

文章编号:1673-1689(2008)06-0061-04

# 超高压超临界微射流技术在牛蒡菊糖提取中的应用

王利文, 潘家祯

(华东理工大学 化工机械研究所, 上海 200237)

**摘要:** 牛蒡根中富含菊糖, 对牛蒡菊糖进行理化特性和组成分析, 结果表明菊糖平均相对分子质量和聚合度较低, 单糖组成含有果糖及少量的葡萄糖, 具有菊糖类物质的一般特征。应用超高压超临界微射流技术开发的装置提取牛蒡根中的菊糖, 运用均匀设计规划试验方案, 考察提取温度、提取时间、固液质量体积比、提取压力对牛蒡菊糖提取率的影响并通过均匀设计优化试验方案, 得出最佳提取条件为: 固液质量体积比 1 g : 20 mL, 提取时间 10 min, 压力 220 MPa, 乙醇体积分数 80%, 得率可达 92.7%。

**关键词:** 牛蒡; 均匀设计; 菊糖; 超高压超临界微射流技术

中图分类号: TS 05

文献标识码: A

## Extraction Process of Micro Jet of Supercritical Fluid Under Hyper High Pressure of Inulin From *Arctium lappa* L

WANG Li-wen, PAN Jia-zhen

(Institute of Process Equipment & Pressure Vessels, East China University of Science and Technology, Shanghai 200237, China)

**Abstract:** Burdock (*Arctium lappa* L.) root contains rich inulin, the physic-chemical properties and structure of Great Burdock inulin were measured. The results shown that Great Burdock inulin is of the basic feature of other inulins. Use Hyper High pressure technology extract the inulin in the great burdock root. The factors that influenced the extraction, such as temperature, time, alcohol volume and extraction times were studied and the optimal processing conditions of extraction of polysaccharides were obtained; the ratio of the weight of sample to alcohol was 1 : 20, duration 10 min pressure 220 MPa, alcohol concentration 80% the result indicated that. The inulin in the great burdock root can be extracted almost completely under the optimum conditions.

**Key words:** *Arctium lappa* L; uniform design; inulin; micro jet of supercritical fluid under hyper pressure

由于超临界流体具有与液体相近的密度和对物质良好的溶解能力, 因此, 超临界流体可以代替

液体作为撞击流粉碎技术中物料加速、撞击的载体。同时, 由于液体在超高压下粘度很高、扩散性

收稿日期: 2007-10-10.

作者简介: 王利文(1978-), 男(满族), 辽宁抚顺人, 工学博士, 主要从事超高压理论与设备研究. Email: liwen\_wang@mail.ecust.edu.cn

较差,而超临界流体却具有与气体相当的高扩散系数和低的粘度,这样使用超临界流体代替液体,撞击流粉碎可以在超高压下进行。另一方面,由于植物细胞中含有不溶于水的酯类物质,所以选用无水乙醇作为夹带剂,与超临界二氧化碳共同作为工作介质,且大大降低了喷嘴在工作过程中堵塞的可能性,故实验装置中应用微射流与撞击流原理,使用超小孔径的喷嘴,流体与合金靶相撞,这也就意味着粉碎能量的更高度集中,能量的利用率得到了有效提高。

选用二氧化碳作为工作介质在超临界状态下,使牛蒡植物细胞内外达到相等的压力,在瞬间释放的高压力差所引起破壁,其破壁率随着高压静止时间的增加而增加,原因是高压静止使超临界  $\text{CO}_2$  流体充分地浸入孢子内,在瞬间卸压时产生内外压力差,导致植物细胞发生崩解粉碎,进而达到了破壁目的。且在破壁后细胞内溶物释放的瞬间,超临界  $\text{CO}_2$  在临界液态条件下迅速分离提取有效成分,达到有效成分不被挥发氧化的目的。

作者应用超高压超临界微射流技术开发的装置,直接从破壁的植物细胞中提纯,所提取的有效成分更纯净、更全面,同时不损坏细胞内的生物活性物质,无有害物质残留,营养成分可充分为人体吸收。

牛蒡是菊科牛蒡属 2 年生草本植物又名白肌人參、树根菜、大力子等,普遍分布于全国各地。牛蒡是较好的药食同源植物,含有多种生物活性物质,有健胃、益气、利尿、泻下、滋阴壮阳、清热解毒、抑菌消炎之功效。药理研究表明,牛蒡提取物对多种致病性真菌有不同程度的抑制作用,具有抗肿瘤性,增强机体免疫功能。牛蒡也适用于糖尿病患者食用,因为牛蒡中的菊糖属于不消化性碳水化合物,有利于减少糖尿病人对胰岛素的依赖性和需要,控制血糖水平,长效释放能量还可以预防糖尿病人的低血糖<sup>[1-2]</sup>。

目前,牛蒡作为一种新、特蔬菜,已出口日本及欧洲,但国际市场对出口牛蒡规格要求较高,造成等外根被当作废物大量抛弃。牛蒡根中菊糖含量很高,而从牛蒡根中提取菊糖的方法多为传统的热热水浸提法,使得菊糖的提取率较低。

菊糖又称菊粉、土木香粉,广泛存在于自然界多种植物之内,例如菊芋、菊苣、洋葱等。它是一种天然功能性食用多糖,抗消化,具有水溶性膳食纤维和生物活性前体的生理功能,且可作为糖、脂肪替代物而大量用于低热量、低糖、低脂食品中<sup>[3]</sup>。

另据最新报道,菊糖还有可能作为植物抗病诱导子,激活植物的免疫系统,抵御病虫害,可以用来开发新型的无毒、无公害的生防制剂。目前,菊糖已在美国、英国等国家被认为是一种天然食品配料而非添加剂,经临床试验,证明每日摄入 40~70 g 的菊糖对人体健康无不良影响<sup>[4]</sup>。牛蒡菊糖是由 D-果糖经  $\beta(2\rightarrow1)$  糖苷键脱水聚合,终端以  $\alpha(1\rightarrow2)$  糖苷键连接一分子葡萄糖所形成的大分子物质,平均相对分子质量为 2 104,其还原端接一葡萄糖基,呈直链结构,聚合度一般在 2~60。菊糖微溶于冷水,在热水中能很快溶解,与碘不呈颜色反应,没有还原性,有旋光性<sup>[5-6]</sup>。

## 1 材料与方 法

### 1.1 原料准备

工艺流程为:原料精选→清洗→护色→吹干→切片→护色→晾晒或入炉烘烤→出炉冷却→粉碎→检验→过筛→样品。采用质量分数为 0.05% 的维生素 C 加质量分数为 0.05% 的柠檬酸进行护色处理。这样既可以防止褐变,又能最大限度地保留牛蒡组织的营养成分,产品的色泽较好且无异味。经过护色处理后的牛蒡吹干后,即可进行切片粉碎<sup>[7]</sup>。

实验结果表明,原料粉碎程度越大越有利于提取,这是由于提取过程实质是牛蒡组织细胞内的菊糖通过细胞壁渗入提取液,粉碎度大,增加其接触面积,有利于菊糖渗出。但粉碎度大于 120 目后过滤困难。

### 1.2 主要仪器

高速粉碎机:RT-02A,上海罗技机械设备有限公司产品;数显台式干燥箱:202-AO 型,上海浦东跃欣科学仪器厂产品;电子天平:YP3001N,上海精密仪器有限公司产品。

### 1.3 牛蒡中菊糖的测定

牛蒡汁总糖的测定方法:苯酚-硫酸法<sup>[8]</sup>。

牛蒡汁中还原糖的测定方法:DNS 法。

菊糖质量浓度 = 总糖质量浓度 - 葡萄糖质量浓度。

### 1.4 标准溶液的配制

取葡萄糖适量,干燥至恒重,精称,用蒸馏水溶解,定容备用。配制质量分数 5% 的苯酚试剂放入棕色瓶中备用。

### 1.5 标准曲线的绘制

取上述对照品溶液 1、2、3、4、5、6 mL,分别定容

至 50 mL, 摇匀, 按酚-硫酸法测定, 即分别取 2 mL, 置具塞试管中, 分别加入 1 mL 50 g/L 苯酚溶液, 混匀, 迅速加入 5 mL 浓硫酸摇匀, 沸水加热 15 min, 冷却 30 min, 以 2 mL 蒸馏水平行操作为空白, 在 490 nm 处测吸收度, 用线性回归法求得回归方程为  $C=0.0109A-0.0011$   $r=0.9991$ , 线性范围  $4.93 \times 10^{-3} \sim 3.06 \times 10^{-2}$  g/L。标准曲线见图 1。

1.6 实验设备

应用自行研制的超高压超临界微射流技术相结合开发的装置对牛蒡进行处理, 系统流程图及进

料部分流程图见图 2-3。

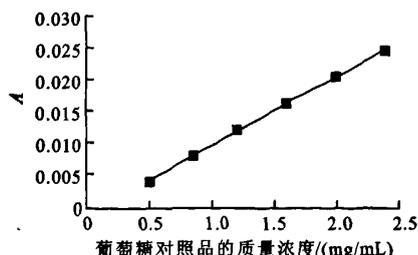
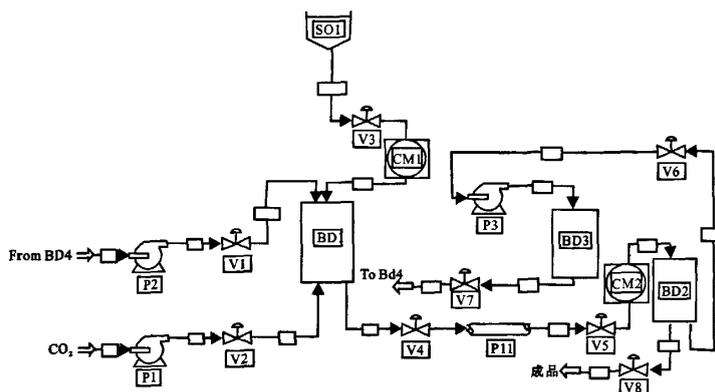


图 1 葡萄糖标准曲线

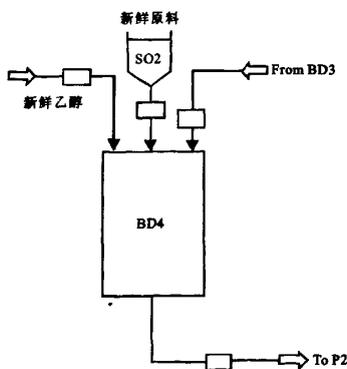
Fig. 1 The normalization curve of glucose sample



P1, P2—气动泵; P3—真空泵; CM1, CM2—压力表; V1, V2, V3, V5, V6, V7, V8—阀门; V4—气动阀; P11—撞击流反应器; BD1—高压反应器; BD2—物料收集容器; BD3—乙醇回收容器; SO1—加料斗

图 2 系统流程图

Fig. 2 System flow chart



SO2—加料斗; BD4—原料罐

图 3 进料部分流程图

Fig. 3 System flow chart of feed-in

少量溶剂洗涤残渣, 溶液合并至该容量瓶中, 加乙醇定容至刻度, 作为供试品溶液。

用均匀设计法<sup>[9]</sup>考察 6 个因素即乙醇体积分数、乙醇用量、提取时间、提取压力、粉碎程度、提取温度对牛蒡菊糖提取的影响, 每个因素设 6 个水平, 分布见表 2, 从试验数据分布图(图 4)可以看出, 试验数据分布均衡, 布点合理, 具有代表意义。

表 1 试验参数及水平

Tab. 1 Factors and levels of experiments

水平参数	时间/min	压力/MPa	乙醇体积分数/%	乙醇用量/倍	反应温度/°C	粉碎程度/目
1	5	140	0	10	20	20
2	10	160	20	15	35	40
3	15	180	40	20	50	60
4	20	200	60	25	65	80
5	25	220	80	30	80	100
6	30	240	100	35	95	120

2 结果与讨论

2.1 实验设计

取样品, 精密称定, 置圆底烧瓶中, 按表 2 的实验方案进行混合, 过滤, 滤至 100 mL 容量瓶中, 用

表2 均匀设计试验方案

Tab. 2 Uniform design experiments

实验号	时间 $X_1$ / min	压力 $X_2$ / MPa	乙醇体积 分数 $X_3$ /%	乙醇 用量 $X_4$ /倍	反应 温度 $X_5$ /°C	粉碎 程度 $X_6$ /目
1	1(5)	2(160)	3(40)	4(25)	5(80)	6(120)
2	2(10)	4(200)	6(100)	1(10)	3(50)	5(100)
3	3(15)	6(240)	2(20)	5(30)	1(20)	4(80)
4	4(20)	1(140)	5(80)	2(15)	6(95)	3(60)
5	5(25)	5(220)	1(0)	6(35)	4(65)	2(40)
6	6(30)	3(180)	4(60)	3(20)	2(35)	1(20)

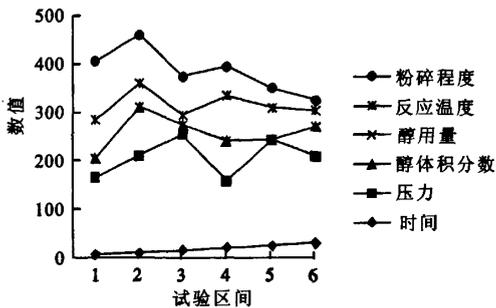


图4 实验数据分布图

Fig. 4 Distribution of experiment data

## 2.2 菊糖提取率计算

提取液中的菊糖质量 = 提取液中的菊糖质量浓度 × 提取液体积; 菊糖提取率 = (提取液中的菊糖质量 / 原料质量) × 100%。

对实验数据采用线性逐步回归, 得出回归方程, 最高指标时各个因素组合为:  $X_1 = 10$  min,  $X_2 = 220$  MPa,  $X_3 = 80\%$ ,  $X_4 = 1$  g : 20 mL,  $X_5$ ,  $X_6$  在试验范围内对结果无明显影响, 即提取时间为 10 min, 压力 220 MPa, 乙醇体积分数 80%, 料液质量体积比为 1 g : 20 mL, 反应在常温进行, 物料以 60 目为宜, 主要考虑分离比较容易, 此时最高提取率可达 92.68%。

## 3 结语

超高压超临界微射流提取方法不仅明显提高了菊糖的提取率, 大大缩短了提取时间, 这对牛蒡有效成分提取的工业化提供了可能。整个提取过程是在常温下进行的, 不损害牛蒡中的热敏性物质, 这种方法也为中药有效成分的提取指明了方向。

## 参考文献(References):

- [1] 孟楣, 廖自荣, 周建理. 牛蒡的生药学研究[J]. 基层中药杂志, 2000, 14(4): 27-28.  
MENG Mei, LIAO Zhi-rong, ZHOU Jian-li. Pharmacognostical studies on burdock[J]. Primary Journal of Chinese Materia Medica, 2000, 14(4): 27-28. (in Chinese)
- [2] 魏瑞兰. 牛蒡活性成分研究进展[J]. 中国中医药信息杂志, 1997, 4(5): 22-23.  
Wei rui-lan. Active ingredient on burdock[J]. Chinese Journal Of Information On Traditional Chinese Medicine, 1997, 4(5): 22-23. (in Chinese)
- [3] Moritani S, Nomura M, Takeda Y, et al. Cytotoxic components of bardanae fructus(Goboshi)[J]. Biol Pharm Bull, 1996, 19(11): 1515-1517.
- [4] Yoshihiko M, Jun K, Ryoya N. Antioxidative cafeoylqtinlc acid derivatives in the roots of Burdock(*Arctium lappa* L.)[J]. J Agr Food Chem, 1995, 43: 2592-2595.
- [5] ANGELA Z, MARIA E S. Inulin determination for food labeling[J]. J Agr Food Chem, 2001, 49: 4570-4572.
- [6] 郝林华, 陈靠山, 李光友. 牛蒡菊糖及其制备方法的研究[J]. 中国海洋大学学报, 2004, 34(3): 423-428.  
HAO Hua-lin, CHEN Kao-shan, LI Guang-you. Study on great burdock inulin and its extraction technique[J]. Periodical of Ocean University of China, 2004, 34(3): 423-428. (in Chinese)
- [7] 熊善柏. 菊糖的提取与精制[J]. 冷饮与速冻食品工业, 2001(4): 1-3.  
Xiong shan-bai. Burdock inulin and its Extraction Technique[J]. Beverage & Fast Frozen Food Industry, 2001(4): 1-3. (in Chinese)
- [8] 谢明勇, 聂少平. 茶叶多糖的研究进展[J]. 食品与生物技术学报, 2006, 25(2): 107-114.  
XIE Ming-yong, NIE Shao-ping. A review of the research progress on tea polysaccharide[J]. Journal of Food Science and Biotechnology, 2006, 25(2): 107-114. (in Chinese)
- [9] FANG K T. The uniform design: application of number-theoretic methods in experimental design [J]. Aeta Math Appl Sin, 1980(3): 363-372.  
(责任编辑: 朱明)