DOI: 10.13652/j.issn.1003-5788.2020.03.028

# 静电纺魔芋葡甘聚糖一纳米四氧化三铁 复合膜的力学性能研究

Study on the mechanical properties of electro-spun fiber film of Konjac glucomannan/combined with nano-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

谢建华1,2 谢丙清3 张桂云1,2

XIE Jian-hua<sup>1,2</sup> XIE Bing-qing<sup>3</sup> ZHANG Gui-yun <sup>1,2</sup> 郑俊峰<sup>1,2</sup> 庞 杰<sup>3</sup>

ZHENG Jun-feng<sup>1,2</sup> GAO Zhi-qiang<sup>1,2</sup> PANG Jie<sup>3</sup>

(1. 漳州职业技术学院食品工程学院,福建 漳州 363000;2. 农产品深加工及安全福建省高校应用技术工程中心, 福建 漳州 363000;3. 福建农林大学食品科学学院,福建 福州 350002)

(1. Department of Food and Biology Engineering, Zhangzhou Profession and Technology Institute,

Zhangzhou, Fujian 363000, China; 2. The Applied Technical Engineering Center of Further Processing and Safety of Agricultural Products, Higher Education Institutions in Fujian Province, Zhangzhou, Fujian 363000, China; 3. College of Food Science, Fujian Agriculture and Forestry University, Fuzhou, Fujian 350002, China)

摘要:将魔芋葡甘聚糖—纳米四氧化三铁共混,通过静电纺丝技术进一步制备多纳米纤维复合膜,研究纳米四氧化三铁、KGM、甘油、Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 含量对复合膜力学性能的影响。结果表明,纳米  $Fe_3O_4$ 、KGM、甘油、Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 含量对复合膜性能有较大影响,当纳米  $Fe_3O_4$  含量为 1.0%, KGM 含量为 1.2%,甘油含量为 0.1%,Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 含量为 0.1%时,制得的复合膜的拉伸强度为 28.35 MPa,断裂伸长率为 6.42%。

**关键词:**魔芋葡甘聚糖;纳米四氧化三铁;复合膜;力学性能

**Abstract:** In order to improve the mechanical property, Konjac glucomannan (KGM) was mixed with nano-Fe $_3$ O $_4$ to prepare the composite membrane by electrospinning technology. Results indicate that the content of raw materials, including nano-Fe $_3$ O $_4$ , KGM, glycerin, and Na $_2$ CO $_3$ , had considerable impact on the mechanical property of composite membrane. When the ratio of nano-Fe $_3$ O $_4$ , KGM, glycerin, and Na $_2$ CO $_3$  in the composite membrane was 1.0%, 1.2%,

基金项目:国家自然科学基金项目(编号:31471704,31271837,31301599);福建省科技计划项目(编号:2018N2002);福建省自然科学基金项目(编号:2014J01378);福建省中青年教师教育科研项目(编号:JA15697)

作者简介:谢建华,男,漳州职业技术学院副教授,硕士。 通信作者:庞杰(1965—),男,福建农林大学教授,博士。

E-mail: pang3721941@163.com

收稿日期:2019-08-20

0.1% and 0.1% respectively, the tensile strength was 28.35 MPa and the elongation at break was 6.42%.

Keywords: KGM; nano-Fe $_3O_4$ ; composite film; mechanical properties

魔芋葡甘聚糖(KGM)作为一种天然植物多糖,具有良好的成膜性、可降解性、可再生性、凝胶性等特性[1],被广泛应用于食品、医药、化工以及生物领域[2-3]。但是,KGM直接用物理共混干燥成膜存在易吸湿、机械强度差以及性能单一等问题[4]。将纳米加入大分子聚合物基体中能增强复合材料的力学[5-6]、抗菌性[7-8]等,目前已有大量关于在聚合物基体中加入纳米颗粒以提高复合材料的整体性能的报道[9-11]。纳米四氧化三铁(Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)是目前应用最广泛的磁性纳米材料之一,具有无刺激性、无毒、阻隔性良好等特性[12-13]。研究表明,采用静电纺丝制备 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PVA 纳米纤维[14] 和聚酰亚胺/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 磁性纳米复合薄膜[15],其 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 有利于增强膜的拉伸强度和提高膜的可纺性。但关于纳米四氧化三铁和魔芋葡甘聚糖应用于包装领域的材料尚未见报道。

试验拟采用静电纺丝,以 KGM 为成膜材料,通过探讨 KGM 浓度、纳米  $Fe_3O_4$ 、甘油浓度及  $Na_2CO_3$  浓度对膜的力学的影响,以获得 KGM/纳米  $Fe_3O_4$  复合膜的最佳条件,为 KGM-纳米  $Fe_3O_4$  静电纺丝膜的开发提供依据。

# 1 材料和方法

# 1.1 材料与仪器

魔芋纯化粉:食品级,武汉市清江魔芋制品有限 公司;

纳米四氧化三铁:纳米级,阿拉丁试剂(上海)有限 公司:

其他试剂均为分析纯;

电动搅拌器: STSJB-120型, 上海索廷机电设备有限公司;

数显恒温水浴锅: HH-4型, 常州国华电器有限公司; 静电纺丝设备: KH-3型, 济南良睿科技有限公司; 电子天平: AL-IC型, 上海精密仪器仪表有限公司;

高速台式离心机:4-20N型,湖南恒诺仪器设备有限公司;

电热鼓风干燥箱: YZF-6020型,上海姚氏仪器设备厂:

超声波清洗器: KQ型,济宁科强超声检测仪器有限公司;

电子万能试验机: UTM6000型, 济南美特斯测试技术所。

## 1.2 方法

1.2.1 纳米复合膜的制备 将纳米  $Fe_3O_4$  粉体加入一定比例的蒸馏水后,于超声波清洗器中处理(功率 150 W,温度  $30 \, ^{\circ} ^{\circ}$ ,时间  $30 \, ^{\circ} ^{\circ}$ ,时间  $30 \, ^{\circ} ^{\circ}$ ,就后加入 KGM 粉末,械力搅拌至均匀,再加入  $Na_2CO_3$  和甘油,于  $30 \, ^{\circ} ^{\circ}$  水浴中搅拌120 min,3  $600 \, ^{\circ}$  /min 离心  $15 \, ^{\circ}$  min 后备用,得成膜液。选择规格为  $10 \, ^{\circ}$  mL 的注射器,往注射器中加入  $10 \, ^{\circ}$  mL 成膜液,静电纺丝机中的正极夹子夹在与注射器相连的针头上(针头内径选择规格为  $0.6 \, ^{\circ}$  mm),平板接收装置与负极相连接,进行静电纺丝(距离  $13 \, ^{\circ}$  cm,电压  $25 \, ^{\circ}$  kV,温度  $45 \, ^{\circ} ^{\circ}$  ,流速  $2.5 \, ^{\circ}$  mL/h,时间  $24 \, ^{\circ}$  h),然后于  $50 \, ^{\circ}$  供箱内干燥  $24 \, ^{\circ}$  h,即为 KGM/纳米  $Fe_3O_4$  复合膜  $165 \, ^{\circ}$  。

1.2.2 拉伸强度和断裂伸长率的测定 将复合膜裁成长 方形进行测量,按式(1)、(2)分别计算拉伸强度和断裂伸 长率<sup>[17]</sup>。

$$\sigma_t = \frac{p}{bd},\tag{1}$$

$$\varepsilon_{\tau} = \frac{L_1 - L_0}{L_0} \times 100\%,$$
(2)

式中:

σ, ——拉伸强度, MPa;

P——最大载荷,N;

b----试样宽度,mm;

d----试样厚度,mm;

ε, — 断裂伸长率, %;

 $L_0$ ——试验前试样标线之间的距离,mm;

L1---试验后试样标线之间的距离,mm。

# 1.2.3 单因素试验

- (1) 纳米  $Fe_3 O_4$  含量的确定:以 KGM 含量为 1.0%、甘油含量为 0.1%、 $Na_2 CO_3$  含量为 0.1% 为基准,比较不同纳米  $Fe_3 O_4$  含量(0.0%,0.4%,0.8%,1.2%,1.6%)对膜的力学性能的影响。
- (2) KGM 含量的确定:以纳米  $Fe_3O_4$  含量为 1.0%、甘油含量为 0.1%、 $Na_2CO_3$  含量为 0.1% 为基准,比较不同 KGM 含量(0.0%,0.4%,0.8%,1.2%,1.6%)对膜的力学性能的影响。
- (3) 甘油含量的确定:以 KGM 含量为 1.0%、纳米  $Fe_3O_4$  含量为 1.0%、 $Na_2CO_3$  含量为 0.1% 为基准,比较不同甘油含量(0.00%,0.05%,0.10%,0.15%,0.20%)对 膜的力学性能的影响。
- (4)  $Na_2CO_3$  含量的确定:以 KGM 浓度为 1.0%、纳米  $Fe_3O_4$  含量为 1.0%、甘油含量为 0.1%为基准,比较不同  $Na_2CO_3$  含量(0.00%, 0.04%, 0.08%, 0.12%, 0.16%) 对膜的力学性能的影响。
- 1.2.4 正交试验设计 根据单因素试验的结果,选择对 膜性能影响比较大的因素,以拉伸强度、断裂伸长率为指标,设计正交试验。

# 2 结果与分析

## 2.1 纳米四氧化三铁含量的影响

由图 1 可知,复合膜的断裂伸长率以及拉伸强度随纳米  $Fe_3O_4$  含量的增加先增大后趋于平缓。当纳米  $Fe_3O_4$  含量<0.8%时,断裂伸长率和拉伸强度快速增加;当纳米  $Fe_3O_4$  含量>0.8%时,断裂伸长率和拉伸强度趋于平缓,可能是由于纳米  $Fe_3O_4$  浓度较低时,在 KGM 中散布得相对较匀,从而加强了 KGM 的扩展阻力,协同完善了复合膜的力学特征 [18-19]。当纳米  $Fe_3O_4$  浓度较高时,KGM 基体中没有足够的空间来分散纳米  $Fe_3O_4$ ,因此复合膜的力学性能趋于稳定 [20]。综合选择最佳纳米  $Fe_3O_4$  含量为 1.0%。

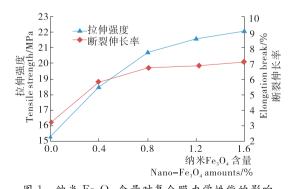


图 1 纳米 Fe<sub>3</sub> O<sub>4</sub> 含量对复合膜力学性能的影响 Figure 1 Relationship between nano-Fe<sub>3</sub> O<sub>4</sub> and the properties of composite film

#### 2.2 魔芋葡甘聚糖含量的影响

由图 2 可知,复合膜的拉伸强度随 KGM 含量的增大 先增后降,由 12.3 MPa 增加至 32.5 MPa 后再下降至 28.6 MPa;而复合膜的断裂伸长率与 KGM 含量呈正 比<sup>[21]</sup>,由 4.26%增加至 7.12%。当 KGM 浓度<1.2%时, 随着 KGM 浓度的增大,单位体积内 KGM 分子数越多, 纳米 Fe<sub>3</sub> O<sub>4</sub> 与 KGM 间的相互作用力变得更加强烈致使 膜的拉伸强度增强<sup>[22]</sup>。当 KGM 浓度>1.2%时,成膜液 黏度越来越高,复合膜中分子的移动排列变得更加困难, 残余的溶剂使复合膜刚性变小<sup>[21,23]</sup>,致使膜的拉伸强度降 低及断裂伸长率增大。故 KGM 浓度应控制在 1.0%左右。

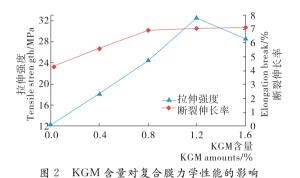


Figure 2 Relationship between KGM concentration and the properties of composite film

## 2.3 甘油含量的影响

由图 3 可知,复合膜的断裂伸长率与甘油含量呈正比,由 2.25%增加至 5.83%;而拉伸强度下降,由 32.4 MPa下降至 12.8 MPa。这可能是由于甘油弱化了纳米 Fe<sub>3</sub> O<sub>4</sub> 与 KGM 分子间的相互作用力,复合膜的刚性结构被进一步弱化,分子链的流动性变得比较强烈<sup>[24-25]</sup>,改善了复合膜的松弛性能与延展性能,提高了复合膜的柔韧性,但可能导致膜的致密性变差,使复合膜断裂伸长率增长,拉伸强度降低。因此,甘油含量不宜过高,以 0.1%为宜。

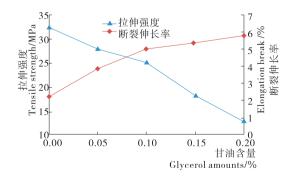


图 3 甘油含量对复合膜力学性能的影响 Figure 3 Relationship between glycerol concentration

and the properties of composite film

#### 2.4 碳酸钠含量的影响

碱性条件下, KGM 去乙酰基, 复合膜的力性能增强  $\mathbb{C}^{26-27}$ 。由图 4 可知, 复合膜的拉伸强度和断裂伸长率随  $\mathbb{N}a_2$   $\mathbb{C}O_3$  含量的增加先增加后略微下降。当  $\mathbb{N}a_2$   $\mathbb{C}O_3$  含量较低时, KGM 分子中乙酰基数量较多, 与纳米  $\mathbb{F}e_3$   $\mathbb{O}_4$  的相互作用比较强烈, 形成致密性比较好的复合结构, 提高了复合膜的力学性能。当  $\mathbb{N}a_2$   $\mathbb{C}O_3$  含量较高时, KGM 分子中的乙酰基基本上已被脱除, 发生部分碱凝胶反应, 纺丝液黏度太大, 在纺丝过程中无法连续纺丝, 甚至发生喷液滴现象, 最终形成纤维分布不均匀的结构相貌, 复合膜的力学性能略微下降  $\mathbb{C}^{28}$ 。因此以  $\mathbb{O}_3$  。 8 量为宜。

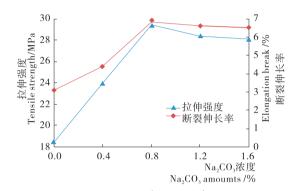


图 4 Na<sub>2</sub> CO<sub>3</sub> 含量对复合膜力学性能的影响 Figure 4 Relationship between Na<sub>2</sub> CO<sub>3</sub> concentration and the properties of composite film

#### 2.5 正交试验分析

以纳米  $Fe_3O_4$ 、KGM、甘油、 $Na_2CO_3$  含量为影响因子,以复合膜拉伸强度、断裂伸长率为指标进行四因素四水平试验设计,因素水平表见表 1,试验结果见表 2。

由表 3 可知,KGM 含量对复合膜的拉伸强度影响显著,其影响顺序是 KGM 含量 > 纳米  $Fe_3O_4$  含量 > Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 含量 > 甘油含量,从极差分析其最佳工艺为: KGM 含量 1.2%,纳米  $Fe_3O_4$  含量 1.0%,Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 含量 0.08%,甘油含量 0.12%。

由表 4 可知,甘油含量对复合膜的断裂伸长率影响显著,其影响顺序是甘油含量>Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>含量>KGM含量>纳米 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>含量,从极差分析其最佳工艺为:甘油含量 0.10%,Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>含量 0.12%,纳米 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>含量 1.2%, KGM含量 1.0%。

综上,影响  $KGM/纳米 Fe_3 O_4$  复合膜综合性能的优化组合为  $A_3 B_4 C_3 D_3$ ,即最佳复合膜成膜工艺参数为纳米  $Fe_3 O_4$  含量 1.0%, KGM 含量 1.2%,  $Na_2 CO_3$  含量 0.1%, 甘油含量 0.1%,此工艺条件下制备得到的复合膜的综合性能较佳,其拉伸强度为 28.35 MPa、断裂伸长率 6.42%。

%

# 表 1 正交试验因素水平表

Table 1 Factors and levels of orthogonal experiment

| .l. 77 | A                                    | В      | С                                  | D    |
|--------|--------------------------------------|--------|------------------------------------|------|
| 水平     | 纳米 Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> 含量 | KGM 含量 | Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 含量 | 甘油含量 |
| 1      | 0.6                                  | 0.9    | 0.06                               | 0.06 |
| 2      | 0.8                                  | 1.0    | 0.08                               | 0.08 |
| 3      | 1.0                                  | 1.1    | 0.10                               | 0.10 |
| 4      | 1.2                                  | 1.2    | 0.12                               | 0.12 |

表 2 L<sub>16</sub> (4<sup>5</sup>)正交试验与结果

Table 2 L<sub>16</sub> (4<sup>5</sup>) Orthogonal experimental analysis

| ì     | 式验号      | A      | В      | C      | D      | 空列     | 拉伸强度/MPa | 断裂伸长率/% |
|-------|----------|--------|--------|--------|--------|--------|----------|---------|
|       | 1        | 1      | 1      | 1      | 1      | 1      | 23.45    | 5.65    |
|       | 2        | 1      | 2      | 2      | 2      | 2      | 24.96    | 6.01    |
|       | 3        | 1      | 3      | 3      | 3      | 3      | 25.45    | 6.28    |
|       | 4        | 1      | 4      | 4      | 4      | 4      | 25.72    | 6.40    |
|       | 5        | 2      | 1      | 2      | 3      | 4      | 25.52    | 6.23    |
|       | 6        | 2      | 2      | 1      | 4      | 3      | 26.05    | 6.13    |
|       | 7        | 2      | 3      | 4      | 1      | 2      | 25.30    | 6.01    |
|       | 8        | 2      | 4      | 3      | 2      | 1      | 26.55    | 6.21    |
|       | 9        | 3      | 1      | 3      | 4      | 2      | 25.17    | 6.23    |
|       | 10       | 3      | 2      | 4      | 3      | 1      | 25.07    | 6.40    |
|       | 11       | 3      | 3      | 1      | 2      | 4      | 26.25    | 6.15    |
|       | 12       | 3      | 4      | 2      | 1      | 3      | 27.73    | 6.06    |
|       | 13       | 4      | 1      | 4      | 2      | 3      | 24.36    | 6.22    |
|       | 14       | 4      | 2      | 3      | 1      | 4      | 24.82    | 6.03    |
|       | 15       | 4      | 3      | 2      | 4      | 1      | 26.38    | 6.28    |
|       | 16       | 4      | 4      | 1      | 3      | 2      | 27.14    | 6.25    |
|       | $k_{11}$ | 24.895 | 24.625 | 25.723 | 25.325 | 25.363 |          |         |
| 拉     | $k_{12}$ | 25.855 | 25.225 | 26.148 | 25.530 | 25.643 |          |         |
| 伸强    | $k_{13}$ | 26.055 | 25.845 | 25.498 | 25.795 | 25.898 |          |         |
| 度     | $k_{14}$ | 25.675 | 26.785 | 25.118 | 25.830 | 25.578 |          |         |
|       | $R_1$    | 1.160  | 2.160  | 1.040  | 0.505  | 0.535  |          |         |
|       | $k_{21}$ | 6.085  | 6.083  | 6.045  | 5.938  | 6.135  |          |         |
| 断刻    | $k_{22}$ | 6.145  | 6.143  | 6.145  | 6.148  | 6.125  |          |         |
| 断裂伸长率 | $k_{23}$ | 6.210  | 6.180  | 6.188  | 6.290  | 6.173  |          |         |
| 长率    | $k_{24}$ | 6.195  | 6.230  | 6.258  | 6.260  | 6.203  |          |         |
|       | $R_2$    | 0.125  | 0.145  | 0.213  | 0.353  | 0.078  |          |         |

表 3 拉伸强度的方差†

Table 3 Variance analysis of tensile strength

| 方差来源 | 偏差平方和    | 自由度 | 方差      | F 值   | 显著性 |
|------|----------|-----|---------|-------|-----|
| A    | 3.092 4  | 3   | 1.030 8 | 5.31  |     |
| В    | 10.215 6 | 3   | 3.405 2 | 17.54 | *   |
| С    | 2.245 3  | 3   | 0.748 4 | 3.85  |     |
| D    | 0.679 4  | 3   | 0.226 5 | 1.17  |     |
| 误差   | 0.582 5  | 3   | 0.194 2 |       |     |
| 总变异  | 16.815 2 | 15  |         |       |     |

<sup>†</sup>  $F_{0.05}(3.3) = 9.28; F_{0.01}(3.3) = 29.46^{[30]}$ .

## 表 4 断裂伸长率的方差†

| Table 4 | <b>T</b> 7 . | 1 .      | r    |        | 1          |
|---------|--------------|----------|------|--------|------------|
| rabie 4 | variance     | anaivsis | OI I | upture | elongation |

| 方差来源 | 偏差平方和   | 自由度 | 方差      | F 值   | 显著性 |
|------|---------|-----|---------|-------|-----|
| A    | 0.038 3 | 3   | 0.012 8 | 2.51  |     |
| В    | 0.046 4 | 3   | 0.015 5 | 3.05  |     |
| С    | 0.094 8 | 3   | 0.031 6 | 6.23  |     |
| D    | 0.306 2 | 3   | 0.102 1 | 20.11 | * * |
| 误差   | 0.015 2 | 3   | 0.005 1 |       |     |
| 总变异  | 0.501 0 | 15  |         |       |     |

<sup>†</sup>  $F_{0.05}(3.3) = 9.28; F_{0.01}(3.3) = 29.46^{[30]}$ 

# 3 结论

将纳米  $Fe_3O_4$  与 KGM 共混互配,通过静纺得到 KGM/纳米  $Fe_3O_4$  复合膜,考察不同因素对复合膜性能的影响。结果表明:以纳米  $Fe_3O_4$  含量 1.0%,KGM 含量 1.2%,甘油含量 0.1%, $Na_2CO_3$  含量 0.1%制备的 KGM/纳米  $Fe_3O_4$  复合膜的性能较好,拉伸强度为 28.35 MPa、断裂伸长率 6.42%。后续可进一步探索静电纺丝对膜结构形貌、化学键变化的影响,从而更深入解释静电纺丝对魔芋葡甘聚糖一纳米四氧化三铁的成膜机理。

# 参考文献

- [1] 谢建华,请丙清,庞杰,等. 魔芋葡甘聚糖与乳清蛋白的相 互作用研究[J]. 食品科学, 2017, 38(5): 98-103.
- [2] 周韵,赵丹,辰巳英三,等. 魔芋葡甘露聚糖在食品产业中的研究进展[J]. 食品与机械,2013,29(4):258-262.
- [3] 肖东,周文化,邓航,等. 多糖类食品添加剂抑制鲜湿面老化机理研究[J]. 食品与机械,2017,33(3): 121-126.
- [4] 万力,肖满,倪学文,等.魔芋葡甘聚糖/乙基纤维素共混成 膜机理的研究[J]. 湖北工业大学学报,2016,31(1):81-84.
- [5] GHIASI M S, CHEN J, VAZIRI A, et al. Bone fracture healing in mech-anobiological modeling: A review of principles and methods[J]. Bone Rep, 2017, 6(6): 87-100.
- [6] ILANGUMARAN G, STRATTON G, RAVICHANDRAN S, et al. Microbial de-gradation of lobster shells to extract chitin derivatives for plant disease management[J]. Frontiers in Microbiology, 2017, 8(8): 781.
- [7] 陈巧玲, 陈碧桑, 吴秀婷, 等. 蛋壳粉纳米银抗菌材料的制备及抑菌性研究[J]. 食品与机械, 2018, 34(8): 105-109.
- [8] 唐智鹏, 陈晨伟, 谢晶. 纳米二氧化钛对聚乙烯醇吸湿特性及抗菌性能的影响[J]. 食品与机械, 2018, 34(7): 106-110.
- [9] GYARMATI B, SZILAGYISZILAGYI B A, SZILAGYI A. Reversible interactions in self-healing and shape memory hydrogels[J]. European Polymer Journal, 2017, 93: 642-669.
- [10] HUANG Hai-rong, WISMEIJER D, HUNZIKE R E B, et al. The acute inflammatory response to absorbed collagen sponge is not enhanced by BMP-2[J]. International Journal

of Molecular Sciences, 2017, 18(3): 498.

- [11] LAFARGE C, BONNOTTE A, LHERMINIER J, et al. Trapping of carvacrol by konjac glucomannan-potato starch gels: Stability from macroscopic to microscopic scale, using image processing[J]. Food Hydrocolloids, 2017, 66: 216-226.
- [12] 阳晶, 李忠海.  $Fe_3O_4$ @ VC 磁性纳米粒子对 Cr(VI)的吸附性能[J]. 食品与机械, 2017, 33(4): 75-80.
- [13] 李成魁,祁红璋,严彪. 磁性纳米四氧化三铁颗粒的化学制备及应用进展[J]. 上海金属,2009,31(4):54-58.
- [14] 董馨茜, 刘立柱, 翁凌, 等. 电纺制备聚酰亚胺/ $Fe_3O_4$  磁性纳米复合薄膜及其性能表征[J]. 高分子材料科学与工程, 2018, 34(8); 161-172.
- [15] 杨诗文, 戴丽琴, 张如全. 静电纺丝法制备 PEO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 磁性纳米纤维[J]. 上海纺织科技, 2016, 44(1): 13-15.
- [16] XIAO Man, WAN Li, CORKE HAROLD, et al. Characterization of konjac glucomannan-ethyl cellulose film formation via microscopy[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2016, 85: 434-441.
- [17] 安瑞琪,黄建初,李崇高,等.浓缩乳清蛋白/魔芋葡甘聚糖复配蜂蜡膜[J].高分子材料科学与工程,2016,32(11):125-129.
- [18] 李悦玮,顾海宏,李妮,等. 热处理对聚丙烯腈/聚环氧乙烷复合纳米纤维膜的力学性能影响研究[J]. 现代纺织技术,2016,24(6):1-5.
- [19] HUANG Yi-cheng, YANG Chi-yu, CHU Hao-wen, et al. Effect of alkali on konjac glucomannan film and its application on wound healing [J]. Cellulose, 2015, 22 (1): 737-747.
- [20] LEUANGSUKRERK M, PHUPOKSAKUL T, TAN-ANUWONG K, et al. Properties of konjac glucomannan-whey protein isolate blend films[J]. Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie, 2014, 59(1): 94-100.
- [21] 周美丽. 纤维素增强壳聚糖/普鲁兰多糖包装材料的研究[J]. 包装工程, 2015(11): 61-64.
- [22] 杨星星,何春霞,周颖. 阻湿剂对麦秸秆/植物蛋白胶复合 材料阻湿性能与微观结构的影响[J]. 复合材料学报,2016, 33(10): 2 363-2 370.

(下转第 184 页)

因素试验和响应面优化试验,得出 CGSE 的最佳提取条件为乙醇体积分数 50%、提取时间 25 min、料液比 1:40 (g/mL)、提取次数 5 次,此条件下的多酚得率最高为3.13%,显著高于张俞等[21] 的结论。体外抗氧化试验结果表明,CGSE 具有较好的铁还原能力,同时能很好地抑制活性氧自由基对荧光物质的淬灭。虽然 CGSE 的铁还原能力和氧自由基吸收能力弱于商业常用抗氧化剂  $V_{\rm C}$ ,但均显著高于 BHT,表明 CGSE 具有较好的体外抗氧化能力,可作为一种优良的天然抗氧化剂植物资源。试验未对青冈栎果壳多酚的其他功能活性和作用机制进行深入探究,后续可对其细胞和体内抗氧化能力进行研究并探讨其作用机制,同时评估其他方面的功能活性。

#### 参考文献

- [1] 周伟,夏念和. 我国壳斗科植物资源:尚待开发的宝库[J]. 林业资源管理,2011(2):93-96.
- [2] 刘仁林,王娟,廖为明. 10 种壳斗科植物果实主要营养成分比较分析[J]. 江西农业大学学报, 2009, 31(5): 901-905.
- [3] 黄建琴,徐弈鼎,王烨军,等.安徽省橡实资源及其开发利用[J].安徽林业科技,2008(增刊1):27-28.
- [4] 王亚凤,黄永林,刘金磊,等. 壳斗科植物种子的多酚类含量及抗氧化能力[J]. 广西科学,2016,23(2):180-183.
- [5] 周磊, 许敏, 杨崇仁, 等. 壳斗科植物的化学成分及生物活性研究进展[J]. 天然产物研究与开发, 2012, 24(2): 260-273.
- [6] 甘耀坤, 陈旭健, 韦敏, 等. 青冈栎果实抗癌活性的实验研究[J]. 食品科技, 2010, 35(3): 227-229.
- [7] 王敏,田珍燕,王蔚新. 板栗壳多酚的提取及其抗氧化性能的研究[J]. 食品研究与开发,2018,39(22):66-72.
- [8] 庞闹, 王亚凤, 何瑞杰, 等. 甜槠化学成分研究(I)[J]. 中 药材, 2018, 41(9): 2116-2119.
- [9] OGAWA K, HIROSE S, NAGAOKA S, et al. Interaction between tea polyphenols and bile acid inhibits micellar cholesterol solubility[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2016, 64(1): 204-209.
- [10] 王婧,郭阳,包怡红,等.仙人掌多酚超声辅助醇提工艺优 化及抗氧化、降脂能力分析[J].食品与机械,2019,35(8):

- 177-182.
- [11] 阮冲,肖小华,李攻科. 天然产物有效成分提取分离制备方法研究进展[J]. 化学试剂,2014,36(3):193-200.
- [12] 刘远方,李萌萌,刘远晓,等.功率超声波及其在食品工业中的降解应用研究进展[J].食品与发酵工业,2018,44(10):283-289.
- [13] PISOSCHI A M, POP A, CIMPEANU C, et al. Antioxidant capacity determination in plants and plant-derived products: A review[J]. Oxidative Medicine and Cellular Longevity, 2016, 2016; 9130976.
- [14] MANNINO G, PERRONE A, CAMPOBENEDETTO C, et al. Phytochemical profile and antioxidative properties of Plinia trunciflora fruits: A new source of nutraceuticals[J]. Food Chemistry, 2020, 307: 125515.
- [15] BHOLAH K, RAMFUL-BABOOLALL D, NEERGHEEN-BHUJUN V S. Antioxidant activity of polyphenolic rich *Moringa oleifera* Lam. extracts in food systems[J]. Journal of Food Biochemistry, 2015, 39(6): 733-741.
- [16] RODRIGUES C A, NICÁCIO A E, BOEING J S, et al.
  Rapid extraction method followed by a d-SPE clean-up step
  for determination of phenolic composition and antioxidant
  and antiproliferative activities from berry fruits[J]. Food
  Chemistry, 2020, 309: 125694.
- [17] 秦永剑,张加研,杨兆勋.响应面优化油菜籽皮中原花青素的提取工艺[J].现代农业科技,2012(20):316-317.
- [18] 马金魁,黄晓辰,张佳仪,等.响应面法优化辣木叶总黄酮提取工艺及其抑菌性研究[J].食品研究与开发,2019,40 (15):57-65.
- [19] HOFMANN T, NEBEHAJ E, ALBERT L. The high-performance liquid chromatography/multistage electrospray mass spectrometric investigation and extraction optimization of beech (Fagus sylvatica L.) bark polyphenols[J]. Journal of Chromatography A, 2015, 1 393: 96-105.
- [20] 苏适,王双侠.响应曲面优化超声波辅助提取无花果叶总黄酮的工艺研究[J].食品研究与开发,2019,40(9):101-106.
- [21] 张俞, 刘婷婷, 刘洋, 等. 蒙古栎种壳多酚的超声辅助提取 及抗氧化能力[J]. 植物研究, 2010, 30(5): 623-628.

# (上接第 147 页)

- [23] RAJABZADEH S, SANO R, ISHGAMI T, et al. Preparation of hydrophilic vinyl chloride copolymer hollow composite membranes with antifouling properties [J]. Applied Surface Science, 2015, 324: 718-724.
- [24] 唐正弦, 贺玉婷. 温度和甘油对海藻酸钠/羧甲基纤维素钠 膜阻隔性的影响[J]. 轻工科技, 2015(1): 25-27.
- [25] LEE H J, CHO E J, KIM Y G, et al. Pervaporative separation of bioethanol using a polydimethylsiloxane/polyetherimide composite hollow-composite membrane [ J ].

- Bioresource Technology, 2012, 109(4): 110-115.
- [26] 许晶翠, 张传禹, 葛天舒, 等. 海藻酸钠—醋酸纤维素复合薄膜的制备及除湿性能测试[J]. 化工学报, 2016, 68(1): 256-263.
- [27] 吴先辉, 林浚, 王丽霞. 魔芋胶/威兰胶复合膜的制备及性能[J]. 食品研究与开发, 2016, 37(15): 19-24.
- [28] ZHANG Fan, LI Jian-bin, LIANG Xin-quan, et al. Properties of konjac glucomannan's modified compound membrane [J]. Food Research and Development, 2016, 37(6): 6-8.
- [29] 王钦德, 杨坚. 食品试验设计与统计分析[M]. 北京: 中国农业大学出版社, 2003: 330-361.