polymers, 2015, 119: 194–201.

[11] Long K Y, Cha R T, Zhang Y P, et al. Cellulose nanocrystals as reinforcements for collagen-based casings with low gas transmission[J]. Cellulose, 2018, 25(1): 463–471.

[12] 高洁, 汤烈贵. 纤维素科学[M]. 北京: 科学出版社, 1996.

[13] 曾多. 胶原肠衣熟化工艺及其对肠衣性能的影响[D]. 重庆: 重庆大学, 2017.

[14] Zhang S, Wang Y, Herring J L, et al. Characterization of edible film fabricated with channel catfish (*Ictalurus punctatus*) gelatin extract using selected pretreatment methods[J]. Journal of Food Science, 2007, 72(9): C498–C503.

[15] Gómez-Estaca J, Montero P, Fernández-Martín F, et al. Physico-chemical and film-forming properties of bovine-hide and tuna-skin gelatin: a comparative study[J]. Journal of Food Engineering, 2009, 90(4): 480–486.

[16] Koide T, Daito M. Effects of various collagen crosslinking techniques on mechanical properties of collagen film[J]. Dental Materials Journal, 1997, 16(1): 1–9.

[17] Liu F, Majeed H, Antoniou J, et al. Tailoring physical properties of transglutaminase-modified gelatin films by varying drying temperature[J]. Food Hydrocolloids, 2016, 58: 20–28.

[18] 刘京龙. 皮胶原纤维的结构与耐干热性能研究[D]. 郑州: 郑州大学, 2005.

[19] Reimold F, Nothnagel C, Thiemig F. Suitability of casing material for fermented sausages used at unsteady climate conditions[J]. Fleischwirtschaft, 2010, 90(12): 87–92.