

菊苣菊粉提取与纯化研究*

吴洪新, 呼天明, 张存莉, 贾红勋, 鲁友均

(西北农林科技大学 动物科技学院, 陕西 杨凌 712100)

[摘要] 以普那菊苣为原料,对菊苣菊粉提取、纯化工艺进行了优化研究。结果表明,菊粉提取的最佳工艺条件为:原料为粉状,温度 85℃,固液比为 1:30,提取时间为 60 min,菊粉的提取率达 58.58%。纯化时石灰乳脱蛋白的最佳处理温度为 70~80℃。提取液最佳脱色工艺条件为:脱色温度 70℃,脱色时间 50 min,活性炭用量为 20 g/L,脱色率为 69.13%,菊粉损失率为 7.93%。

[关键词] 菊苣;菊粉;提取工艺;纯化工艺

[中图分类号] Q 949.9; TQ 06

[文献标识码] A

[文章编号] 1671-9387(2006)06-0091-05

菊苣(*Cichorium intybus* L.)为菊科菊苣属多年生草本植物,原产于欧洲、西亚、中亚和北美洲,在我国西北、华北及东北等地也有分布。菊苣地上部分具有生长速度快,产草量高,叶片柔嫩,茎秆较细弱,营养价值高,适口性好等特点,是畜禽的优质饲料。干燥菊苣根内的菊粉含量高达 700 g/kg^[1],可作为菊粉、低聚果糖及高果糖的生产原料。

菊粉(inulin)又称菊糖,由两种成分组成,一种是由果糖残基(F)以 $\beta(2-1)$ 糖苷键连接而成的直链多糖,末端连有葡萄糖残基(G),结构式简写为GF_n^[2];另一种是含量很少的菊粉(Inulobiose),末端无葡萄糖残基,其结构式简写为F_m^[3]。菊粉的生理学功能主要有:改善肠道内的微生物菌群;减少和抑制肠内腐败物的产生,抑制有害菌的生长,恢复肠内菌群的平衡;降低血脂,改善脂质代谢,降低血液中胆固醇和甘油三脂含量;减少肝脏毒素,在肠中生成抗癌的有机酸,有显著的防癌功能,对乳腺癌、结肠癌有预防和治疗作用;促进钙的吸收和利用;防止便秘,增加B类维生素的合成量,提高人体的免疫功能^[4]。因此,随着人们对绿色食品的不断追求,菊粉已成为国际上热门的功能性食品。

目前,国内对菊苣菊粉的提取与纯化工艺尚未见任何系统的报道。为此,本试验以普那菊苣根为原料,对菊粉的提取与纯化技术进行了系统研究,初步建立了一套较为理想的菊粉提取工艺,为菊苣资源的综合利用和开发奠定了基础。

材料:普那菊苣(*Cichorium intybus* L.)根,于2004-10-20采自杨凌附近试验田。一部分洗净后切片(厚度0.2~0.5 cm),自然风干;另一部分洗净风干,粉碎备用。

仪器:RE-52AA型旋转蒸发仪,上海申生科技有限公司生产;FA 2004型分析天平,上海精科天平厂生产;LD-2型低速离心机,北京医用离心机厂生产;751型分光光度计,上海第三分析仪器厂生产;SHB-B型循环水真空泵,购自郑州长城科工贸公司。

试剂:萘酮,分析纯,上海第一化学试剂厂生产;硫脲,分析纯,天津市登峰化学试剂厂生产;3,5-二硝基水杨酸,分析纯,上海国药集团化学试剂有限公司生产;生石灰,化学纯;a-萘酚,分析纯,上海亭新化工试剂厂产品;阴阳离子交换树脂,西安蓝晓科技有限责任公司产品。

1.2 菊粉的提取

取普那菊苣根片、根粉各5 g,以水为溶剂,根据文献[5]和预实验的结果,采用不同的浸提时间、浸提温度和固液比分次加热回流浸提。

1.3 菊粉提取液的纯化

提取后的菊粉液中含有蛋白质、果胶、色素及各种矿物质盐等杂质,需进行纯化。

* [收稿日期] 2005-12-22

[基金项目] 陕西省科技攻关项目(2002K01-G5-1)

[作者简介] 吴洪新(1978-),女,内蒙古赤峰人,在读硕士,主要从事牧草资源的深度开发研究。

[通讯作者] 呼天明(1958-),男,内蒙古鄂尔多斯人,教授,博士生导师,主要从事牧草、草坪草的繁育及草畜一体化研究。

1.3.1 除蛋白试验 采用石灰法。分别在 50, 60, 70, 80, 85, 90 ℃ 下向菊粉提取液中加入石灰乳, 对菊粉提取液进行脱蛋白处理, 测定菊粉损失率和蛋白清除率, 以确定石灰乳的最佳作用温度。

1.3.2 脱色 采用活性炭法。在对活性炭脱色的研究中发现, 温度、活性炭用量及脱色时间对活性炭脱色效果都有影响。因此, 选取不同脱色温度、活性炭用量和脱色时间进行 $L_9(3^4)$ 正交试验, 以确定最佳脱色工艺。取 3 份菊粉提取液, 每份 100 mL 按正交试验所确定的最佳脱色工艺进行试验, 测定脱色率。

1.4 测定方法

1.4.1 还原糖浓度的测定 采用 3, 5-二硝基水杨酸比色法^[6]。

1.4.2 提取液总糖浓度的测定 采用蒽酮比色法^[6]。

1.4.3 菊粉浓度、提取率和损失率的测定 根据文献[7]的方法计算菊粉浓度、菊粉提取率及菊粉损失率, 计算公式如下:

菊粉浓度 = 总糖浓度 - 还原糖浓度。

菊粉提取率/% = (提取液总糖质量 - 提取液还原糖质量) / 原料中菊粉质量 × 100%,
式中, 原料中菊粉质量 = 原料质量 × 70%。

菊粉损失率/% = (处理前提取液中菊粉浓度 - 处理后提取液中菊粉浓度) / 处理前提取液中菊粉浓度 × 100%。

1.4.4 蛋白质的测定 采用紫外分光光度法测定^[6]。

蛋白清除率/% = (未除蛋白前菊粉液中蛋白质含量 - 除蛋白后菊粉液中蛋白质含量) / 未除蛋白前菊粉液中蛋白质含量 × 100%。

1.4.5 色度比较^[5] 菊苣根提取液过滤后, 取滤液于 800 nm 测定吸光值, 以蒸馏水为空白对照, 用吸光值的大小表示提取液脱色的效果。吸光值越大脱色效果越差, 反之则效果越好。

脱色率/% = (原液吸光度 - 脱色后的吸光度) / 原液吸光度 × 100%。

1.4.6 提纯各步骤菊粉的追踪检测 采用 α -萘酚法^[8]。

1.5 数据处理与分析

所有数据均为 3 次重复的平均值, 运用 SPSS 统计软件进行数据分析。

2 结果与分析

2.1 菊粉提取参数的确定

2.1.1 提取温度 提取时间为 60 min, 固液比为 1:20 时, 设计提取温度为 75, 80, 85, 90, 95 ℃, 研究提取温度对菊粉提取率的影响, 结果见图 1。由图 1 可以看出, 温度对菊粉提取率的影响较大, 在 75~85 ℃ 时菊粉提取率随温度的升高而增加, 在 85 ℃ 时菊粉的提取率达最大值, 且菊苣根粉提取率显著高于菊苣根片 ($P < 0.05$), 而在 85~95 ℃ 时菊粉提取率略有降低。因此, 菊粉的浸提温度以 85 ℃ 为宜。

2.1.2 提取时间 提取温度为 80 ℃, 固液比为 1:20 时, 设计提取时间为 40, 50, 60, 70, 80 min, 研究提取时间对菊粉提取率的影响, 结果见图 2。

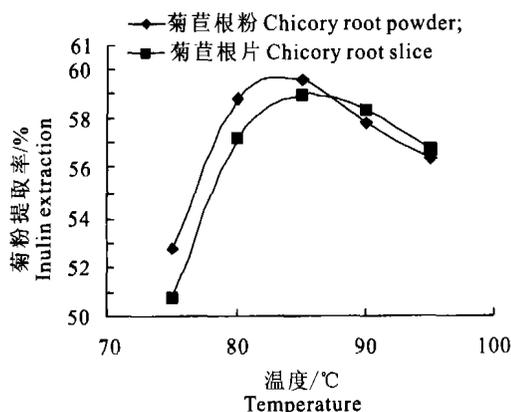


图 1 提取温度对菊粉提取率的影响

Fig.1 Effect of temperature on the extraction rate of inulin

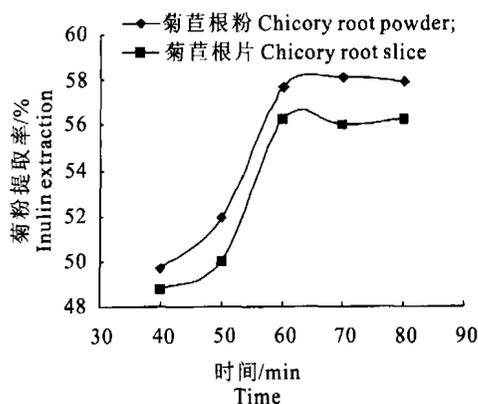


图 2 提取时间对菊粉提取率的影响

Fig.2 Effect of extraction time on the extraction rate of inulin

由图 2 可知, 在 40~60 min 时菊粉提取率随提取时间的延长而增大, 在 60 min 后提取率随提取时

间的延长变化不大; 在同一提取时间内菊苣根粉的提取率显著大于菊苣根片 ($P < 0.05$), 故提取时间

选择 60 m in.

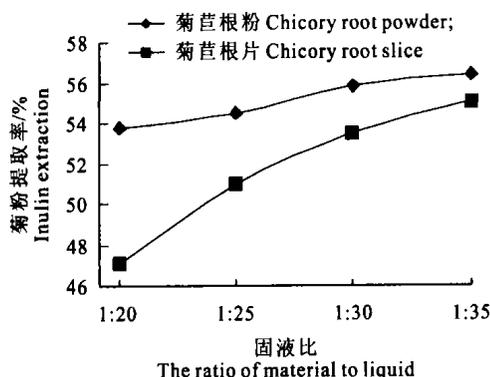


图 3 固液比对菊粉提取率的影响

Fig 3 Influence of the ratio of material on the extratingrate of inulin

2.1.3 固液比 提取温度为 80 , 提取时间为 60 m in, 设计固液比为 1 20, 1 25, 1 30, 1 35, 研究固液比对菊粉提取率的影响, 结果见图 3。由图 3 可知, 随固液比的减小, 菊粉提取率增大, 固液比为 1 30 时菊粉的提取率最大。当固液比小于 1 30 时, 随固液比的减小, 菊粉提取率增加不明显。故选择固液比为 1 30。菊苣根粉提取率显著高于菊苣根片 ($P < 0.05$)。

2.2 菊粉最佳提取工艺的确定

根据上述各单因素试验结果, 称取粉碎的菊苣根粉 5 g, 以提取温度、提取时间、液固比三因素作为试验因子, 进行 $L_9(3^4)$ 正交试验。因素水平及菊粉提取的正交试验结果见表 1, 方差分析结果见表 2。

表 1 菊粉提取的 $L_9(3^4)$ 正交试验结果

Table 1 Results of the orthogonal design of inulin extracted

| 试验号 Experiment No. | 因素 Factors | | | 菊粉提取率/% Extraction rate |
|-----------------------|------------------------------|---------------------------------|---------------------------|----------------------------|
| | 提取温度/ Extract temperature | 固液比 Solution and solid ratio | 提取时间/m in Extract time | |
| 1 | 1(75) | 1(1 20) | 1(50) | 49.99 |
| 2 | 1 | 2(1 25) | 2(60) | 52.12 |
| 3 | 1 | 3(1 30) | 3(70) | 52.43 |
| 4 | 2(80) | 1 | 2 | 51.46 |
| 5 | 2 | 2 | 3 | 53.75 |
| 6 | 2 | 3 | 1 | 52.96 |
| 7 | 3(85) | 1 | 3 | 53.19 |
| 8 | 3 | 2 | 1 | 54.36 |
| 9 | 3 | 3 | 2 | 55.76 |
| K_1 | 154.54 | 154.64 | 157.31 | |
| K_2 | 158.17 | 160.23 | 159.34 | |
| K_3 | 163.31 | 161.15 | 159.37 | |
| k_1 | 51.51 | 51.54 | 52.44 | |
| k_2 | 52.72 | 53.41 | 53.11 | |
| k_3 | 54.43 | 53.71 | 53.12 | |
| 极差 R | 2.92 | 2.17 | 0.68 | |

表 2 菊粉提取正交试验的方差分析

Table 2 Variance analysis for the orthogonal experiment for inulin extracted

| 变异来源 Origin of variance | 偏差平方和 Sum of square | 自由度 Degree of freedom | 均方 Mean square | F 值 F value | F |
|----------------------------|------------------------|--------------------------|-------------------|----------------|----------------------|
| 提取温度 Temperature | 12.9455 | 2 | 6.47275 | 36.1 | |
| 固液比 Solution/solid | 8.2750 | 2 | 4.1357 | 32.04 | $F_{0.01(2,2)} = 99$ |
| 提取时间 Time | 0.9295 | 2 | 0.46475 | 6.51 | $F_{0.05(2,2)} = 19$ |
| 误差 Error | 0.3419 | 2 | 0.17095 | 2.5891 | $F_{0.1(2,2)} = 9.0$ |

由表 1 和表 2 可知, R 值由大到小依次为提取温度、固液比、提取时间, 说明 3 个因素对菊粉提取率的影响程度为提取温度 > 固液比 > 提取时间, 其中提取温度、固液比为主效因素。根据各因素 k 的变化率可以看出, 各因素的最佳工艺条件为温度 85 , 固液比 1 30, 时间 70 m in。

但提取时间在 60 m in 后菊粉提取率变化不大, 故菊粉提取的最佳工艺条件为: 温度 85 , 固液比 1 30, 时间 60 m in, 在此条件下菊粉提取率为 58.58%。称取粉碎的菊苣根粉 5 g, 按上述优化的提取工艺条件进行菊粉提取, 重复 5 次, 提取率分别为 59.56%, 58.79%, 58.93%, 58.33%, 58.08%, 平均为 58.74%, 重复

实验的相对偏差为 0.976%，说明重现性良好。

2.3 菊粉提取液的纯化

2.3.1 石灰乳最佳作用温度的确定 由图 4 可知，菊粉损失率随温度的升高而增大，这可能是由于总糖与还原糖在强碱性条件下发生焦糖化反应；蛋白清除率随温度升高而增加，这主要是由于高温下蛋白质及果胶蛋白发生变性，使蛋白清除率大大提高。综合考虑除杂与菊粉损失率，石灰乳的最佳作用温度为 70~80。

2.3.2 脱色工艺的确定 提取液脱色的 $L_9(3^4)$ 正交试验结果见表 3。由表 3 可知，各因素对菊粉脱色效果影响的次序为脱色时间 > 脱色温度 > 活性炭用量，说明脱色时间是影响脱色效果的主要因素。根据 k 值可知，脱色的最佳工艺条件为：脱色温度 70，脱色时间 50 min，活性炭用量 20 g/L。在此脱色条

件下菊粉损失率及脱色率分别为 7.93%，69.13%。

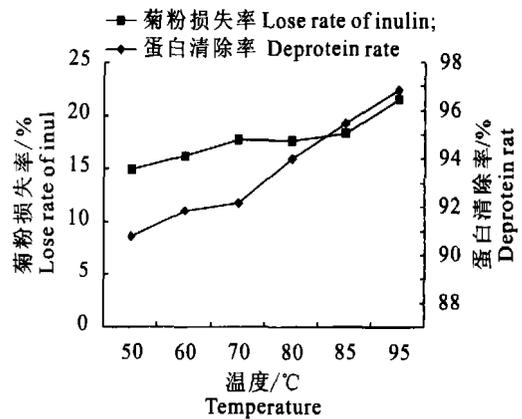


图 4 不同温度石灰乳对菊粉损失率与蛋白清除率的影响
Fig 4 The effect of temperature and slack lime on the rate of losing inulin and deprotein

表 3 菊粉提取液脱色的 $L_9(3^4)$ 正交试验结果

Table 3 Orthogonal experiment Results for decolorization with activated carbon

| 试验号 Experiment No. | 因素 Factors | | | | 脱色率/% Rate of decolor |
|-----------------------|----------------------|-------------------|--|--|--------------------------|
| | 脱色温度/ Temperature | 脱色时间/m in Time | 活性炭用量/(mg · mL ⁻¹) Active carbon dosage | | |
| 1 | 1 (60) | 1 (40) | 1 (10) | | 58.11 |
| 2 | 1 | 2 (50) | 2 (20) | | 58.90 |
| 3 | 1 | 3 (60) | 3 (30) | | 54.81 |
| 4 | 2 (70) | 1 | 2 | | 59.22 |
| 5 | 2 | 2 | 3 | | 60.32 |
| 6 | 2 | 3 | 1 | | 57.41 |
| 7 | 3 (80) | 1 | 3 | | 58.50 |
| 8 | 3 | 2 | 1 | | 58.51 |
| 9 | 3 | 3 | 2 | | 59.02 |
| K_1 | 171.82 | 175.83 | 174.03 | | |
| K_2 | 176.95 | 177.73 | 177.04 | | |
| K_3 | 176.03 | 171.24 | 173.63 | | |
| k_1 | 57.27 | 58.61 | 58.01 | | |
| k_2 | 58.98 | 59.24 | 59.01 | | |
| k_3 | 58.67 | 57.08 | 57.87 | | |
| 极差 R | 1.71 | 2.16 | 1.14 | | |

注：活性炭用量(活性炭的质量/提取液体积)。

Note: Active carbon dosage (active carbon mass/the volume of solution).

3 讨论

本试验在单因子试验的基础上，采用 $L_9(3^4)$ 正交试验，确定了水溶液提取菊粉多糖的最佳工艺参数，即提取温度 85，固液比为 1:30，提取时间为 60 min，在此条件下菊粉提取率达 58.58%。

石灰乳法除蛋白的最佳作用温度为 70~80，蛋白清除率超过 90%。

活性炭具有无臭、无毒，脱色、脱臭效果良好的特点，可以反复使用，成本低，适合工业化生产的需要。本研究结果显示，菊粉提取液脱色的最佳工艺条件为：脱色温度 70，脱色时间为 50 min，活性炭用量为 20 g/L，在此条件下菊粉损失率为 7.93%，脱色率为 69.13%，脱色效果明显。

本试验系统研究了菊苣根提取纯化菊粉的工艺，为今后菊苣资源的开发利用和菊粉制品的工业

化生产提供了一定的参考和借鉴作用。但本研究仅限于实验室初级研究阶段,其中还有一些技术参数与工艺条件尚有待于进一步完善,其中超声波法提

取菊粉的效果,菊粉进一步的分级处理等,需进一步研究和探讨。

[参考文献]

- [1] Laurenzo, Grimm. Preparation of inulin products: united states patent, 5968356[P]. 1999-10-19.
- [2] Edelman J, Stewart D, Fossilla F. The mechanism of fructose metabolism in higher plants as exemplified in *Helianthus tuberosus*[J]. New Phytologist, 1968, 67: 517-531.
- [3] Ernst M, Brendan J, Jenkins. Carbohydrate changes in chicory (*Cichorium intybus* L.) during growth and storage[J]. Scientia Horticulturae, 1995, 63: 251-261.
- [4] 朱宏吉, 郭强. 菊粉应用研究的新进展[J]. 中国糖料, 2000(4): 55-57.
- [5] 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(4): 1-3.
- [6] 大连轻工业学院, 华南理工大学, 郑州轻工业学院, 等. 食品分析[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1994: 178-180.
- [7] 郑建仙. 功能性低聚糖[M]. 北京: 化学工业出版社, 2003: 78-79.
- [8] 杨红. 中药化学实用技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004: 165-166.

Study on the extraction and purification of puna chicory Inulin

WU Hong-xin, HU Tian-ming, ZHANG Cun-li, JIA Hong-xun, LU You-jun

(College of Animal Science and Technology, Northwest A & F University, Yangling, Shaanxi 712100, China)

Abstract: Conditions of the extraction and purification of inulin from Puna chicory (*Cichorium intybus* L.) root were optimized by orthogonal experiment in this paper. The results showed as follows: The optimum conditions for the extraction process is temperature 85 °C, water ratio 1:30 and time 60 min; The extraction rate of inulin from Puna chicory (*C. intybus* L.) root could achieve 58.58%; The deprotein of crude inulin used slack lime in temperature 70-80 °C; The decolor optimal parameters were in temperature 70 °C and active carbon dosage 20 g/L for 50 min; and the rate of decolor could reach 69.13% and the loss rate of inulin was 7.93%.

Key words: *Cichorium intybus* L.; inulin; condition of extraction; condition of purification