

新鲜菊芋的预处理 及微波辅助提取菊粉的研究

胡秀沂^{1,2}, 邱树毅^{1,2,*}, 王慧^{1,2}, 周剑丽^{1,2}, 汤瑜^{1,2}

(1.贵州省发酵工程与生物制药重点实验室, 贵州贵阳 550003; 2. 贵州省贵州大学化学工程学院, 贵州贵阳)

摘要:通过均匀设计实验优化新鲜菊芋预处理工艺, 得到最佳工艺条件为: 在 100 条件下烫漂 10min, 再在 50 干制 7h。采用微波辅助提取工艺可有效提取菊芋中的菊粉, 通过正交实验得到微波辅助提取菊粉的最佳工艺条件是: 菊芋与水固液比 1 18, 功率 400W, 微波作用 270s 在 95 条件下提取 40min, 菊粉提取率高达 99%。

关键词:菊芋, 预处理, 微波辅助提取, 菊粉

Abstract:The pretreatment process of fresh Jerusalem anichoke is achieved by the uniform design, and the optimized process is obtained as follows: the fresh Jerusalem anichoke is scalded for 10min at 100 , then desiccated for 7h at 50 . The inulin from Jerusalem anichoke is extracted effectively by microwave - assisted extraction, and the optimized process is as follows:1 18 of Jerusalem anichoke to water, microwave power at 400W for 270s, further extraction at 95 for 40min. Under this optimal condition the rate of extraction is 99%.

Key words:Jerusalem anichoke; pretreatment; microwave - assisted extraction; inulin

中图分类号: TS255.1 文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2007)04-0150-04

菊芋 (Jerusalem anichoke) 又名洋姜, 为多年生草本植物, 其块茎中含有 15%~20% 营养价值和营养价值都很高的菊粉。菊粉是一种由果糖分子通过 β -(2, 1) 糖苷键连接形成的直链生物多糖, 还原性末端以葡萄糖分子结尾 (GF_n), 聚合度 (DP) 大约为 2~60, 具有水溶性膳食纤维和生物活性前体的生理功能, 在人体内可延长碳水化合物的供能时间, 又不显著提高血糖水平, 代谢不需要胰岛素, 有助于减少糖尿病对胰岛素的依赖性和需要, 控制血糖水平; 可以预防糖尿病人的低血糖, 并且对肠道双歧杆菌的生长有明显的促进作用; 作为糖、脂肪替代物而大量用于低热量、低糖、低脂肪食品中, 且可显著改善无脂或

低脂食品的口感和质感。所以, 菊粉的开发利用受到了国际食品界的高度重视。微波是频率介于 300MHz 和 300GHz 之间的电磁波。利用微波强化固液浸提过程是颇具发展潜力的一种新型辅助提取技术。其原理是微波射线辐射于溶剂并透过细胞壁到达细胞内部, 由于溶剂及细胞液吸收微波能, 细胞内部温度升高, 压力增大。当压力超过细胞壁的承受能力时, 细胞壁破裂, 位于细胞内部的有效成分从细胞中释放出来, 传递转移到溶剂周围被溶剂溶解。菊芋中含有较多量的多酚氧化酶类物质, 多酚氧化酶 (PPO) 会使菊芋发生酶促褐变。本文采用热水烫漂的方法钝化菊芋中的多酚氧化酶, 实现新鲜菊芋的预处理, 制得颜色呈淡黄的菊芋干片。并采用微波技术, 对菊芋干片中的菊粉进行辅助提取研究, 得到微波辅助提取菊粉的优化工艺条件。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

菊芋 购于贵州贵阳五里冲农副产品贸易市场; 苯酚 天津市化学试剂一厂; D-果糖 上海山浦化工有限公司; 3,5-二硝基水杨酸 中国医药(集团)上海化学试剂公司; 邻苯二酚 天津市科密欧化学试剂开发中心; 其他化学试剂 均为分析纯。

微波炉 HR-7803D, 青岛海尔微波制品有限公司; 高速万能粉碎机 FW-200, 北京中兴伟业仪器有限公司; 恒温水浴锅 金坛市正基仪器有限公司; 恒温干燥箱 101-1A 型, 沪南电炉烘箱厂; Sigma3K18 离心机, ARA520 电子天平, 岛津 UV-2550 紫外分光光度计, 组织捣碎机, 万用电炉, 机械定时器。

1.2 测定方法

1.2.1 多酚氧化酶的酶活性测定

1.2.1.1 PPO 粗酶液提取 100g 新鲜菊芋预冷、剪碎, 加入 200mL 预冷的 0.2mol/L pH6.8 的磷酸缓冲液, 在组织捣碎机中打浆 10min, 然后 4000r/min 离心

收稿日期: 2006-09-20 * 通讯联系人

作者简介: 胡秀沂 (1981-), 女, 硕士, 研究方向: 食品生物技术应用。

10min, 取上清液于-18℃条件下冷冻约12h后室温下解冻, 再14000r/min冷冻离心10min, 得到上清液即为PPO粗酶液。

1.2.1.2 PPO酶活性测定 用0.2mol/L pH7.4的磷酸缓冲液配制0.2%的邻苯二酚底物液, 取此底物液5mL, 加入0.5mL粗酶液, 迅速混匀, 以5mL 0.2 mol/L pH7.4的磷酸缓冲液代替底物液, 并加入0.5mL粗酶液为对照, 415nm处准确测定酶促反应1min时的OD值。按25℃条件下反应体系每分钟增加0.001 OD值为一个相对酶活性单位计算PPO活性。

1.2.2 总糖含量测定方法(苯酚硫酸法)

1.2.2.1 测定原理 糖类物质被浓硫酸水合产生的高温迅速水解成单糖, 该单糖在强酸性条件下, 与苯酚反应生成橙色衍生物。它在490nm处有最大吸收, 其吸光度与浓度呈线性关系。

1.2.2.2 标准曲线制作 精密称取103干燥到恒重的果糖对照品100.0mg, 置1L容量瓶中, 加水适量使溶解, 稀释至刻度, 摇匀, 得0.1g/L果糖标准溶液。精密吸取0.20、0.40、0.60、0.80、1.00、1.20、1.40mL上述溶液加入到具塞试管中, 补水至2mL, 精密加入6%重蒸酚溶液1.0mL, 迅速加入浓硫酸5.0mL, 盖上塞, 摇匀, 静置10min后, 置沸水浴加热10min, 于490nm处测定吸光度。同样处理蒸馏水为空白, 以吸光度为纵坐标, 果糖的含量微克数为横坐标, 所得标准曲线为 $y=0.00851x+0.06929$, 相关系数为0.9992。

1.2.3 还原糖含量测定方法(DNS比色法)

1.2.3.1 还原糖测定原理 在碱性条件下, 还原糖与3,5-二硝基水杨酸(DNS)共热, 3,5-二硝基水杨酸被还原为3-氨基-5-硝基水杨酸(棕红色物质), 还原糖则被氧化成糖酸及其他产物。在一定范围内, 还原糖的量与棕红色物质颜色深浅的程度呈一定的比例关系, 在540nm波长下测定棕红色物质的吸光度, 查对标准曲线并计算, 便可求出样品中还原糖的含量。

1.2.3.2 标准曲线制作 取7支25mL容量瓶, 编号为

0号、1-6号。精密吸取0.020、0.40、0.6、0.80、1.00、1.20mL果糖标准溶液(1mg/mL)加入到已编号的容量瓶中, 补水至2mL, 精密加入DNS试剂1.5mL。将各管摇匀, 在沸水浴中加热5min, 取出后立即冷却至室温, 再以蒸馏水定容至25mL, 混匀。在540nm波长下, 用0号管调零, 分别读取1-6号管的吸光度。以吸光度为纵坐标, 果糖毫克数为横坐标, 所得标准曲线为 $y=0.56243x-0.0112$, 相关系数为0.9996。

1.2.4 菊粉含量的计算方法 菊粉含量(% g/g)=总糖含量-还原糖含量

$$\text{菊粉提取率}(\%) = \frac{\text{提取液中菊粉含量}}{\text{菊芋中菊粉含量}} \times 100\%$$

1.3 新鲜菊芋的预处理

新鲜菊芋 洗涤去皮 切片 热水烫漂灭酶(测定PPO酶活, 计算酶活保存率) 于烘箱低温烘干 制得菊芋干片

1.4 菊芋干片中菊粉的提取工艺流程

菊芋干片中菊粉的提取, 可根据是否把菊芋干片粉碎成粉末来分成两种提取工艺流程:

1.4.1 流程一(未粉碎) 称取10g菊芋干片, 浸泡在少量蒸馏水中, 然后用搅拌机将菊芋打碎, 加入一定量蒸馏水, 在一定温度下, 搅拌提取一定时间后, 最后用四层滤布过滤并榨汁, 所得滤液为菊粉提取液。

1.4.2 流程二(已粉碎) 菊芋干片经粉碎后, 称取10g菊芋粉末, 溶解于一定量的蒸馏水中, 在一定温度下, 搅拌提取一定时间后, 离心分离, 沉淀榨汁后再次离心, 合并两次离心上清液。所得样液为菊粉提取液。

1.5 微波辅助提取菊粉的工艺流程

菊芋干片粉碎后, 称取10g菊芋粉末, 溶解于少量的蒸馏水中, 在一定微波功率下处理一定时间后, 加入一定量的蒸馏水, 在一定温度下, 搅拌提取一定时间, 然后离心分离, 沉淀榨汁后再次离心, 合并两次离心上清液。所得样液为菊粉提取液。

2 结果与分析

2.1 新鲜菊芋预处理的最佳工艺条件的确定

表1 均匀设计实验及实验结果

| 实验号 | 烫漂温度(°C) | 烫漂时间(min) | 干制温度(°C) | 干制时间(h) | 成品复水色泽 | PPO保存率(%) |
|-----|----------|-----------|----------|---------|--------|-----------|
| 1 | 70 | 2.5 | 60 | 6 | 1 | 63.17 |
| 2 | 70 | 5 | 40 | 5 | 3 | 35.41 |
| 3 | 70 | 7.5 | 70 | 6 | 2 | 33.29 |
| 4 | 80 | 7.5 | 50 | 4 | 3 | 25.64 |
| 5 | 80 | 10 | 40 | 7 | 3 | 11.99 |
| 6 | 80 | 10 | 60 | 5 | 2 | 12.04 |
| 7 | 90 | 2.5 | 70 | 4 | 4 | 14.87 |
| 8 | 90 | 5 | 50 | 7 | 6 | 13.31 |
| 9 | 90 | 7.5 | 40 | 6 | 4 | 10.34 |
| 10 | 100 | 2.5 | 50 | 5 | 6 | 13.67 |
| 11 | 100 | 5 | 70 | 7 | 6 | 10.62 |
| 12 | 100 | 10 | 60 | 4 | 5 | 9.56 |

注: 成品复水色泽的量化判断如下: 1- 颜色极差(黑褐色); 2- 颜色很差(棕褐色); 3- 颜色差(干片边缘呈棕褐色); 4- 颜色中等(干片边缘呈微褐色, 中间呈淡黄色); 5- 颜色好(淡黄色, 基本无棕色); 6- 颜色很好(淡黄色, 无棕色)。

对新鲜菊芋进行预处理制备菊芋干片,主要是钝化菊芋中的多酚氧化酶(简称PPO)的酶活。为得到最佳的预处理条件,利用均匀设计实验对PPO进行钝化处理,从而得到制备菊芋干片的优化工艺。考察了烫漂温度、烫漂时间、干制温度、干制时间等因素对PPO酶活保存率和菊芋干片成品复水色泽的影响。均匀设计实验水平表及实验结果见表1。对均匀设计实验的实验数据进行单因素方差分析(使用统计分析软件spss13.0),其分析结果见表2和表3。

如表2和表3所示,表中p值越小,该因素的影响就越显著。因此,可看出,烫漂温度对成品复水色泽和PPO酶活保存率的影响都非常显著,而其它三个因素的影响则不显著。综合考虑各因素对成品复水色泽和PPO酶活保存率的影响,可得到最佳的工艺条件是:烫漂温度100、烫漂时间10min、干制温度50、干制时间7h。

表2 各因素对成品复水色泽的影响

| 因素 | 烫漂温度 () | 烫漂时间 (min) | 干制温度 () | 干制时间 (h) |
|------|-------------|---------------|-------------|-------------|
| F值 | 11.667 | 11.667 | 1.019 | 1.365 |
| p值 | 0.003 | 0.563 | 0.434 | 0.321 |
| 显著性 | ++ | - | - | - |
| 主次顺序 | | | | |
| 最优水平 | 100 | 5 | 50 | 7 |

表3 各因素对成品PPO保存率的影响

| 因素 | 烫漂温度 () | 烫漂时间 (min) | 干制温度 () | 干制时间 (h) |
|------|-------------|---------------|-------------|-------------|
| F值 | 8.094 | 0.690 | 0.213 | 1.333 |
| p值 | 0.008 | 0.583 | 0.885 | 0.330 |
| 显著性 | ++ | - | - | - |
| 主次顺序 | | | | |
| 最优水平 | 100 | 10 | 50 | 7 |

2.2 微波辅助提取与常规提取工艺的比较

按所述的工艺流程(各工艺流程所采用的工艺条件见表5),得到菊粉提取液,测定其总糖、还原糖含量后得到菊粉含量及菊粉提取率。比较两种提取方法的效果,结果见表4。

表5 两种方法比较的工艺条件列表

| 提取方法 | 微波功率(W) | 微波时间(s) | 提取温度() | 提取时间(min) | 固液比 |
|----------|---------|---------|---------|-----------|-----|
| 流程一(未粉碎) | - | - | 95 | 60 | 120 |
| 流程二(已粉碎) | - | - | 95 | 60 | 120 |
| 微波辅助提取 | 400 | 120 | 95 | 60 | 120 |

表6 正交实验因素水平表

| 水平 | 因素 | | | | |
|----|-----------|-----------|-------------|-----------|-------|
| | A 微波时间(s) | B 微波功率(W) | C 提取时间(min) | D 提取温度() | E 固液比 |
| 1 | 90 | 800 | 80 | 85 | 116 |
| 2 | 180 | 560 | 60 | 90 | 118 |
| 3 | 270 | 400 | 40 | 95 | 120 |
| 4 | 360 | 240 | 20 | 100 | 122 |

表4 微波辅助提取与常规提取工艺的比较

| 提取方法 | 常规提取流程 | 常规提取流程 | 微波辅助提取 |
|------------|--------|--------|--------|
| | 一(未粉碎) | 二(已粉碎) | |
| 粗提液菊粉含量(%) | 39.39 | 44.72 | 50.24 |
| 菊粉提取率(%) | 65.50 | 73.86 | 82.97 |

从表4、表5的数据可看出,常规提取工艺中,菊芋干片经过粉碎后的菊粉提取率明显高于未经粉碎的菊粉提取率,这是由于粉碎后,菊芋与水混合更加均匀,其中的糖类物质更容易浸出。而微波辅助提取的菊粉提取率比常规提取工艺的两种流程的菊粉提取率都要高,这是由于微波辐射导致细胞内的极性物质,尤其是水分子吸收微波能量产生大量的热量,使细胞内的温度迅速上升,液态水汽化产生的压力将细胞膜和细胞壁冲破,形成微小的孔洞。再进一步加热,细胞内部和细胞壁水分减少,细胞收缩,表面出现裂纹。孔洞和裂纹的存在使细胞外溶剂进入细胞内,溶解并释放细胞内的糖类物质,从而使菊粉更多的被水浸提出来^[9]。

2.3 微波辅助提取菊粉的最佳工艺确定

为得到最佳的微波提取方案,按照1.5所述的工艺流程,采用正交实验优化工艺条件,考察了微波处理时间(简称微波时间)、微波处理功率(简称微波功率)、提取时间、提取温度、固液比五个因素对菊粉提取率的影响,选用 $L_{16}(4^5)$ 正交表进行实验,正交实验因素水平表见表6,实验结果与方差分析表略。由极差分析可得,因素B对菊粉提取率的影响最大,其次是D、A、E、C;微波辅助提取的最佳工艺条件为 $B_3D_4A_3E_2C_3$,即微波时间270s、微波功率400W、提取时间40min、提取温度95、固液比118。由极差值也可看出,B、D、A三个因素对菊粉提取率的影响较为显著,而E、C这两个因素的极差相差不大,对菊粉提取率的影响也不明显。

3 结论

3.1 菊芋中含有丰富的多酚氧化酶,而多酚氧化酶在空气作用下易导致菊芋褐变,因此,对新鲜菊芋中

(下转第155页)

表3 正交实验方案和结果分析

| 实验号 | 空列 | A | A×C | C | B | A×B | A×B×C | B×C | 菊糖含量 |
|----------------|------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|-------|
| 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 3.8 |
| 2 | 1 | 1 | 1 | 1 | 2 | 2 | 2 | 2 | 3.2 |
| 3 | 1 | 1 | 2 | 2 | 1 | 1 | 2 | 2 | 3.38 |
| 4 | 1 | 1 | 2 | 2 | 2 | 2 | 1 | 1 | 4.64 |
| 5 | 1 | 2 | 1 | 2 | 1 | 2 | 1 | 2 | 2.6 |
| 6 | 1 | 2 | 1 | 2 | 2 | 1 | 2 | 1 | 3.64 |
| 7 | 1 | 2 | 2 | 1 | 1 | 2 | 2 | 1 | 3.15 |
| 8 | 1 | 2 | 2 | 1 | 2 | 1 | 1 | 2 | 3.57 |
| 9 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 3.6 |
| 10 | 2 | 2 | 2 | 2 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3.75 |
| 11 | 2 | 2 | 3 | 3 | 2 | 2 | 3 | 3 | 3.91 |
| 12 | 2 | 2 | 3 | 3 | 3 | 3 | 2 | 2 | 3.08 |
| 13 | 2 | 3 | 2 | 3 | 2 | 3 | 2 | 3 | 2.31 |
| 14 | 2 | 3 | 2 | 3 | 3 | 2 | 3 | 2 | 2.21 |
| 15 | 2 | 3 | 3 | 2 | 2 | 3 | 3 | 2 | 2 |
| 16 | 2 | 3 | 3 | 2 | 3 | 2 | 2 | 3 | 1.8 |
| T ₁ | 28.1 | 14.924 | 13.303 | 13.786 | 12.94 | 14.405 | 14.426 | 15.061 | 50.64 |
| T ₂ | 22.7 | 27.323 | 26.463 | 25.246 | 26.751 | 25.028 | 24.27 | 23.695 | |
| T ₃ | | 8.324 | 20.501 | 11.525 | 10.868 | 11.128 | 11.865 | 11.806 | |
| X ₁ | 3.48 | 3.728 | 3.325 | 3.447 | 3.235 | 3.60 | 3.607 | 3.765 | |
| X ₂ | 2.84 | 3.415 | 3.308 | 3.156 | 3.343 | 3.128 | 3.034 | 2.961 | |
| X ₃ | | 2.081 | 5.125 | 2.881 | 2.717 | 2.782 | 2.966 | 2.951 | |
| R | | 1.692 | 1.817 | 0.292 | 0.627 | 0.347 | 0.640 | 0.813 | |

牛蒡去皮后很容易褐变,主要原因是牛蒡中存在多酚类及多酚氧化酶,在加工过程中,使牛蒡的色泽变劣,感官品质下降。本实验以护色剂的护色效果和护色剂对于牛蒡中菊糖含量的影响为主要指标,得出以0.7%的维生素C或0.5%的柠檬酸护色效果最好,并且在110℃烘干时,牛蒡中菊糖的含量损失少。牛蒡中的菊糖在热浸提过程中,浸提条件对其影响较大,固液比是主要影响因素,其次是温度,最后是时间,进行有交互作用的正交实验得到:固液比为1:7、浸提温度90℃、浸提时间为50min时浸提效果最佳。

参考文献:

- [1] 李光河.牛蒡的贮藏与加工[J].农村科技开发,2004(11):27.
- [2] 朱宏吉,郭强.菊粉应用研究的新发展[J].中国糖料,2000(4):55-57.
- [3] 李建松.去皮牛蒡护色方法的研究[J].江苏食品与发酵,1998(3):17-18.
- [4] 周伟庆.牛蒡根食用及深加工[J].中国保健食品,2003(5):19-20.
- [5] 林加涵,魏文铃.现代生物学实验(下册)[M].北京:高等教育出版社,2001.15-17.

(上接第152页)

的多酚氧化酶进行钝化处理是很有必要的。本研究得到最佳的预处理条件是:烫漂温度100℃、烫漂时间10min、干制温度50℃、干制时间7h。菊芋预处制成菊芋干片后可备用于菊粉的提取及其它多方面的应用;同时,也为菊粉提取的后续精制工序减轻了脱色除杂等方面的负担。

3.2 菊粉的常规提取工艺与微波辅助提取工艺比较,微波辅助提取要明显优于常规提取,且微波辅助提取缩短了提取时间,具有清洁、高效等优点。而通过正交实验,并综合经济等方面的考虑,得到微波辅助提取的最佳工艺条件是:微波时间270s、微波功率400W、提取时间40min、提取温度95℃、固液比1:18。上述条件下的菊粉提取率高达99%。

参考文献:

- [1] 易华西,熊善柏,赵山,金敏凤.预处理对菊芋中菊糖提取精制的的影响[J].食品研究与开发,2002,23(5):9-11.
- [2] 胡蝶,邓钢桥,彭伟正,等.菊糖提取工艺的研究[J].湖南农业科学,2006(1):71-72.
- [3] 马梅芳,高宇源,吕伟.微波萃取在中药成分提取中的应用研究进展[J].江西中医学院学报,2005,17(5):74-77.
- [4] 张海容,韩伟珍.微波法与常规热水法提取香菇多糖的比较研究[J].食品研究与开发,2005,26(5):68-71.
- [5] 陈乃富.蕨菜多酚氧化酶的酶学性质[J].云南植物研究,2003,25(6):705-710.
- [6] 张惟杰.糖复合物生化研究技术[M].杭州:浙江大学出版社,1994.6.
- [7] 陈毓荃主编.生物化学实验方法和技术[M].北京:科学出版社,2002.97-100.