

蒸汽爆破提取牛膝多糖工艺优化及抗氧化性研究

Optimization of steam explosion pretreatment for polysaccharides extraction from *Achyranthes bidentata* radix and of its antioxidant activity evaluation

易军鹏¹ 王赛¹ 李欣² 杨亚皇¹
YI Jun-peng¹ WANG Sai¹ LI Xin² YANG Ya-huang¹
赵鹏成¹ 朱文学¹

ZHAO Peng-cheng¹ ZHU Wen-xue¹

(1. 河南科技大学食品与生物工程学院, 河南 洛阳 471023; 2. 河南科技大学化工与制药学院, 河南 洛阳 471023)

(1. College of Food and Bioengineering, Henan University of Science and Technology, Luoyang, Henan 471023, China; 2. College of Chemical Engineering and Pharmacy, Henan University of Science and Technology, Luoyang, Henan 471023, China)

摘要:利用蒸汽爆破预处理牛膝提高多糖提取率。在单因素试验基础上,采用响应面分析法优化蒸汽爆破预处理工艺。以 DPPH 自由基清除率和 O²⁻ 自由基清除率为指标,研究蒸汽爆破处理对牛膝多糖抗氧化活性的影响。结果表明,蒸汽爆破的最优工艺为维压时间 63 s、预浸泡含水率 11%、蒸汽爆破压力 1.6 MPa,该条件下牛膝多糖得率为 11.88%,是未处理的 2 倍左右。扫描电镜分析显示蒸汽爆破使牛膝表面断裂、出现空洞,可能是多糖提取率提高的原因。体外抗氧化试验表明,经汽爆破处理后,牛膝多糖抗氧化性显著增加,清除 DPPH 自由基能力的最大值由原来的 77.9% 增大至 90.1%,O²⁻ 自由基清除率也提高到 1.3 倍左右。结合红外分析,可能是汽爆处理导致牛膝多糖中被纤维类包裹的一类多糖释放,增加了多糖的含量和种类。

关键词:蒸汽爆破;牛膝;多糖;抗氧化

Abstract: Extraction yield of polysaccharides from *Achyranthes bidentata* Radix (AbR) was increased by steam explosion pretreatment. Based on the results of single-factor experiments, the response surface methodology was employed to further optimize the steam explosion pretreatment conditions. The effect of steam explosion pretreatment on the DPPH radical scavenging activity and O²⁻ radical scavenging activity of *Achyranthes bidentata* Polysaccharides (AbPS) was evaluated. The optimum conditions was determined as follows: the water/AbR ratio 11%, steam explosion pressure, 1.6 MPa; residence time 63 s. After pretreatment under the optimum

conditions, the extraction yield of polysaccharides from AbR was found to be 11.88%, which was twice as much as that from the untreated AbR. It maybe caused by the physical damage on the surface of AbR, including partial rupture with deep longitudinal cracks and micro-holes, due to the pretreatment of steam explosion, which can be seen from the SEM micro photographs. Furthermore, the antioxidant activity of AbPS was enhanced strongly after steam explosion pretreatment. The DPPH radical scavenging activity of AbPS increased from 77.9% to 90.1%, while the O²⁻ radical scavenging activity of AbPS was around 1.3 times as much as that from untreated AbR.

Keywords: steam explosion; *Achyranthes bidentata*; polysaccharides; radical scavenging activity

牛膝 (*Achyranthis bidentatae* Radix) 为苋科植物牛膝 (*Achyranthes bidentata* Bl.) 的干燥根^[1]。牛膝属多年生草本,有怀牛膝和川牛膝之分。怀牛膝主要分布在河南,与怀地黄、怀菊花、怀山药并称为四大怀药。怀牛膝中的主要活性物质有三萜皂苷、甾醇类(以蜕皮甾醇为主)、多糖及生物碱等。现代药理研究表明,牛膝多糖具有免疫调节的作用^[2]。因此,牛膝在食品药品行业,特别是保健品行业备受关注。

传统的多糖提取工艺普遍得率较低。在传统的水提醇沉提取工艺中,优化后的牛膝多糖得率大约在 5.31%^[3]。加入超声和微波辅助后,牛膝多糖得率分别提升至 12.37% 和 11.70%^[4-5],但是这 2 种辅助工艺需要在提取过程中持续加入外界条件,能耗和成本较高。

蒸汽爆破(Steam Explosion Pre-treatment, SEP)是处理

基金项目:河南省科技攻关计划(编号:182102110085)

作者简介:易军鹏(1976—),男,河南科技大学副教授,博士。

E-mail: yijunpeng@126.com

收稿日期:2018-02-15

植物木质纤维素最常用的办法^[6-7]。它将植物原料浸润在高温高压的水蒸气中,维持几秒至几分钟后瞬时(0.087 5 s)泄压,可以有效地打破原料中植物细胞壁或者表面纤维等抗提取屏障。国内外研究^[8-10]表明,蒸汽爆破可使原料溶出率增加,提取率显著提高。该预处理技术已应用于粮食、油脂和中草药等^[11-14]行业。但未见对牛膝蒸汽爆破处理后,其活性成分及抗氧化活性变化的研究报道。本研究拟以河南产怀牛膝为原料,多糖得率为指标,优化了牛膝的蒸汽爆破处理条件,并研究了蒸汽爆破预处理对牛膝多糖清除 DPPH 自由基和 O²⁻ 自由基能力的影响,以期对牛膝多糖活性的提高提供有力的参考和借鉴。

1 材料与方 法

1.1 材料与试剂

牛膝:购于河南省洛阳市张仲景大药房,经河南科技大学林学院林晓民教授鉴定为怀牛膝,产地焦作;

1, 1-二 苯 基-2-三 硝 基 苯 肼 (1, 1-diphenyl-2-picrylhydrazyl, DPPH): 上海伊卡生物技术有限公司;

无水乙醇、乙醚、丙酮、苯酚等:分析纯,天津德恩化学试剂厂。

1.2 仪器与设备

间歇式蒸汽爆破机:QBS-80 型,鹤壁正道生物能源有限公司;

高速冷冻离心机:DS-1 型,上海生析超声仪器有限公司;

分析天平:FA-1005 型,上海仪器有限公司;

电子扫描显微镜:JSM-5610LV 型,日本电子株式会社;

紫外可见分光光度计:UV-2400 型,上海舜宇恒平科学仪器有限公司;

差示量热扫描仪(含铝坩埚):DSC I 型,瑞士 MEttrler-Toledo 公司;

傅里叶红外变换光谱仪:TENSPOR27 型,德国 Bruker 公司。

1.3 试验方法

1.3.1 牛膝蒸汽爆破预处理 将干燥的牛膝根块用等梯度比例的去离子水预浸泡 6 h,放入蒸汽爆破机物料仓(每次约 100 g)中,通入饱和蒸汽,选取不同梯度维压时间和蒸汽爆破压力,在微秒内(0.087 5 s)完成释压,实现蒸汽爆破(预浸泡含水率、蒸汽爆破维压时间和汽爆压力选取详见 1.3.3 单因素试验)。预处理后的样品在使用前需要置于 50 ℃ 干燥至恒重。另取一部分未经蒸汽爆破处理的干燥牛膝作为空白对照。

1.3.2 牛膝粗多糖热回流提取 将蒸汽爆破处理和未处理的牛膝分别粉碎过筛,各取粒度为 40~60 目的样品。设定水浴温度为 60 ℃、水浴时间 2 h,采用 1:15 (g/mL)的料水比提取牛膝多糖,将提取液浓缩至原体积的 1/4,再加入 3 倍体积无水乙醇 4 ℃ 下过夜沉淀,4 500 r/min 离心 10 min 后取沉淀,用乙醇、乙醚和丙酮各洗涤 1 次来除去小分子物质,沉淀用等体积水复溶,并用 Sevag 法除蛋白。粗多糖含量采

用苯酚—硫酸法进行测定,以葡萄糖为标品,得到标准曲线方程 $y=0.011 3x-0.016 7$ ($R^2=0.997$)。牛膝粗多糖提取率按式(1)计算。

$$S = \frac{cV}{m} \times D \times 10^{-3} \times 100\%, \quad (1)$$

式中:

S——牛膝多糖得率,%;

c——多糖溶液浓度,mg/mL;

V——提取液体积,mL;

D——稀释倍数;

m——牛膝样品质量,g。

粗多糖的热力学分析和红外表征,以及抗氧化研究均选取最优蒸汽爆破工艺条件下预处理得到的牛膝多糖产品,检测前真空冷冻干燥(冷阱温度-40 ℃,真空度≤100 Pa,处理 24 h),得到粉末状粗多糖制品。

1.3.3 蒸汽爆破预处理工艺优化

(1) 单因素试验:蒸汽爆破工艺的优化选取预浸泡含水率、维压时间和汽爆压力 3 个因素,每个因素设 5 个水平,考察汽爆压力为 0.0,0.5,1.0,1.5,2.0 MPa;维压时间为 0,30,60,90,120 s;预浸泡含水率为 0%,5%,10%,15%,20%时的多糖提取率。当一个因素变化时,控制其它 2 个因素固定在预浸泡含水率 10%,或汽爆压力 1.5 MPa,或维压时间 60 s。

(2) 响应面试验设计:在单因素优化试验的基础上,确定预浸泡含水率、汽爆压力、维压时间 3 个独立变量,以牛膝多糖提取率为响应值,根据 Box-Behnken 试验设计原理,对牛膝蒸汽爆破工艺采用三因素三水平响应面分析法进行试验设计,并利用 Design-Expert 软件进行数据分析,优化蒸汽爆破工艺参数。单次试验重复 3 次,试验结果取平均值。

1.3.4 牛膝微观结构的观察 用导电胶将样品粘到样品台,通过离子溅射技术对其进行喷金处理,设定加速电压 20 kV,电流 15 mA,用扫描电子显微镜进行观察。

1.3.5 牛膝多糖热力学分析 采用差式量热扫描仪(DSC)进行分析。准确称取(10±0.1) mg 牛膝多糖,置铝坩埚中并压实密封,以密封空铝坩埚做参比,在 30 ℃ 下平衡 1 min,再以 20 ℃/min 的速率升温加热,使机器温度由 30 ℃ 上升到 280 ℃,氮气流速 40 mL/min,记录各个样品不同温度热处理的 DSC 热相图。

1.3.6 牛膝多糖红外表征 对牛膝多糖进行溴化钾压片法制样(样品和溴化钾质量比约为 1:20),用傅里叶变换红外分光光度计在室温下,各样品在波长 4 000~400 cm⁻¹ 内进行扫描并记录红外光谱图。

1.3.7 牛膝多糖体外抗氧化活性

(1) DPPH 清除自由基测定:参考孙玉林等^[15]的方法做适当修改,准确配制摩尔浓度为 0.1 mmol/L 的 DPPH-乙醇溶液,现配现用。多糖样品用蒸馏水配制不同浓度的样液, V_c 做阳性对照,取 2 mL 样液和 2 mL DPPH 溶液于试管中,涡旋均匀后室温避光放置 20 min,在 517 nm 处测定吸光值 A₁, A₂ 用无水乙醇代替 DPPH 溶液, A₀ 为蒸馏水和 DPPH 溶液。按式(2)计算自由基清除能力。

$$K_{\text{DPPH}} = \left(1 - \frac{A_1 - A_2}{A_0}\right) \times 100\%, \quad (2)$$

式中:

K_{DPPH} ——DPPH 自由基清除率, %;

A_1 ——样品吸光值;

A_2 ——对照吸光值;

A_0 ——空白吸光值。

(2) 超氧(O_2^-)自由基清除率测定:参照 Yao 等^[16]的方法进行改进。将牛膝多糖用去离子水配制样液, Vc 做阳性对照, 各取 0.5 mL 样液置于试管中, 加入 2.5 mL 0.1 mol/L Tris-HCl 缓冲液(pH 为 8.2), 保温 10 min 后加入之前配置的 0.5 mL 25 mmol/L 邻苯三酚工作液反应 4 min, 加入 1 mL 0.01 mol/L HCl 终止反应, 320 nm 处测量其吸光值 A_1 , A_0 用水代替样品。超氧自由基的清除率按式(3)计算:

$$K_{\text{O}_2^-} = \frac{A_0 - A_1}{A_0} \times 100\%, \quad (3)$$

式中:

$K_{\text{O}_2^-}$ ——超氧自由基清除率, %;

A_1 ——样品吸光值;

A_0 ——空白吸光值。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 预浸泡含水率对牛膝多糖得率的影响 由图 1 可知, 预浸泡含水率对牛膝多糖的得率产生影响。随着预浸泡含水率的增加, 多糖得率呈先增加后趋于平稳的趋势。预浸泡含水率对多糖提取率的影响是由于使用的原料为干燥的牛膝, 若直接进行蒸汽爆破, 水分不能充分渗透物料内部。增加水的预浸泡会使物料溶胀, 可在蒸汽爆破过程加快蒸汽的渗透, 从而在泄压瞬间增大机械剪切力^[17]。当预浸泡含水率为 10% 时, 牛膝已完全溶胀, 再增大预浸泡水量, 对多糖提取没有明显影响。

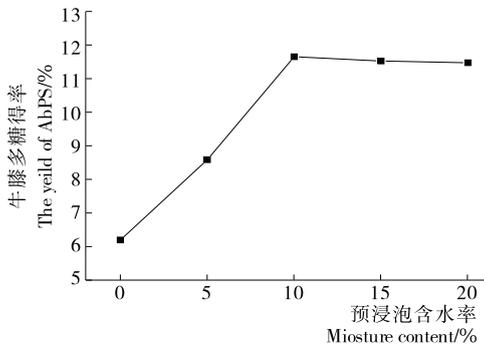


图 1 预浸泡含水率对牛膝多糖得率的影响

Figure 1 Effect of moisture content on the yield of AbPS

2.1.2 蒸汽压力和维压时间对牛膝多糖得率的影响 蒸汽爆破设备的 2 个参数蒸汽压力和维压时间决定了蒸汽爆破的反应强度, 影响蒸汽爆破处理物料的结果, 进而关系到牛膝多糖的得率(图 2~3)。随着蒸汽爆破压力的增大和维压时间的增长, 牛膝多糖得率均呈先增加后降低的趋势。由图 2、3 可知, 蒸汽爆破压力 1.5 MPa 和维压 60 s 时得率最

高。这可能是由于随着蒸汽爆破强度越强, 越能有效地打破物料内部抗提取屏障, 可加速多糖的溶出, Sui 等^[18]曾报道过, 蒸汽爆破促使了物料内部多孔网络的产生和放大, 改变多孔性质从而改善了萃取过程; 另一个原因可能是蒸汽爆破会使半纤维素降解, 释放出降解产物水溶性多糖, 导致了多糖产率的增加, Sun 等^[19]的研究曾证实过该观点。但当蒸汽爆破压力继续增加时, 牛膝多糖得率会下降, 推测是由于巨大的机械剪切力使糖苷键进一步断裂^[20], 多糖降解成为寡糖或单糖等, 在提取过程中无法醇沉或被洗掉。

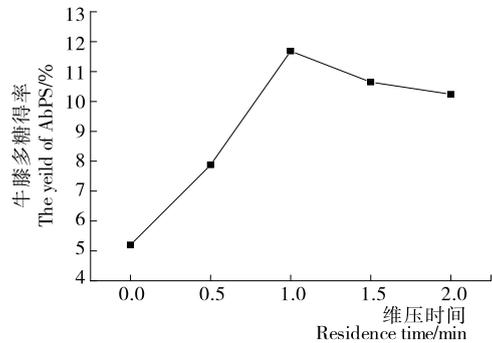


图 2 维压时间对牛膝多糖得率的影响

Figure 2 Effect of residence time on the yield of AbPS

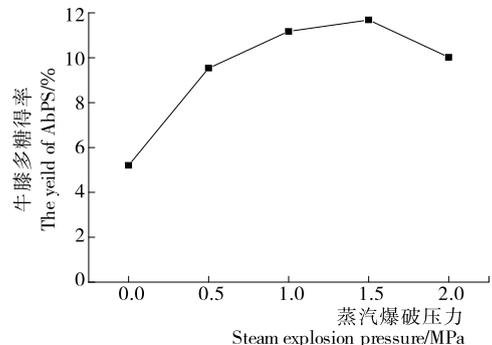


图 3 蒸汽爆破压力对牛膝多糖得率的影响

Figure 3 Effect of steam explosion pressure on the yield of AbPS

2.2 响应面优化提取工艺

以牛膝多糖提取率为指标, 通过 Box-Behnken 响应面法对蒸汽爆破处理牛膝工艺进行分析, 得到多元二次回归模型方程式:

$$Y_1 = -25.63250 + 142.59X_1 + 27.77X_2 + 0.244X_3 - 9.1X_1X_2 - 0.5X_1X_3 + 0.137X_2X_3 - 405.1X_1^2 - 8.95X_2^2. \quad (4)$$

Box-Behnken 试验因素和水平见表 1, 响应面设计方案及结果见表 2。

表 1 Box-Behnken 试验因素和水平表

Table 1 Coded levels of independent variables used in Box-Behnken design

水平	X_1 预浸泡含水率/%	X_2 汽爆压力/MPa	X_3 维压时间/s
-1	5	1.0	30
0	10	1.5	60
1	15	2.0	90

表2 响应面设计方案及结果

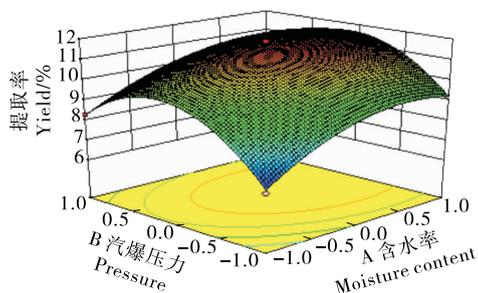
Table 2 Box-Behnken design with independent variables and response values

试验号	X ₁	X ₂	X ₃	得率/%
1	-1	-1	0	6.80
2	1	-1	0	9.18
3	-1	1	0	8.29
4	1	1	0	9.76
5	-1	0	-1	7.21
6	1	0	-1	10.37
7	-1	0	1	9.69
8	1	0	1	9.85
9	0	-1	-1	7.27
10	0	1	-1	7.48
11	0	-1	1	8.22
12	0	1	1	9.25
13	0	0	0	11.61
14	0	0	0	11.62
15	0	0	0	11.83
16	0	0	0	11.86
17	0	0	0	11.87

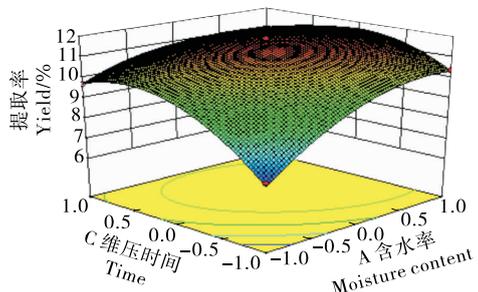
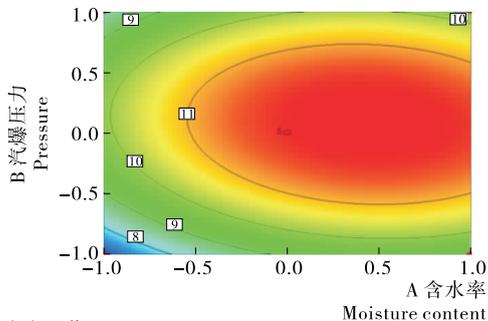
基于回归方程的因素显著性分析(表3),多糖提取率回归模型中 X₁、X₂、X₃、X₁²、X₂²、X₃² 和 X₁X₃ 极显著, X₁X₂ 和 X₂X₃ 不显著。回归方程的系数检验中,置信度 98%的置信区间(confidence interval, CI)表明系数平均值的可靠程度较高;模型的失拟项不显著,即该模型是稳定的,能较好地预测结果。

蒸汽爆破各因素对牛膝多糖得率影响响应面及等高线见图4。各因素之间交互作用的强弱能够由等高线的形状反映,圆形说明两因素交互作用不显著,椭圆形则相反。从图4可以看出,含水率与维压时间的交互项呈现出典型的椭圆形,说明交互作用显著。此外,沿维压时间轴方向的等高线密度变化略高于含水率方向的变化,说明维压时间对多糖得率的影响较大。其余两交互因素等高线的形状趋近于圆形,未达显著水平。

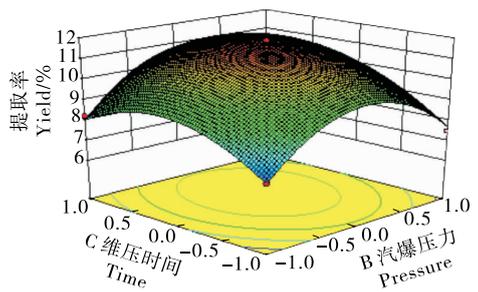
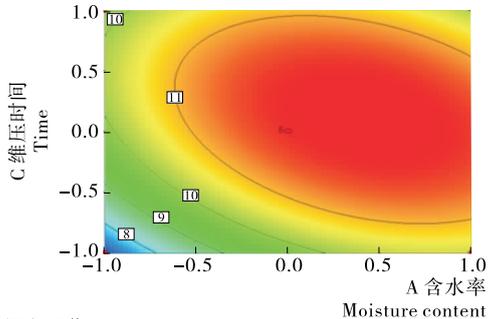
通过模型预测,得到蒸汽爆破工艺的最优值为预浸泡含水率 11%,蒸汽爆破压力 1.57 MPa,维压时间 63.14 s,在相同提取条件下,多糖得率为 11.90%。为检验得到的结果是否准确,采用上述蒸汽爆破优化条件,考虑到多位小数不利于实际操作,蒸汽爆破工艺参数修正为:预浸泡含水率 11%,蒸汽爆破压力 1.6 MPa,维压时间 63 s 时,在此条件下多糖



(a) 预浸泡含水率和汽爆压力交互作用



(b) 预浸泡含水率和维压时间交互作用



(c) 汽爆压力和维压时间交互作用

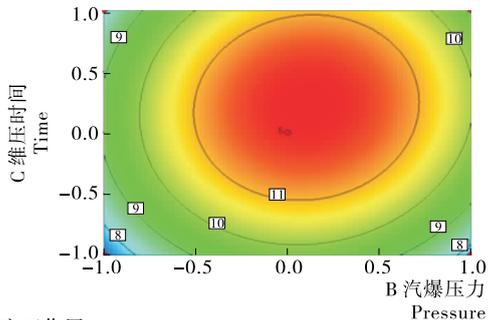


图4 各因素交互作用对牛膝多糖得率影响的三维曲面图

Figure 4 Response surface plots showing the interactive effect of independent variables on the extraction yields of AbPS

表 3 回归模型方差分析及显著性检验[†]

Table 3 Analysis of variance (ANOVA) for the regression model

变异来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	51.11	9	5.68	151.44	<0.000 1	**
X ₁	6.43	1	6.43	171.36	<0.000 1	**
X ₂	1.37	1	1.37	36.52	0.000 5	**
X ₃	2.74	1	2.74	73.01	<0.000 1	**
X ₁ X ₂	0.21	1	0.21	5.52	0.051 1	
X ₁ X ₃	2.25	1	2.25	60.00	<0.000 1	**
X ₂ X ₃	0.17	1	0.17	4.48	0.072 0	
X ₁ ²	4.32	1	4.32	115.16	<0.000 1	**
X ₂ ²	21.08	1	21.08	562.24	<0.000 1	**
X ₃ ²	9.04	1	9.04	241.06	<0.000 1	**
残差	0.26	7	0.04			
失拟项	0.19	3	0.06	3.73	0.117 8	不显著
净误差	0.07	4	0.02			
总误差	51.37	16				

[†] * 表示 P<0.05 水平显著, ** 表示 P<0.01 水平极显著;
R²=0.994 9; R_{adj}²=0.988 3。

得率为 11.88%, 实际测量值与理论值相接近, 差异不显著。本试验采用蒸汽爆破处理样品, 在相同提取条件下高出未经爆破处理的近 2 倍。这与当前倪辉等^[8]、孙俊良等^[9]的研究结果均一致。蒸汽爆破技术是纯物理手段, 从生产成本和绿色安全上考虑, 是一种短时高效的方法。采用修正后的方法得到的蒸汽爆破参数准确可靠, 具有一定实用价值。

2.3 蒸汽爆破对牛膝扫描电镜表现的影响

蒸汽爆破处理和未处理的牛膝电镜图见图 5。未处理牛膝表面坚硬, 结构致密有序, 且表面附着颗粒状物质, 这与刘传敏^[21]的研究结果相似。由图 5(b)可知, 蒸汽爆破可极大地改变牛膝的微观结构, 表皮层受到严重破坏, 纤维结合变

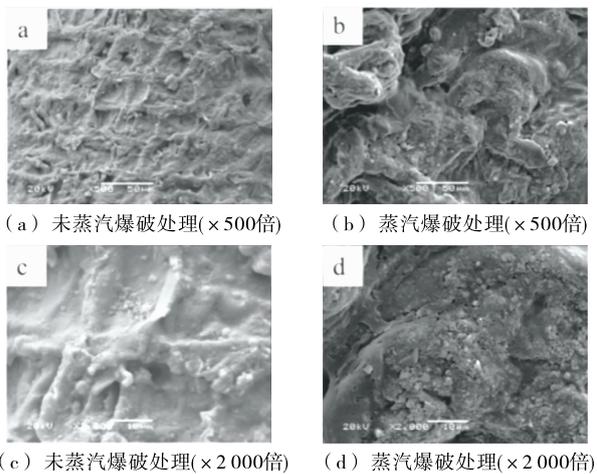


图 5 蒸汽爆破处理和未处理牛膝扫描电镜图

Figure 5 Scanning electron micrographs of steam-explosion pretreated and untreated *Achyranthes bidentata* Radix

得松弛, 有很大程度的断裂, 出现较大的沟壑和空洞, 推测是由于半纤维素的断裂和降解, 这一现象与许丙磊^[22]的发现一致, 也与王风芹等^[23]报道的结果相似。从图 5(d)可以看出, 由于蒸汽爆破的作用, 牛膝表面颗粒状物质明显增多。蒸汽爆破对牛膝结构的破坏, 会使多糖提取过程中, 溶剂更容易渗入到牛膝内部, 使提取更加完全, 这与蒸汽爆破处理后, 牛膝多糖得率增高的结果相一致。

2.4 蒸汽爆破对牛膝多糖热稳定性的影响

经汽爆处理后的牛膝多糖 (SEP) 与未爆破的牛膝多糖的 DSC 分析见图 6 和表 4。2 种多糖均具有 2 个吸热峰 (峰 1 和峰 2) 和一个放热峰 (峰 3)。1 号吸热峰可能是较低温度下, 多糖的自由水和结合水的蒸发吸热。2 号吸热峰推测为大分子多糖的初步降解所需的热量, 未处理的多糖和汽爆后的多糖分别在 178.99, 184.04 °C 开始分解。汽爆后, 牛膝多糖的焓变值由 6.87 J/g 降至 5.23 J/g, 峰值温度由 191.50 °C 升到 197.83 °C, 推测是由于汽爆过程中, 部分大分子多糖有一定程度的降解导致。3 号峰为一个放热峰, 是由于多糖热解或氧化分解产生的热。汽爆后, 牛膝多糖在该行为下变为宽峰, 并且热焓 (6.79 J/g) 远低于未处理多糖的热焓 (62.64 J/g)。

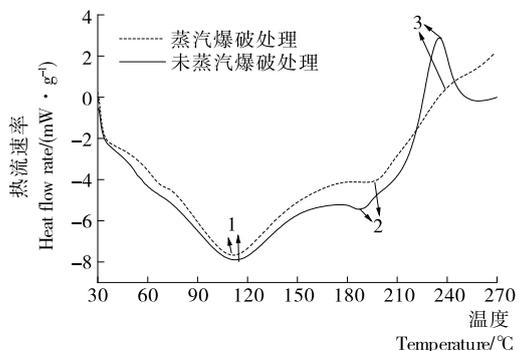


图 6 蒸汽爆破处理和未处理牛膝多糖 DSC 曲线

Figure 6 Thermodynamic curves of steam-explosion pretreated and untreated AbPS

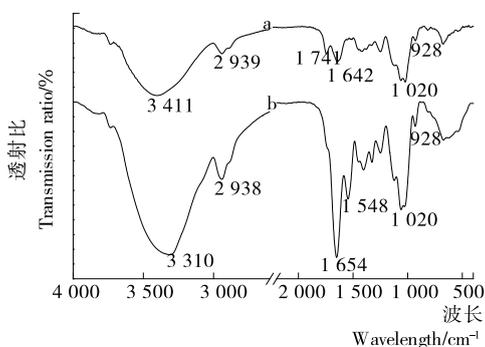
2.5 牛膝多糖红外表征

通过傅里叶红外光谱扫描对牛膝多糖主要的官能团进行表征。如图 7 所示, 未爆破处理牛膝多糖的红外光谱图中, 代表 O—H 的 3 310 cm⁻¹ 左右宽阔的吸收峰和代表 C—H 的 2 938 cm⁻¹ 左右的强吸收峰为多糖结构的主要谱带^[24]。在 1 020 cm⁻¹ 处的吸收, 表明糖单元中 C—O—C 的变形振动^[25]。2 935 cm⁻¹ 处吸收峰为 C—H 的亚甲基峰, 928 cm⁻¹ 处的尖峰为呋喃环的吸收峰^[26], 由此可判断该提取物是一种呋喃型杂多糖。方积年等^[27]曾从牛膝中分离出肽多糖, 因此 1 654, 1 548 cm⁻¹ 处的强吸收特征峰应为羰基键的伸缩振动和 N—H 键的弯曲振动^[28]。蒸汽爆破处理后, 多糖在 3 411 cm⁻¹ 左右的 O—H 和 2 939 cm⁻¹ 左右的 C—H 特征谱带被保留。由图 7 中 a 谱带可知。在 1 740 cm⁻¹ 处出现较强吸收峰, 应为 C=O 的伸缩振动^[29], 同时 1 548 cm⁻¹ 处代表 N—H 的吸收峰消失。

表4 牛膝多糖的热力学参数

Table 4 Thermodynamic parameters of AbPS

峰位	样品	热焐 $\Delta H/(J \cdot g^{-1})$	起始温度/ $^{\circ}C$	峰值温度/ $^{\circ}C$	终止温度/ $^{\circ}C$
1号峰	未蒸汽爆破处理	-112.16	71.80	111.41	152.48
	蒸汽爆破处理	-96.02	77.26	112.70	156.14
2号峰	未蒸汽爆破处理	-6.87	178.99	191.50	203.02
	蒸汽爆破处理	-5.23	184.04	197.83	209.40
3号峰	未蒸汽爆破处理	62.64	219.16	234.92	250.19
	蒸汽爆破处理	6.79	217.88	238.41	270.17



a. 蒸汽爆破处理 b. 未汽爆处理

图7 牛膝多糖的红外光谱图

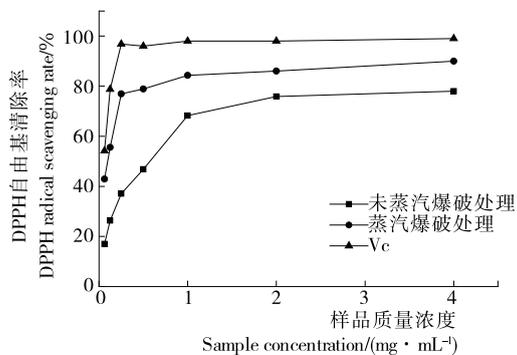
Figure 7 FT-IR spectra of steam-explosion pretreated and untreated AbPS

2.6 牛膝多糖体外抗氧化活性

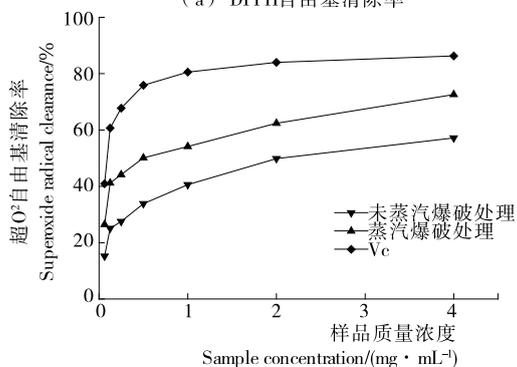
图8可以看出,牛膝多糖对2种自由基的清除能力都随着浓度的增加而增强。对汽爆处理后和未处理的牛膝多糖清除自由基能力的比较,可以看到汽爆处理后,牛膝多糖的抗氧化能力明显增强,最大清除率相比于未处理组显著增加,原因是蒸汽爆破使一部分被包裹的多糖释放出来,增加了多糖的含量和种类,从而提升了多糖的抗氧化活性。但均低于相同浓度的Vc。在图8(a)中,当样品浓度为2 mg/mL时,未处理组的DPPH自由基清除率达到77.9%,而汽爆处理组的清除率为90%。在图8(b)中,同样可以看出汽爆后的牛膝多糖对超氧自由基的清除率显著提高,是未爆破组的1.3倍左右,汽爆处理组的 IC_{50} 均低于未爆破处理组的。

3 结论

将蒸汽爆破技术应用于牛膝的预处理,可显著提高牛膝多糖的提取率和抗氧化活性。经响应面分析法优化牛膝预处理的最优工艺参数为预浸泡含水率11%,汽爆压力1.6 MPa,维压时间63 s。经实验验证,此条件下预处理的牛膝多糖得率为11.88%,约为未处理的2倍。汽爆处理后,牛膝表面出现大的沟壑和空洞,比表面积增大,传质阻力减小;牛膝多糖在热稳定试验中表现在裂解吸热过程中焓变值的降低,峰值升高,放热过程中焓变值的显著降低;随着蒸汽爆破强度的增加,可有效加强牛膝多糖对DPPH和超氧自由基的清除能力。本试验结果为蒸汽爆破技术在植物多糖提取



(a) DPPH自由基清除率



(b) 超氧自由基清除率

图8 牛膝多糖对DPPH自由基和超氧自由基的清除作用
Figure 8 Effects of scavenging DPPH radicals and superoxide radicals by steam-explosion pretreated and untreated AbPS

工艺中的应用提供了一定的理论依据。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 一部[M]. 2010年版. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 67-68.
- [2] 时春娟, 周永达, 张剑波, 等. 牛膝多糖研究进展[J]. 中国新药杂志, 2006, 15(16): 1330-1334.
- [3] 万晓军. 牛膝多糖提取工艺研究[J]. 山东食品发酵, 2009(3): 35-39.
- [4] 郭婕, 李季平, 刘中华. 怀牛膝多糖的微波提取工艺研究[J]. 中国果菜, 2017, 37(4): 16-19.
- [5] 姜艳, 许海丹. 超声波辅助提取牛膝多糖的工艺研究[J]. 广州化工, 2015(13): 109-110.
- [6] CHEN Hong-zhang, LIU Li-ying, YANG Xue-xia, et al. New process of maize stalk amination treatment by steam explosion[J].

- Biomass & Bioenergy, 2005, 28(4): 411-417.
- [7] CHEN Hong-zhang, LIU Li-ying. Unpolluted fractionation of wheat straw by steam explosion and ethanol extraction [J]. Bioresour Technol, 2007, 98(3): 666-676.
- [8] 倪辉, 蔡慧农, 吴黎明, 等. 利用蒸汽爆破法破壁花粉的技术[J]. 农业工程学报, 2010, 26(5): 367-372.
- [9] 孙俊良, 杜寒梅, 梁新红, 等. 响应面法优化蒸汽爆破技术提取苹果果胶工艺[J]. 食品科学, 2017, 38(14): 270-275.
- [10] SHARMA S, KUMAR R, GAUR R, et al. Pilot scale study on steam explosion and mass balance for higher sugar recovery from rice straw [J]. Bioresource Technology, 2015, 175: 350-357.
- [11] KUROSUMI A, SASAKI C, KUMADA K, et al. Novel extraction method of antioxidant compounds from *Sasa palmata*, (Bean) Nakai using steam explosion[J]. Process Biochemistry, 2007, 42(10): 1 449-1 453
- [12] 张棋, 易军鹏, 李欣, 等. 蒸汽爆破预处理对粉葛总黄酮及抗氧化性的影响[J]. 食品科学, 2016, 37(9): 40-44.
- [13] 李冰. 亚麻籽蒸汽爆破处理及其活性成分变化研究[D]. 洛阳: 河南科技大学, 2017: 23-24.
- [14] 刘翀, 张瑞婷, 刘本国, 等. 蒸汽爆破处理对麦麸的酚酸组成及其抗氧化活性的影响(英文)[J]. 农业工程学报, 2016, 32(6): 308-314.
- [15] 孙玉林, 文菁, 赵娟, 等. 响应面优化酶法提取虎斑乌贼肌肉多糖的工艺及抗氧化活性测定[J]. 食品科学, 2017, 38(22): 246-255.
- [16] YAO Ling-yun, ZHAO Qing-sheng, XIAO Jie, et al. Composition and antioxidant activity of the polysaccharides from cultivated *Saussurea involucreta* [J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2012, 50(3): 849-853.
- [17] 贺永惠, 王清华, 黄会丽, 等. 蒸汽爆破提高小麦麸皮中水溶性戊聚糖含量及热重分析[J]. 农业工程学报, 2015, 31(13): 286-291.
- [18] SUI Wen-jie, CHEN Hong-zhang. Extraction enhancing mechanism of steam exploded *Radix Astragali* [J]. Process Biochemistry, 2014, 49(12): 2 181-2 190.
- [19] SUN Xiao-feng, XU Fang-qian, SUN Run-cang, et al. Characteristics of degraded hemicellulosic polymers obtained from steam-exploded wheat straw [J]. Carbohydrate Polymers, 2005, 1(60): 15-26.
- [20] SONG Hong-dong, Yang Rui-jin, ZHAO Wei, et al. Innovative assistant extraction of flavonoids from pine (*Larix olgensis* Henry) needles by high-density steam flash-explosion[J]. Journal of Agricultural & Food Chemistry, 2014, 62(17): 3 806.
- [21] 刘传敏. 牛膝矿物元素含量分析及其多糖成分的提取和免疫学活性的研究[D]. 扬州: 扬州大学, 2009: 33-34
- [22] 许丙磊. 蒸汽爆破法处理玉米芯半纤维素的研究[D]. 无锡: 江南大学, 2011: 17-18.
- [23] 王风芹, 尹双耀, 谢慧, 等. 前处理对玉米秸秆蒸汽爆破效果的影响[J]. 农业工程学报, 2012(12): 273-280.
- [24] SANTHIYA D, SUBRAMANIAN S, NATARAJAN K A. Surface chemical studies on sphalerite and galena using extracellular polysaccharides isolated from *Bacillus polymyxa* [J]. Journal of Colloid & Interface Science, 2002, 256(2): 237.
- [25] GRUBE M, BEKERS M, UPITE D, et al. Infrared spectra of some fructans[J]. Spectroscopy, 2015, 16(16): 289-296.
- [26] 陈晓明, 徐愿坚, 田庚元. 牛膝多糖的理化性质研究及结构确证[J]. 药学报, 2005, 40(1): 32-35.
- [27] 方积年, 张志花, 刘柏年. 牛膝多糖的化学研究[J]. 药学报, 1990(7): 526-529.
- [28] YOU Li-jun, LI Yu-zhe, ZHAO Hai-feng, et al. Purification and characterization of an antioxidant protein from pearl oyster (*Pinctada fucata martensii*) [J]. Journal of Aquatic Food Product Technology, 2015, 24(7): 661-671.
- [29] YIN Jun-yi, NIE Shao-ping, ZHOU Chao, et al. Chemical characteristics and antioxidant activities of polysaccharide purified from the seeds of *Plantago asiatica* L.[J]. Journal of the Science of Food & Agriculture, 2010, 90(2): 210-217.

(上接第 80 页)

比 3 种多项式拟合而构造的凸轮, 以 5 次多项式拟合的凸轮曲线动力学综合性能最优。因此, 针对该种旋盖机凸轮机构, 采用 5 次多项式拟合凸轮曲线的设计方法最合适。

(2) 本研究所采用的多项式拟合凸轮曲线设计方法, 相比于企业用直线连接关键点并倒圆的设计方法, 极大地提高了曲线的连续性, 曲线由原本的 G1 连续升至 G2、G3, 甚至是 G4, 这将有效提高凸轮机构的动力学性能, 减少机构振动, 从而使旋盖机在提高转速的情况下也能平稳运行。

(3) 本研究为凸轮曲线设计提供了比较灵活的设计方法, 研究了凸轮曲线对凸轮机构动力学特性的影响, 所建立的动力学模型虽然精度已足够, 但仍不够精细, 后期可以将间隙的影响考虑其中, 进一步深入研究凸轮曲线对凸轮机构动力学的影响。

参考文献

- [1] 莫亚梅. 凸轮机构研究的现状及发展趋势[J]. 南通工学院学报, 1999(1): 21-25.
- [2] 赵浩东. 平行分度凸轮机构的动力学研究[D]. 济南: 济南大学, 2011: 7-20.
- [3] 王波波, 曹巨江, 焦楠. 基于优化方法的简谐梯形通用凸轮曲线的反求设计[J]. 机械传动, 2014, 38(2): 83-85.
- [4] 崔正伏. 间歇链传动系统动力学实验研究[D]. 天津: 天津大学, 2008: 2-3.
- [5] 刘昌祺, 牧野洋, 曹西京. 凸轮机构设计[M]. 北京: 机械工业出版社, 2005: 35-41.
- [6] 葛正浩, 冯涛, 彭国勋. 可以任意增加局部控制条件的凸轮机构通用多项式运动规律[J]. 机械科学与技术, 1998, 17(6): 986-1 022.
- [7] 张策. 机械动力学[M]. 北京: 高等教育出版社, 2008: 224-265.
- [8] 田亚平, 康军凤. 阻尼对高速凸轮机构动力学的影响分析[J]. 机械传动, 2010, 34(3): 59-61.
- [9] 高江红. 考虑输入轴角速度波动时凸轮机构动力学研究[J]. 机械传动, 2011, 35(11): 91.